



**HAL**  
open science

# Étude des mécanismes de plasticité lors de la mise en forme de l'alliage de titane Ti-6Al-4V : influence de la microstructure initiale et des conditions de sollicitations thermomécaniques

Laurie Despax

► **To cite this version:**

Laurie Despax. Étude des mécanismes de plasticité lors de la mise en forme de l'alliage de titane Ti-6Al-4V : influence de la microstructure initiale et des conditions de sollicitations thermomécaniques. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2021. Français. NNT : 2021EMAC0015 . tel-03579314

**HAL Id: tel-03579314**

**<https://theses.hal.science/tel-03579314>**

Submitted on 18 Feb 2022

**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.

Université Fédérale



Toulouse Midi-Pyrénées

# THÈSE

en vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

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

---

présentée et soutenue par

Laurie DESPAX

le 16 Juillet 2021

Étude des mécanismes de plasticité lors de la mise en forme de l'alliage de titane Ti-6Al-4V : influence de la microstructure initiale et des conditions de sollicitations thermomécaniques

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

**Unité de recherche :**

Institut Clément Ader, UMR CNRS 5312, IMT Mines Albi

**Directeurs de thèse :**

Denis DELAGNES, Professeur, IMT Mines Albi

Vanessa VIDAL, Maître-assistante, IMT Mines Albi

**Membres du jury :**

Patrick VILLECHAISE, Directeur de recherche CNRS, ISAE-ENSMA, Poitiers (*Rapporteur*)

Philippe CASTANY, Maître de conférences-HDR, INSA, Rennes (*Rapporteur*)

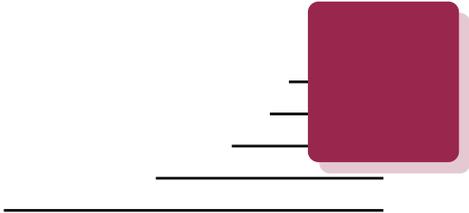
Sabine DENIS, Professeure, Université de Lorraine, Nancy (*Présidente*)

Nathalie GEY, Chargée de recherche, Université de Lorraine, Metz (*Examinatrice*)

Vincent VELAY, Maître-assistant, IMT Mines Albi (*Examineur*)

Moukrane DEHMAS, Professeur, CIRIMAT-ENSIACET, Toulouse (*Examineur*)





# Remerciements

---

Cette thèse a été réalisée en collaboration entre l'Institut Clément Ader, le CIRIMAT et l'Université de Kagawa au Japon et a été financée par l'IMT Mines d'Albi. Je remercie ces différentes entités, très complémentaires, pour le cadre de travail fourni.

Je remercie M. Patrick Villechaise et M. Philippe Castany d'avoir accepté de rapporter mon travail de thèse. Je remercie également Mme Sabine Denis d'avoir présidé ma soutenance de thèse, de même que Mme Nathalie Gey et M. Vincent Velay pour leur participation à mon jury. J'ai beaucoup apprécié ce moment d'échange partagé ensemble.

Je tiens tout particulièrement à remercier mes encadrants M. Denis Delagnes, Mme Vanessa Vidal et M. Moukrane Dehmas pour ces années de thèse. Merci pour les nombreuses discussions que nous avons pu avoir durant mes réunions d'avancement, à la fin desquelles je sortais, bien souvent, avec la tête remplie de questionnement. Toutefois, j'ai beaucoup appris de ces échanges. Je vous remercie également pour le temps que vous m'avez, à chaque fois, accordé pour répondre à mes questions et m'aider dans le traitement de mes données et la rédaction de ma thèse. Je garderai également comme bon souvenir le déplacement à Hambourg et les essais au synchrotron avec Vanessa, Moukrane et Stella. Je vous remercie pour tout. Et Denis, après cette thèse, sur le comportement en température d'un alliage de titane, j'espère maintenant que lorsque l'on parle de martensite, vous pensez directement à celle formée après trempe dans ces alliages (et non pas à celle formée dans les aciers)! Je les remercie grandement de m'avoir permis d'atteindre mes objectifs!

Ma thèse a été ponctuée de divers déplacements à l'étranger, qui m'ont permis de rencontrer de nombreux spécialistes dans leur domaine et, surtout, de nombreux passionnés.

Grâce aux bonnes relations entre l'ICA-Albi et l'université de Kagawa, j'ai tout d'abord eu l'opportunité de réaliser un déplacement de 4 mois à l'Université de Kagawa au Japon. Lors de ce déplacement, j'ai été accueillie de la meilleure des façons par M. Hiroaki Matsumoto. Je le remercie grandement de m'avoir aussi bien intégrée dans ses équipes ainsi que pour toute l'aide qu'il a pu m'apporter dans ma thèse, plus particulièrement sur le traitement des données des essais de relaxation et des analyses EBSD.

Dans ses équipes, j'ai fait la connaissance de Mister Mioshi (mon référent dans le laboratoire), Mister Saw (qui cuisine très bien les gyoza japonais), Mister Ito (spécialiste en essais de traction et matériaux superplastiques, avec qui j'ai passé de très bons moments). J'ai appris qu'on pouvait facilement arriver à se comprendre, en ne parlant pas la même langue, simplement en combinant quelques mots de vocabulaire au « body language ». Oui les japonais sont finalement de bons français : « ça serait plus simple si le monde entier pouvait parler notre langue maternelle ! ». Je remercie également Nicolas pour tous les bons moments passés ensemble à découvrir le Japon et ses traditions.

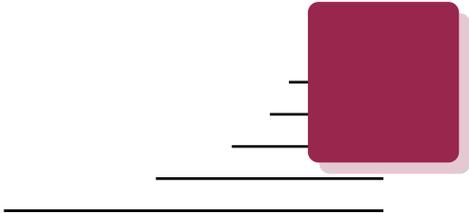
Des essais ont également été réalisés à Hambourg et Oxford. La plus belle rencontre que j'ai été amenée à faire lors de ces déplacements, est celle d'Emad Maawad et Andreas Stark. Je tiens à remercier ces personnes, qui m'ont beaucoup aidé pour la réalisation de mes essais de diffraction de rayons X synchrotron et sur le post-traitement associé. De retour au laboratoire, tous les essais réalisés à l'ICAA n'auraient pas été possible sans l'aide de Thomas, Jean-Michel, Serge, Karine, Sabine et Karim. Plus particulièrement, je remercie Thomas et Jean-Mi pour leur aide indispensable pour la réalisation des essais de traction sous atmosphère inerte. Je tiens également à m'excuser pour les "séances de transpiration" causées par des essais réalisés pendant des heures à plus de 900°C au mois de juillet, deux années d'affilé. Je remercie Serge pour les superbes images prises au MEB et surtout pour la remise à niveau sur les groupes de rock des années 70. Un grand merci à Karine qui a pris le relais de Serge pour la réalisation des observations au MEB, que j'ai bien embêté avec mes microstructures ultrafines.

L'environnement de travail est un aspect important mais les personnes qui nous entourent font également partie de la réussite d'une thèse. J'ai eu la chance de tomber dans le meilleur des bureaux, « le bureau du bonheur ». C'est dans ce bureau que j'ai pu rencontrer FloFlo (l'aiguilleur du ciel, alias Calimero), MoMo (l'avion de chasse, alias cupidon des matériaux), Manu (en période estivale seulement : oui le paresseux est un animal vivant dans un arbre (bureau) qui en descend en période de fortes chaleurs pour survivre), Lilia (la super couturière), Aurélien (le bourreau des cœurs, pardon du cœur d'Anh Tuan) et Hamdi (le pro de la programmation, qui m'aura bien aidé sur LaTeX). Je tiens également à remercier Stella et Fatna avec qui j'ai pu partager deux déplacements à Hambourg pour des essais de RX synchrotron. Nous aurons bien avancé dans notre thèse mais nous aurons également bien rigolé. Je remercie également tous les doctorants, stagiaires et ingénieurs pour les bons moments passés ensemble : Tarek, Benjamin, Phuong, Jennifer, Abdelmagid, Anh Tuan, Lisa, Camille B., Margot, Charles, Maxime E., Maxime H., Céline V., Céline G., Camille W., Lilian, Théo, Achraf, Lilia, Sabrine, Annise, Noémie, William, Sylvain, Sinan, Aissatou, Mahmoud, Romeu. Oui j'ai voulu faire une liste mais c'est sûr que je vais en oublier !

Je tiens également à remercier ma belle-famille qui nous a hébergé quelques temps pendant la période confinement-déconfinement-confinement et, qui plus est, en période de rédaction de thèse.

Je remercie également tous les membres de ma famille qui m'ont donné les moyens d'en arriver là et qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui. Je les remercie pour leur soutien sans faille pendant toutes ces années.

Pour finir, je tiens à remercier mon Greg qui a été présent pendant ces trois années, qui m'a soutenu, que ce soit dans les bons ou les mauvais moments. Merci pour tout ce que tu as fait pour nous depuis ces cinq années ensemble.



# Table des matières

---

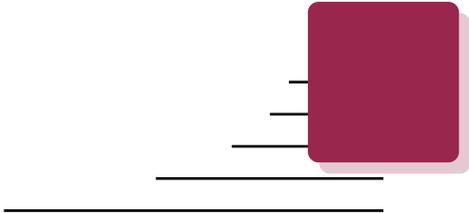
<i>Remerciements</i> . . . . .	iii
<i>Table des matières</i> . . . . .	v
<hr/>	
<b>Introduction</b> . . . . .	1
<b>I Aspects métallurgiques et mécaniques des alliages de titane</b> . . .	5
I.1 Généralités sur le titane et ses alliages . . . . .	6
I.1.1 Le titane de haute pureté . . . . .	6
I.1.2 Les alliages de titane . . . . .	7
I.1.3 Microstructures et textures : cas de l'alliage Ti-6Al-4V . . . . .	10
I.2 Mécanismes de déformation à haute température de l'alliage Ti-6Al-4V	18
I.2.1 Mécanismes conventionnels de plasticité . . . . .	20
I.2.2 Mécanismes de déformation superplastique . . . . .	23
I.2.3 Particularités de l'alliage Ti-6Al-4V . . . . .	29
I.3 Modifications microstructurales induites par sollicitation mécanique . . .	32
I.3.1 Phénomènes liés à des mécanismes conventionnels de déformation plastique . . . . .	32
I.3.2 Phénomènes liés à un comportement superplastique . . . . .	36
I.4 Synthèse . . . . .	37
<b>II Matériau d'étude et méthodes de caractérisation</b> . . . . .	39
II.1 Matériau d'étude . . . . .	40
II.2 Comportement sous sollicitation thermique et thermomécanique . . . .	40
II.2.1 Traitements thermiques . . . . .	41
II.2.2 Essais de traction interrompus en température . . . . .	41
II.2.3 Traitements thermiques et essais de traction en température sous rayonnement synchrotron haute énergie . . . . .	44
II.3 Observation microstructurale . . . . .	52
II.4 Identification de sous-structures et de la texture cristallographique des phases . . . . .	54

II.4.1	Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) . . . . .	54
II.4.2	Analyse de la texture par diffraction de rayons X conventionnelle . . . . .	58
II.4.3	Diffraction de rayons X synchrotron haute énergie . . . . .	59
<b>III</b>	<b>Étude de la microstructure et de la texture cristallographique des états initiaux et de leur évolution en température</b> . . . . .	<b>61</b>
III.1	Microstructure et texture cristallographique des états initiaux . . . . .	62
III.1.1	Microstructure à grains fins ("FG") . . . . .	62
III.1.2	Microstructure à grains ultra-fins ("UFG") . . . . .	66
III.2	Évolution de la microstructure et de la texture cristallographique avec la température . . . . .	70
III.2.1	Fraction de phase . . . . .	70
III.2.2	Taille des grains $\alpha$ . . . . .	73
III.2.3	Texture cristallographique . . . . .	74
III.3	Apport de la DRX synchrotron sur l'étude des paramètres microstructuraux au chauffage . . . . .	78
III.3.1	Fraction de phase (microstructure FG) . . . . .	78
III.3.2	Distance interréticulaire . . . . .	80
III.3.3	Largeur à mi-hauteur . . . . .	85
III.4	Conclusion . . . . .	88
<b>IV</b>	<b>Évolution de la microstructure et de la texture cristallographique issues d'essais de traction à haute température</b> . . . . .	<b>89</b>
IV.1	Comportement mécanique en traction . . . . .	90
IV.1.1	Cas de la microstructure FG . . . . .	90
IV.1.2	Cas de la microstructure UFG . . . . .	92
IV.2	Évolution microstructurale en traction à haute température (refroidissement four) . . . . .	94
IV.2.1	Évolution de la morphologie et de la taille des grains $\alpha$ (FG et UFG) . . . . .	94
IV.2.2	Joints de grains et sous-structures de déformation dans les grains $\alpha$ : évolution dans la microstructure FG . . . . .	100
IV.2.3	Texture cristallographique . . . . .	104
IV.2.4	Synthèse . . . . .	112
IV.3	Apport de la diffraction des rayons X synchrotron haute énergie (DRX-HE) . . . . .	114
Préambule	. . . . .	114
IV.3.1	Évolution in-situ de la microstructure FG à 750 °C . . . . .	118
IV.3.2	Évolution in-situ de la microstructure FG à 920 °C . . . . .	127
IV.3.3	Évolution in-situ de la microstructure UFG . . . . .	134
IV.4	Conclusion . . . . .	144
<b>Conclusion</b>	. . . . .	<b>145</b>
—————		
<b>A</b>	<b>Essais de relaxation en température et calcul du paramètre <math>m</math> - cas de la microstructure FG</b> . . . . .	<b>149</b>
<b>B</b>	<b>Figures de pôles obtenues après essais rompus et refroidis lentement - cas de la microstructure FG</b> . . . . .	<b>153</b>

---

C Évolutions des déformations élastiques du réseau cristallin pour différentes conditions d'essai . . . . .	157
D Intensité diffractée fonction de l'angle azimutal . . . . .	161
<hr/>	
<i>Bibliographie</i> . . . . .	169





# Introduction

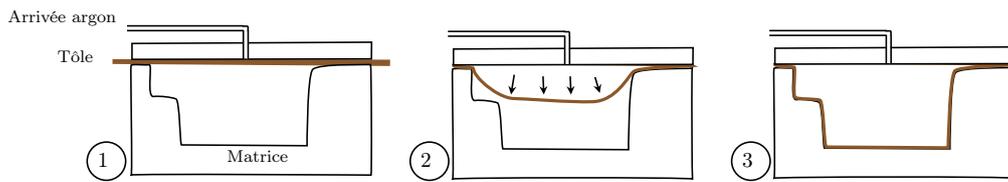
---

Au cours des vingt dernières années, la consommation de titane et de ses alliages a été multipliée par cinq, passant de 60 000 tonnes au début des années 2000 à 300 000 tonnes aujourd'hui [Alb17]. Leurs principaux domaines d'application sont l'aéronautique, le spatial, les transports, l'énergie (centrales électriques), le médical (métal biocompatible, prothèses), le luxe et les sports (cadres de vélos). Dans le secteur aéronautique, les alliages de titane représentent entre 5% et 15% des matériaux utilisés pour la construction des avions. Ils sont préférés en raison de leur bonne tenue à la corrosion, de leur durée de vie en fatigue, mais surtout en raison de leur résistance mécanique spécifique ( $R_m/\rho$ ) élevée. Son utilisation concerne différentes zones de l'avion, telles que les mâts réacteur, les nacelles, les trains d'atterrissage, les encadrements de porte, les disques et aubes fans, les entrées d'air ou encore les panneaux des eaux usées.

Les pièces fabriquées sont majoritairement issues de l'usinage de blocs forgés et de la mise en forme de tôles. Les techniques de mise en forme de tôle principalement utilisées sont : l'emboutissage, le formage superplastique et le formage à chaud. L'emboutissage consiste à déformer plastiquement une tôle en appliquant une pression avec un poinçon sur la tôle, afin qu'elle prenne la forme de la matrice.

Le formage superplastique consiste à mettre en forme des tôles, chauffées uniformément, par l'application d'une pression d'un gaz inerte afin de déformer la tôle jusqu'à ce qu'elle épouse la matrice visée (Fig.1). Elle fait appel à la capacité de certains matériaux métalliques, tels que les alliages de titane, d'aluminium, les superalliages ou les aciers, à subir de forts allongements dans certaines conditions de température ( $T \geq 0,5T_{\text{fusion}}$ ), de vitesse de déformation (inférieure à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) et de microstructure (généralement équiaxe et biphasée).

Le formage à chaud nécessite des températures et des temps de mise en forme inférieurs à ceux utilisés pour le formage SPF. La déformation par formage à chaud peut se faire par pression de gaz, de la même façon que le SPF, ou bien par un poinçon métallique.



**Figure 1** – Schéma de principe d'une mise en forme par formage superplastique, adapté de [Pro06].

Le procédé de formage superplastique ("Superplastic forming"=SPF) peut être un bon candidat pour la réduction des coûts de mise en forme des alliages de titane, dans le cas de pièces à forme complexe car cette technologie présente de nombreux atouts. L'un de ses avantages est l'utilisation d'un ou deux moules femelles au lieu de plusieurs paires d'outils, qui nécessitent classiquement d'être parfaitement ajustées. Ainsi, cette technologie permet de limiter les coûts associés à la conception de l'outillage. Un autre avantage est l'obtention de pièces finies de forme complexe en une seule opération ("near net shape"), limitant ainsi les étapes coûteuses de post-fabrication (usinage et rectification). Cette technique permet effectivement d'intégrer le formage de détails, tels que des nervures, mais également d'atteindre des profondeurs de déformation irréalisables avec d'autres technologies. Pour exemple, Airbus utilise aujourd'hui le formage superplastique pour la fabrication des bords d'attaque de l'A400M, du caisson de service eaux usées de l'A350, ou encore, du capot échangeur de l'A320 NEO.

Le SPF permet ainsi un gain en masse de matière utilisée et en prix de revient par rapport aux autres techniques de mise en forme. En effet, le remplacement des pièces initialement forgées (ex : glissière d'aileron de l'A310) par des pièces fabriquées par SPF permet un gain en masse de 30% et un gain en prix de revient de 41% [Com10].

Dans le cas de l'alliage de titane Ti-6Al-4V, les conditions de mise en forme actuellement utilisées dans le milieu industriel sont les suivantes : une température voisine de 900 °C, une vitesse de déformation comprise entre  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et une taille de nodules  $\alpha$  autour de 10  $\mu\text{m}$ . Ainsi, les hautes températures et les faibles vitesses de déformation appliquées entraînent des temps longs de mise en forme et donc une grande consommation en énergie. De plus, le formage SPF présente des difficultés de mise en œuvre (cycle de pression appliquée, homogénéité de l'épaisseur sur l'intégralité de la tôle formée) qui demandent la réalisation d'une grande série de tests à chaque nouvelle forme de pièce fabriquée. Ainsi, la mise en forme par formage superplastique reste encore trop coûteuse.

Plusieurs voies d'optimisation de ce procédé de mise en forme sont classiquement exploitées. La première consiste à s'appuyer sur des données expérimentales du comportement mécanique macroscopique afin de modéliser et simuler numériquement le cycle optimal de pression, vérifier la formabilité et la répartition des épaisseurs en fonction des conditions appliquées et du matériau considéré. La seconde voie est l'optimisation de la microstructure initiale, qui est connue pour réduire la température de mise en forme lorsqu'elle est affinée [Mat+13b][Zhe+16]. D'un point de vue académique, cette voie nécessite de comprendre les mécanismes de déformation mis en jeu afin de mieux maîtriser le procédé.

---

Si l'on recense les travaux de recherche de la littérature, trois principaux axes se dégagent : (i) l'affinement de la microstructure initiale, par l'optimisation des conditions de traitements thermomécaniques ou l'application de déformations plastiques sévères, avec principalement le développement des techniques ECAP (Equal Channel Angular Pressing) et HPT (High Pressure Torsion) [Lan06], (ii) l'étude du comportement mécanique pour des conditions de température et de vitesse de déformation, respectivement plus basses et plus rapides, (iii) la détermination de paramètres microstructuraux favorables à un comportement superplastique pour une microstructure donnée (morphologie des grains, répartition des phases, fraction de phase).

Le mécanisme de déformation permettant d'expliquer le comportement superplastique est le glissement aux joints de grains (GBS : Grain Boundary Sliding). L'activation d'un mécanisme secondaire, tels que le mouvement de dislocations et/ou la diffusion de solutés, est nécessaire pour accommoder le glissement et éviter le phénomène de cavitation. Toutefois, selon la microstructure initiale, la température et la vitesse de déformation appliquées, des mécanismes de déformation variés (mouvement de dislocations, GBS et les mécanismes d'accommodation associés, diffusion de solutés dans le volume ou aux joints de grains) peuvent être activés ainsi que des changements microstructuraux (recristallisation dynamique, grossissement et rotation des grains  $\alpha$ ). En effet, la température de mise en forme est fonction de la taille des grains  $\alpha$ , ce qui a pour conséquence de modifier la quantité des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . La contribution de ces deux phases et leur rôle respectif dans la déformation vont évoluer selon la température appliquée et la microstructure initialement choisie. De plus, une grande majorité des publications existantes traitent des mécanismes liés à la phase  $\alpha$  et peu d'entre elles comparent ceux mis en jeu pour des tailles de grains différentes.

De par l'ensemble de ces éléments, il nous paraît indispensable d'engager une étude poussée sur les évolutions microstructurales induites par la température et la sollicitation thermomécanique et ainsi de comprendre les mécanismes de déformation mis en jeu. Pour cela, une étude à différentes échelles de la microstructure a été menée afin d'établir les liens entre les paramètres pertinents de la microstructure et le comportement mécanique en traction pour différentes températures (650 °C, 750 °C et 920 °C) et vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Il a été choisi d'étudier deux microstructures initiales contenant des tailles de grains  $\alpha$  significativement différentes (2  $\mu\text{m}$  et 0,4  $\mu\text{m}$  en moyenne), afin de comprendre leur influence sur le comportement superplastique et sur les mécanismes de déformation. Nous nous sommes focalisés dans un premier temps sur le comportement de la microstructure en fonction de la température afin, dans un deuxième temps, de décorréler et appréhender les évolutions microstructurales liées à la déformation à chaud. Pour parvenir à décrire au mieux l'évolution des paramètres microstructuraux (morphologie, taille de grains et texture cristallographique), des techniques de caractérisations microstructurales et structurales (MEB-EBSD, analyse d'image, diffraction de rayons X) ainsi qu'un suivi in-situ par diffraction de rayons X synchrotron haute énergie (plateforme PETRA III-Hambourg), ont été utilisées.

Ce manuscrit est scindé en quatre chapitres.

Le **chapitre 1** présente une étude bibliographique concernant les aspects métallurgiques et mécaniques des alliages de titane. Il est décomposé en trois parties. La première présente des généralités sur le titane de haute pureté et ses alliages et plus particulièrement, l'alliage Ti-6Al-4V, ainsi que les microstructures et textures générées par traitement thermique et thermomécanique. Dans la deuxième partie sont décrits les mécanismes de déformations et conditions de superplasticité identifiés pour cet alliage. Les modifications microstructurales en lien avec les mécanismes de déformation sont exposées dans la dernière partie.

Les matériaux de l'étude et les techniques de caractérisation utilisées sont présentés dans le **chapitre 2**. Après une description synthétique des deux matériaux étudiés, les dispositifs de sollicitations thermiques et thermomécaniques sont ensuite présentés. Les méthodes pour suivre in-situ les évolutions microstructurales et pour caractériser après refroidissement la microstructure et la texture cristallographique à différentes échelles sont enfin détaillées. Les éléments de la microstructure particulièrement investigués sont : la taille, la morphologie, la fraction, la répartition ainsi que la texture cristallographique des phases.

Dans le **chapitre 3**, nous présentons, tout d'abord, en détail la microstructure et la texture cristallographique des deux matériaux étudiés. L'évolution de ces deux états microstructuraux après chauffage interrompu en température (fraction de phase, taille des grains, texture cristallographique) est ensuite étudiée. L'accent est enfin porté sur l'étude des évolutions microstructurales en quantifiant en temps réel les fractions de chaque phase, leur paramètre de maille moyen et la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction grâce au rayonnement synchrotron haute énergie.

Les résultats de l'étude du comportement thermomécanique des deux microstructures sont rassemblés dans le **chapitre 4**. Dans la première partie de ce chapitre, des essais de traction interrompus en déformation pour différentes conditions en température et en vitesse de déformation sont réalisés pour suivre l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique. Dans une deuxième partie, des éléments complémentaires sont apportés par des essais combinant le rayonnement synchrotron haute énergie et la sollicitation thermomécanique.

Ce manuscrit est ponctué par une conclusion, synthétisant les principaux points dégagés dans ce travail, et par quelques éléments de perspective.

# Aspects métallurgiques et mécaniques des alliages de titane

---

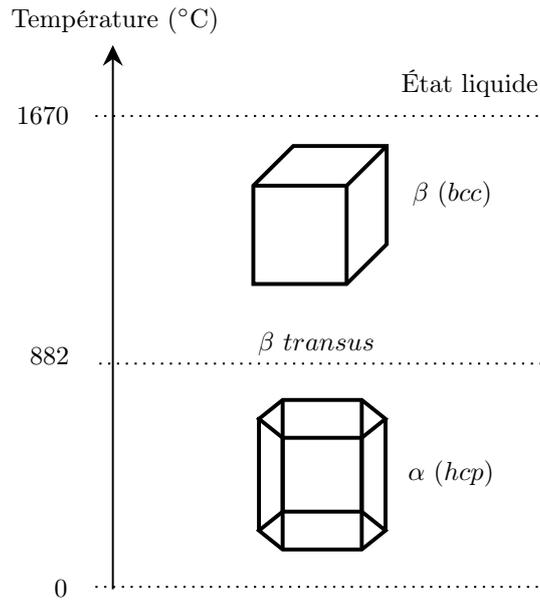
I.1	Généralités sur le titane et ses alliages . . . . .	6
I.1.1	Le titane de haute pureté . . . . .	6
I.1.2	Les alliages de titane . . . . .	7
I.1.3	Microstructures et textures : cas de l'alliage Ti-6Al-4V . . . . .	10
I.2	Mécanismes de déformation à haute température de l'alliage Ti-6Al-4V	18
I.2.1	Mécanismes conventionnels de plasticité . . . . .	20
I.2.2	Mécanismes de déformation superplastique . . . . .	23
I.2.3	Particularités de l'alliage Ti-6Al-4V . . . . .	29
I.3	Modifications microstructurales induites par sollicitation mécanique . .	32
I.3.1	Phénomènes liés à des mécanismes conventionnels de déformation plastique . . . . .	32
I.3.2	Phénomènes liés à un comportement superplastique . . . . .	36
I.4	Synthèse . . . . .	37

Dans ce chapitre, nous nous proposons de faire un état de l'art, quant à la métallurgie du titane et ses alliages. Une description des microstructures et textures qui peuvent être formées est tout d'abord réalisée. Puis, un condensé des mécanismes de déformation identifiés dans la littérature, et des lois de comportement associées, est dressé dans le cas de l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Enfin, les modifications microstructurales fonction des mécanismes de déformation plastique et superplastique sont exposées.

## I.1 Généralités sur le titane et ses alliages

### I.1.1 Le titane de haute pureté

Le titane de haute pureté présente une transformation allotropique à une température voisine de 882 °C, que l'on nomme communément température de transus  $\beta$  ( $T_\beta$ ) (Fig.I.1) [Com13]. À température ambiante, la phase stable est la phase hexagonale pseudo-compacte ( $a_\alpha=2,950 \text{ \AA}$ ,  $a_\alpha=4,683 \text{ \AA}$  et  $c/a = 1.588$ ), nommée phase  $\alpha$ . Cette phase reste stable jusqu'à  $T_\beta$ . Au-delà de cette température et jusqu'à 1670 °C (température de fusion), la phase stable est cubique centrée et est nommée phase  $\beta$ .



**Figure I.1** – Transformation allotropique du titane haute pureté [Com13].

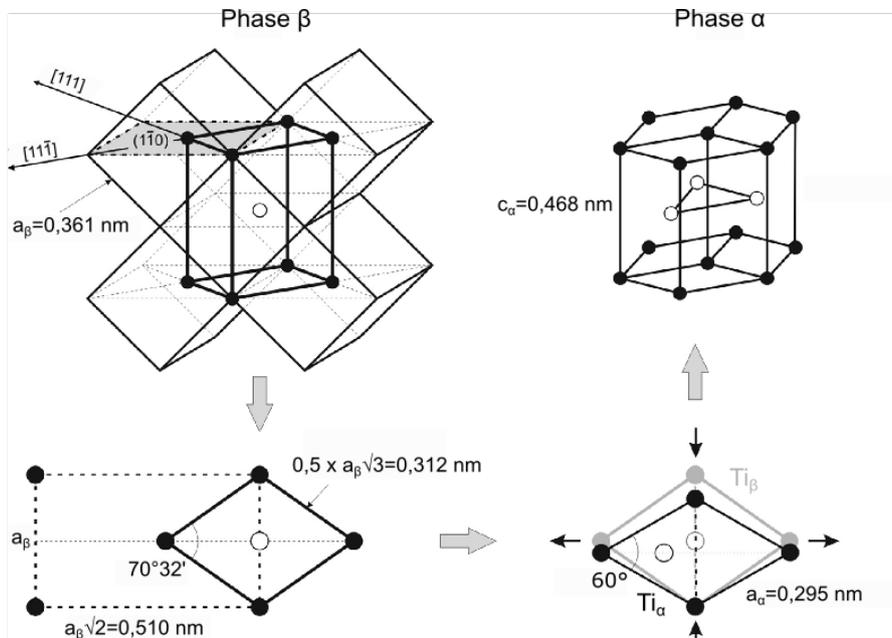
Le passage de la maille hexagonale pseudo-compacte à la maille cubique centrée présente des spécificités comparables à celles proposées par Burgers pour la transformation martensitique dans le zirconium [Bur34] (Fig.I.2). Ce passage est réversible et intervient sans diffusion car les atomes se déplacent d'une distance inférieure à une distance interatomique tout en conservant les relations d'orientation entre les deux phases. La relation d'orientation la plus communément rencontrée est celle de Burgers (Eq.I.1). À noter toutefois que deux autres relations d'orientation entre les mailles cubiques centrées (CC) et hexagonales pseudo-compactes sont possibles en fonction des paramètres de maille des phases initiales (Table.I.1).

$$\begin{aligned} & \{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha \\ & \langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha \end{aligned} \quad (\text{I.1})$$

**Table I.1** – Tableau récapitulatif des relations d'orientation entre les mailles cubique centrée et hexagonale pseudo-compacte.

Références	Relation d'orientation	Matériau
Pitsch-Schrader [Fur+91]	$\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$ $\langle 001 \rangle_\beta // \langle \bar{2}110 \rangle_\alpha$	Ti-6,62Cr
Potter [Pot73][Miy+02]	$\{110\}_\beta // \{0\bar{1}1\}_\alpha$ $\langle \bar{1}\bar{1} \rangle_\beta // \langle \bar{2}110 \rangle_\alpha$	Ti-22V-4Al Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al

Une rotation de  $5,26^\circ$  est nécessaire de façon à obtenir la coïncidence des directions  $\langle 111 \rangle_\beta$  et  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ . Ceci conduit à une distorsion du réseau, à la température de transus  $\beta$ . En respectant la relation d'orientation de Burgers, douze variants de la phase  $\alpha$ , pour une même orientation cristallographique de la phase  $\beta$ , sont possibles [Bur34].

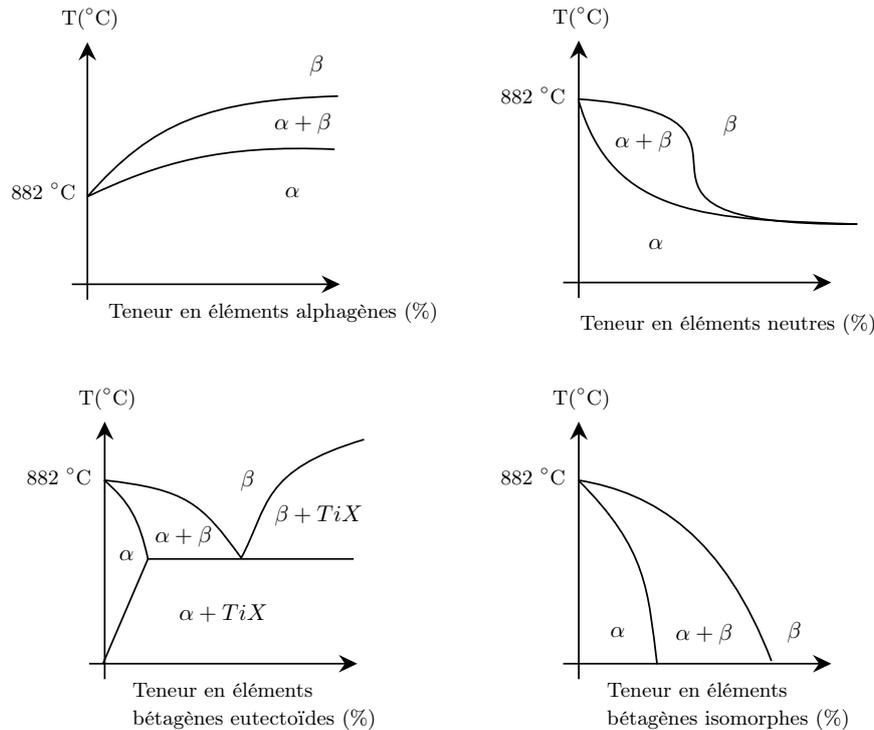
**Figure I.2** – Schéma du mécanisme de transformation allotropique, d'après [Mot+14a].

### I.1.2 Les alliages de titane

L'ajout d'éléments d'alliage au titane modifie les équilibres thermodynamiques des phases  $\alpha$  et  $\beta$  et donne naissance à un domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). L'existence de ce domaine permet d'obtenir diverses microstructures par des traitements thermomécaniques et, ainsi, d'optimiser les propriétés mécaniques du matériau.

### I.1.2.1 Éléments d'alliage

La classification des éléments d'alliage est fonction de leur affinité avec les phases  $\alpha$  ou  $\beta$ . On distingue les éléments dits neutres,  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes (Fig.I.3). Les éléments neutres ne présentent aucune affinité particulière pour l'une des deux phases (Zr, Hf, Sn, Ga).



**Figure I.3** – Diagramme de phases schématisant l'effet des éléments solutés sur le domaine de stabilité des phases, d'après [Com16].

L'ajout d'éléments  $\alpha$ -gènes conduit à augmenter le domaine de stabilité de la phase  $\alpha$  et, de fait, à augmenter la température de transus  $\beta$ . L'aluminium (Al), l'oxygène (O), le carbone (C) et l'azote (N) peuvent être cités comme éléments  $\alpha$ -gènes [Com13]. Ils se placent en solution solide dans la maille, soit en insertion, soit en substitution. En ce qui concerne l'aluminium, il rentre fréquemment dans la composition des alliages de titane car il durcit la phase  $\alpha$  par solution solide en s'insérant, par substitution, dans la maille et augmente le rapport  $c/a$  de la maille hexagonale pseudo-compacte.

L'ajout d'aluminium va se traduire, à température ambiante, par une augmentation de la résistance mécanique et un abattement de la ductilité. À titre d'exemple, l'addition de 1% en masse augmente approximativement de 100 MPa la résistance à la rupture [Kol+81]. L'aluminium est utilisé car il a une faible masse volumique et une grande solubilité dans les deux phases.

L'oxygène est un élément interstitiel qui possède un fort caractère  $\alpha$ -gène, puisque une faible teneur augmente considérablement  $T_\beta$ . De plus, il est très soluble dans la phase  $\alpha$ , avec une solubilité de 33%at. à 600 °C. Lors des traitements thermomécaniques, une présence infime de cet élément dans l'atmosphère est suffisante pour former, en surface de l'alliage, une couche d'oxyde, ainsi qu'une couche d' $\alpha$ -case" (couche enrichie en oxygène).

L'augmentation de la température et du temps d'exposition accroissent l'épaisseur de cette dernière, entraînant une forte détérioration des propriétés mécaniques, telles que la ductilité ou la résistance à la fatigue. La nécessité de supprimer cette couche est l'une des causes expliquant le coût élevé du produit final [Oga+95].

Les éléments  $\beta$ -gènes peuvent être décomposés en deux types : les isomorphes et les eutectoïdes. Les éléments isomorphes, tels que le molybdène, l'hydrogène, le vanadium et le niobium sont miscibles dans la phase  $\beta$  alors que les éléments  $\beta$  eutectoïdes (Fe, Cr,...) forment des composés intermétalliques. Le vanadium est donc un élément  $\beta$ -gène isomorphe qui améliore la ductilité mais qui diminue la tenue à l'oxydation [Bui11]. L'ajout de vanadium va également entraîner une diminution du rapport c/a de la phase  $\alpha$ .

### I.1.2.2 Familles d'alliage

En fonction de la teneur en éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes, les alliages de titane sont communément regroupés en trois grandes familles, selon la nature des phases présentes à l'équilibre thermodynamique à température ambiante (Fig.I.4) [Ley+03].

#### ◦ Alliages $\alpha$ et pseudo- $\alpha$ :

Ils sont essentiellement composés d'éléments d'addition de type  $\alpha$ -gènes, d'où une microstructure constituée en grande majorité de phase  $\alpha$  à température ambiante. En pratique, la teneur en aluminium est limitée à 7% afin d'éviter la formation de la phase fragile  $Ti_3Al$  ( $\alpha_2$ ). Ces alliages ont la particularité de présenter une bonne tenue au fluage jusqu'à 650 °C [Van+08].

#### ◦ Alliages $\beta$ -stables et $\beta$ -métastables :

Les alliages  $\beta$  sont en majorité composés d'éléments  $\beta$ -gènes. On distingue parmi eux, deux catégories d'alliages en fonction de la stabilité de la phase  $\beta$  à température ambiante :

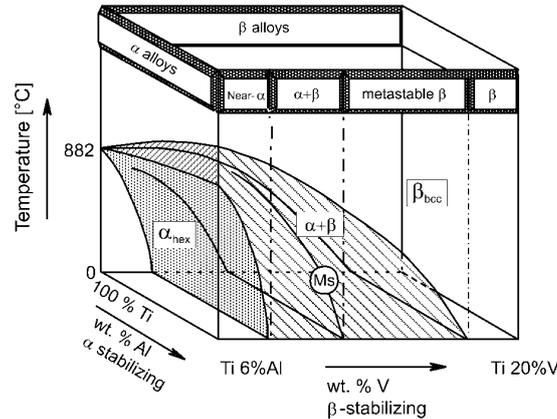
1. les alliages  $\beta$ -stables très fortement chargés en éléments  $\beta$ -gènes, qui confèrent à la phase  $\beta$  une plus grande stabilité thermodynamique,
2. les alliages que l'on qualifie de  $\beta$ -métastable car ils sont exempts de la transformation martensitique au cours d'une trempe depuis le domaine  $\beta$  ( $M_s < T_{\text{ambiante}}$ ).

Après un refroidissement lent (équilibre thermodynamique), les alliages  $\beta$ -stables sont uniquement constitués de phase  $\beta$ , tandis que les alliages  $\beta$ -métastables contiennent les phases  $\alpha$  et  $\beta$ . La précipitation de  $\alpha$  étant facilement contrôlable au revenu, cela permet d'atteindre des propriétés mécaniques très élevées. De plus, la température  $T_\beta$  est plus faible pour ces alliages. Ils sont donc plus faciles à mettre en forme à chaud, voire à froid à l'état  $\beta$ -métastable [Van+08]. Il est possible de citer, parmi les alliages  $\beta$ -métastables, utilisés dans le domaine aéronautique, le Ti17 (développé pour différentes pièces moteur) ou encore le  $\beta$ -CEZ (qui permet une utilisation à plus haute température que le précédent).

#### ◦ Alliages $\alpha + \beta$ :

Ils contiennent suffisamment d'éléments  $\beta$ -gènes pour obtenir une microstructure biphasée ( $\alpha + \beta$ ) à l'équilibre thermodynamique à température ambiante (la fraction volumique des phases à l'équilibre étant fonction de la température et de la composition chimique de l'alliage).

Leur grande sensibilité au traitement thermique par rapport aux alliages de type  $\alpha$  explique la gamme variée de microstructures qu'il est possible d'obtenir. De ce fait, ces alliages présentent un excellent compromis de propriétés mécaniques, leur utilisation restant néanmoins limitée en température (450 °C). Le TA6V (Ti-6Al-4V) est l'alliage de cette famille le plus employé. Il domine très largement le domaine aéronautique et présente un très bon compromis entre résistance mécanique et ductilité.



**Figure I.4** – Représentation schématisée du diagramme pseudo-binaire présentant les trois grandes familles d'alliage de titane [Ley+03].

### I.1.3 Microstructures et textures : cas de l'alliage Ti-6Al-4V

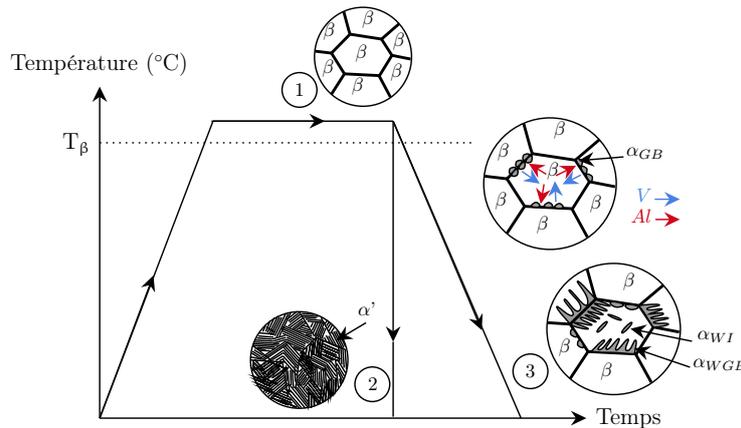
Afin d'étudier et d'expliquer le comportement mécanique de l'alliage de titane Ti-6Al-4V, il est important de prendre en considération l'histoire thermomécanique du matériau. En effet, la microstructure et la texture sont tributaires du chemin thermique (température, vitesse de refroidissement) et du type de laminage appliqué (unidirectionnel ou croisé). Les différentes morphologies obtenues, selon les traitements thermiques et thermomécaniques seront tout d'abord présentées. Enfin, un point sera fait sur la texture cristallographique des phases  $\alpha$  et  $\beta$  issues de ces traitements thermomécaniques.

#### I.1.3.1 Morphologie des phases formées par traitement thermique

Pour la mise en forme des alliages de titane Ti-6Al-4V dans le milieu industriel, plusieurs étapes de traitement thermomécanique se suivent afin d'obtenir un état microstructural donné. De façon à décrire chacune de ces étapes, il est important de connaître l'impact de la température et de la vitesse de refroidissement sur l'état microstructural final. En effet, selon si la température de maintien isotherme est inférieure ou supérieure à la température de transus  $\beta$  ( $T_\beta$ ), différentes morphologies peuvent être formées.

Lorsque le matériau est porté à une température supérieure à  $T_\beta$ , la microstructure est entièrement formée de grains  $\beta$  (Fig.I.5-1). Dans le cas d'une trempe depuis le domaine  $\beta$ , la microstructure résultante est composée d'aiguilles de martensite  $\alpha'$  (Fig.I.5-2) et de phase  $\beta$  résiduelle. La martensite  $\alpha'$  est une phase hors équilibre qui se forme sans diffusion par distorsion de la maille cristalline cubique centrée.

La phase martensitique  $\alpha'$  a une structure hexagonale pseudo-compacte avec une composition en éléments d'alliage identique à la phase mère  $\beta$ . À l'issue d'un refroidissement lent, la microstructure finale sera de type Widmanstätten (Fig.I.5-3). À haute température, la phase  $\alpha$  (nommée  $\alpha_{GB}$  pour grain boundaries) se forme préférentiellement aux joints de grains  $\beta$  car la force motrice disponible pour sa germination est faible. De plus, elle se présente sous la forme de liserés continus. La croissance de  $\alpha_{GB}$  est contrôlée par la diffusion en volume des solutés. À température intermédiaire, des colonies de plaquettes, dites  $\alpha_{WGB}$  ("Widmanstätten Grain Boundary"  $\alpha$ ) se développent et croissent vers le centre du grain  $\beta$  à partir des liserés de phase  $\alpha_{GB}$ . Entre les plaquettes, la phase  $\beta$  parente subsiste et est enrichie en éléments  $\beta$ -gènes. La croissance de  $\alpha_{WGB}$  serait également contrôlée par la diffusion en volume des éléments d'alliage dans la matrice, comme l'ont montré Enomoto et al. [Eno+90]. Ces auteurs proposent comme pour la phase  $\alpha_{GB}$  un mécanisme de croissance par marches. Cependant, le caractère diffusif de la croissance serait limité uniquement aux hautes températures ( $>930^\circ\text{C}$ ), d'après Ohmori et al. [Ohm+94]. Leurs travaux ont montré que dans l'alliage Ti-6Al-4V, la formation des plaquettes de  $\alpha_{WGB}$ , aux températures intermédiaires (entre  $700^\circ\text{C}$  et  $930^\circ\text{C}$ ), se ferait par un mécanisme, en partie, displacif. À basse température, la phase  $\alpha$  se forme préférentiellement sur des sites de germination intragranulaires, comme des dislocations et autre défauts. Cette germination conduit à l'apparition de la morphologie  $\alpha_{WI}$  ("Widmanstätten Intragranular"  $\alpha$ ) et est constituée de lamelles enchevêtrées (Fig.I.5-3).

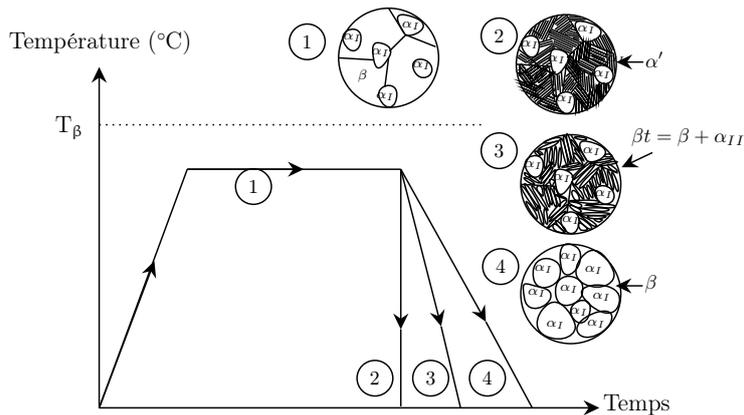


**Figure I.5** – Représentation schématique de la microstructure à l'issue d'une trempe rapide et d'un refroidissement lent depuis le domaine  $\beta$  dans le cas de l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Schéma adapté de [Sur13].

Lorsque l'alliage est chauffé dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) ( $T < T_\beta$ ), la proportion de chaque phase est tributaire de la température (Fig.I.6). La microstructure sera alors formée de grains  $\alpha_I$  contenus dans une matrice de phase  $\beta$ . Après une trempe énergique (refroidissement très rapide), la phase  $\alpha_I$  présente en température va conserver sa forme et sa fraction de phase. Pour ce qui est de la phase  $\beta$ , elle va se transformer majoritairement en martensite. Pour une vitesse de refroidissement très lente, seule la croissance des grains  $\alpha_I$  existants est effective en raison d'une force motrice d'origine chimique non suffisante pour activer la germination. La microstructure sera alors composée de grains  $\alpha_I$ .

En revanche, pour une vitesse de refroidissement intermédiaire, la croissance des grains  $\alpha_I$  est limitée, ce qui conduit à la germination et croissance de la phase  $\alpha_{II}$  ( $\alpha$  secondaire) sous la forme lamellaire ou aciculaire en fonction de la vitesse de refroidissement (Fig.I.6-3).

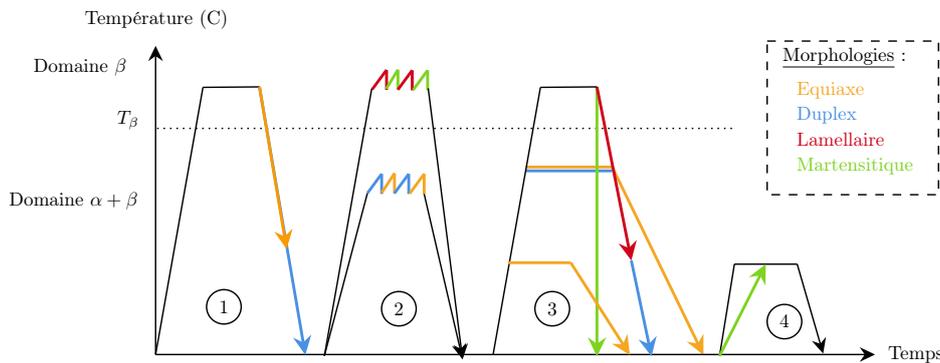
Lorsque la température de mise en solution est basse ( $<750^\circ\text{C}$ ), la phase  $\beta$  est suffisamment stable (suffisamment riche en éléments  $\beta$ -gènes) pour interdire, à la fois, les transformations martensitique et  $\beta \rightarrow \alpha$  [Cas+66].



**Figure I.6** – Représentation schématique des microstructures en fonction de la vitesse de refroidissement depuis le domaine  $\alpha + \beta$  dans le cas de l’alliage de titane Ti-6Al-4V. Schéma adapté de [Sur13].

### I.1.3.2 Morphologie des phases formées par traitement thermomécanique

Différentes gammes de traitements thermomécaniques (Fig.I.7) sont utilisées dans le milieu industriel pour la mise en forme des alliages de Ti-6Al-4V selon la morphologie de la phase  $\alpha$  visée (équiaxe, lamellaire, duplex et martensitique).



**Figure I.7** – Représentation schématique des traitements thermomécaniques successifs conduisant à quatre morphologies différentes (équiaxe, lamellaire, duplex et martensitique). 1 : homogénéisation, 2 : mise en forme à chaud, 3 : recuit de recristallisation et 4 : vieillissement. Schéma adapté de [Hel18] et [Bar15].

Afin de former des microstructures équiaxe et duplex, le traitement thermomécanique se décompose en plusieurs étapes : homogénéisation, mise en forme à chaud et recuit de recristallisation. Les étapes présentées sur la figure I.7 sont ainsi détaillées :

1. Homogénéisation : elle s'effectue à une température supérieure à celle du transus  $\beta$  et est suivie d'un refroidissement intermédiaire (Fig.I.7-1). Le but de cette première étape est de réduire les hétérogénéités chimiques. La microstructure après refroidissement est alors composée de lamelles de phase  $\alpha$  dont la taille dépend en particulier de la vitesse de refroidissement choisie. L'orientation cristallographique de ces lamelles de phase  $\alpha$  formées respecte les relations d'orientation de Burgers avec la phase  $\beta$ . Selon l'orientation des grains  $\beta$  parents, les colonies de lamelles formées auront donc une même orientation cristallographique. La formation de macrozones ou de zones de microtexturation sont donc un résultat de cette étape de traitement thermique [Ban+13].
2. Mise en forme à chaud : elle consiste à introduire une déformation plastique importante à haute température. Ce traitement thermomécanique participe à l'affinement de la microstructure en introduisant un grand nombre de dislocations et de désorientations dans les lamelles  $\alpha$ . La fragmentation de ces lamelles est ainsi amorcée lors de cette étape de déformation à chaud.
3. Recuit de recristallisation : il consiste en un traitement thermique réalisé à une température inférieure mais proche du transus ( $T < T_\beta$ ). Cette dernière étape est à l'origine de la différence entre une microstructure duplex ou équiaxe. Ce recuit contribue à la recristallisation des grains  $\alpha$  et ainsi à obtenir une microstructure nodulaire.

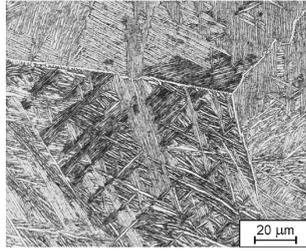
Afin de former une microstructure duplex, composée de nodules et de lamelles  $\alpha$  (Fig.I.8d), un refroidissement intermédiaire à rapide sera préféré lors de cette étape. En effet, comme expliqué dans la partie traitements thermiques, si le refroidissement est rapide, la croissance des nodules  $\alpha_I$  sera limitée mais favorisera la germination et croissance de lamelles  $\alpha_{II}$ . Notons que la taille des nodules  $\alpha_I$ , ainsi que des lamelles  $\alpha_{II}$ , est dépendante du taux de déformation ainsi que des vitesses de refroidissement utilisées lors des différentes étapes.

Pour ce qui est de la microstructure équiaxe (Fig.I.8c), elle sera obtenue, au contraire, via un refroidissement lent au cours duquel seul le mécanisme de croissance des nodules  $\alpha_I$  interviendra (pas de germination de phase  $\alpha_{II}$ ).

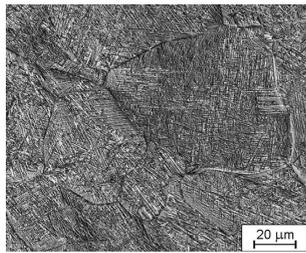
Notons aussi qu'une microstructure équiaxe peut être obtenue en réalisant un traitement thermique post-déformation à une température plus faible que pour un recuit "classique" de recristallisation et avec une vitesse de refroidissement faible. Ces conditions permettent de finaliser la recristallisation des lamelles  $\alpha$  en nodule, initiée lors de l'étape de déformation à chaud.

Pour l'obtention d'une microstructure entièrement nodulaire, la mise en forme est faite à une température supérieure à la température du transus  $\beta$  (Fig.I.8a). Cette étape a pour rôle de limiter la taille des grains  $\beta$  à haute température. Puis, lors du traitement thermique ultérieur à  $T > T_\beta$ , c'est la vitesse de refroidissement qui va conditionner le type de microstructure lamellaire : martensitique, lamellaire fine ou grossière.

Microstructures obtenues par traitement thermomécanique depuis le domaine  $\beta$

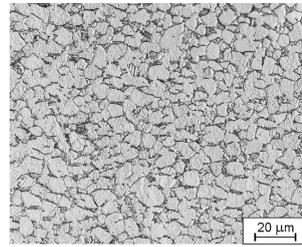


(a) Lamellaire

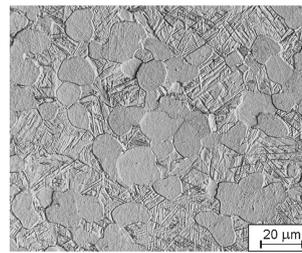


(b) Lamellaire fine-martensitique

Microstructures obtenues par traitement thermomécanique depuis le domaine  $\alpha + \beta$



(c) Nodulaire



(d) Duplex

**Figure I.8** – Microstructures obtenues par traitement thermomécanique : lamellaire (a), lamellaire fine (b), nodulaire (c) et duplex (d) [Mot+12].

### I.1.3.3 Texture de déformation

Lorsqu'un matériau est caractérisé par une orientation préférentielle des grains, on dit qu'il présente une texture cristallographique. De par l'histoire thermique et thermomécanique que subit un alliage, les grains ne sont que très rarement orientés aléatoirement.

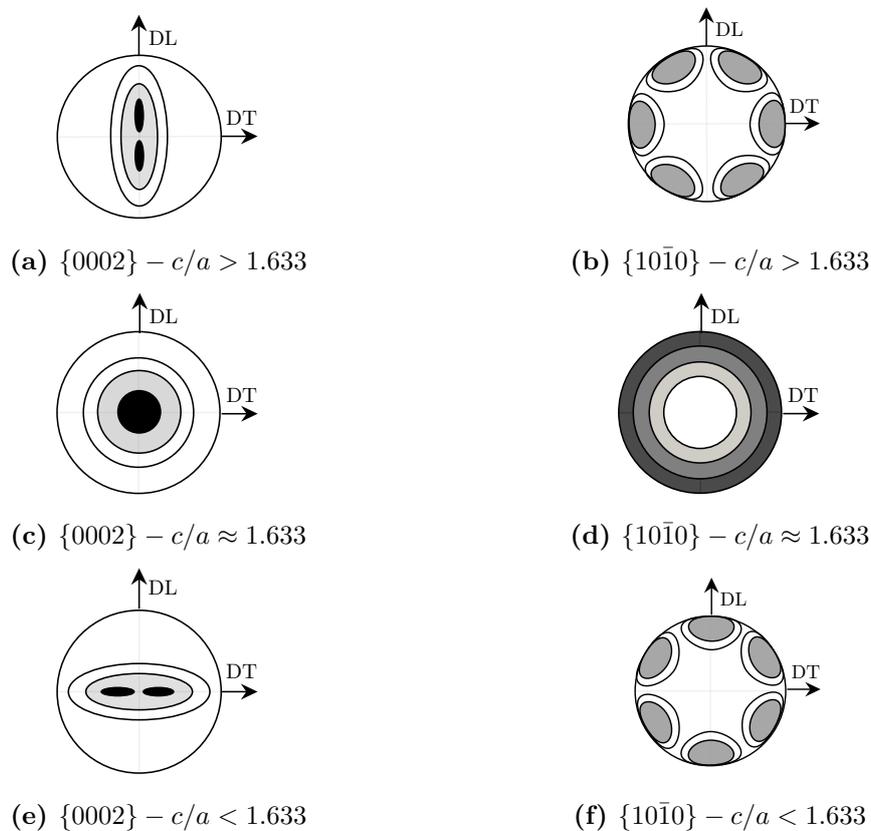
Pour les matériaux dont l'une des phases a une structure cristallographique hexagonale, la texture initiale dépendra principalement du rapport  $c/a$ , comme a pu le montrer Tenckhoff à l'issue d'un laminage à froid [Ten88]. Ainsi, la valeur de  $c/a$  apporte des informations, quant à l'activité du maillage ou de certains systèmes de glissement.

Pour des valeurs de  $c/a$  :

- (i) supérieures à 1,633, des métaux, tels que Zn et Cd, ainsi que des alliages à base de Zn (ZnCuTi), auront tendance à développer une texture cristallographique des grains, telle que le plan basal serait orienté préférentiellement de  $\pm 25^\circ$  de la direction normale à l'échantillon selon la direction de laminage (Fig. I.9a, I.9b). Ce type de texture est dû à une combinaison d'un glissement principal selon le plan basal et selon le plan pyramidal. Il est également reporté dans le cas du maillage, présentant par contre des valeurs de  $c/a$  supérieures et égales à 1,732, respectivement en traction et en compression [Wan+03].
- (iii) égales à 1,633, les éléments (tels que le magnésium ou le cobalt) tendra à former une texture de fibre, telle que la direction  $\langle 0001 \rangle$  des grains soit préférentiellement orientée parallèlement à l'axe d'écoulement plastique tout en ayant les plans prismatiques  $\{10\bar{1}0\}$  aléatoirement orientés (Fig. I.9c et I.9d). L'origine de cette orientation est l'activation du glissement principal dans le plan basal [Wan+03].
- (iv) inférieures à 1,633, la normale aux plans  $\{0002\}_\alpha$  aura tendance à être orientée à  $\pm 20^\circ$  à  $40^\circ$  de la direction normale vers la direction transverse de l'échantillon (Fig. I.9e, I.9f) et la normale aux plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  sera parallèle à la direction de laminage.

Parmi les métaux hexagonaux, le zirconium, l'hafnium et le titane font partie de ce dernier cas de figure. De fait, lors du laminage à froid, le glissement sera principalement effectif dans le plan prismatique et sera donc à l'origine de ce type de texture.

Cependant, le rapport  $c/a$  peut être influencé par l'addition d'éléments d'alliage ou par une contamination en oxygène. Dans le cas de l'alliage Ti-6Al-4V, l'ajout d'aluminium augmentera la valeur de  $c/a$  par rapport à un titane de haute pureté, alors que le vanadium aura tendance à la diminuer. En effet, ces deux éléments d'alliage se placent en substitution dans la maille, mais ont un rayon atomique différent. Le vanadium a un rayon atomique comparable à celui du titane contrairement à celui de l'aluminium qui est inférieur à celui-ci. Ainsi, l'aluminium a une incidence plus importante sur le rapport  $c/a$  et favorise donc l'activité du système prismatique ainsi que du système basal.

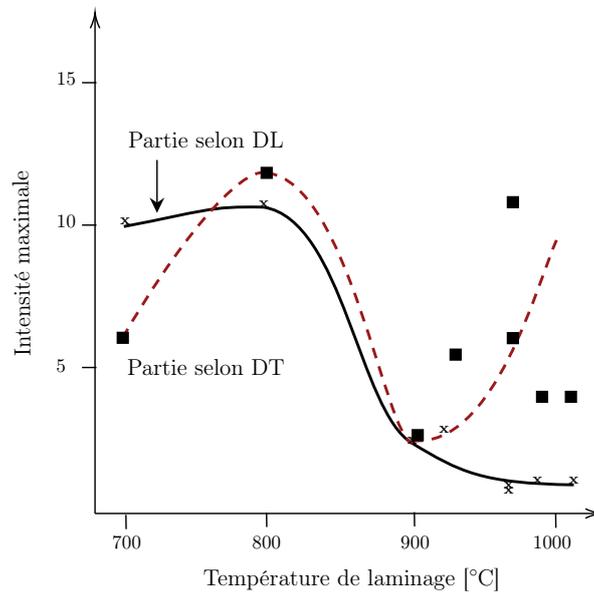


**Figure I.9** – Représentation schématique de figures de pôle de la maille hexagonale, représentatives de la texture de tôles laminées à froid. (a), (c) et (e) représentent les figures de pôle  $\{0002\}_\alpha$  et (b), (d) et (f) représentent les figures de pôle  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$ . (a) et (b) correspondent à un rapport  $c/a$  supérieur à 1,633, (c) et (d) à un rapport  $c/a$  environ égal à 1,633, (e) et (f) à un rapport  $c/a$  inférieur à 1,633.

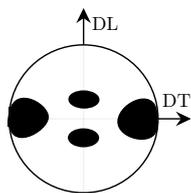
Lors de la mise en forme par laminage de l'alliage Ti-6Al-4V, selon la température et le type de laminage appliqués, la texture diffère [Gey+97][Oba+12]. En effet, sur la figure I.10 sont représentées les intensités des figures de pôles en fonction de la température appliquée lors d'un laminage unidirectionnel (réduction de 94% et refroidissement air). Sur cette figure est également donnée la représentation schématique des figures de pôles associées : basale (B), transverse (T) ou basale-transverse (B/T).

La texture basale (B) est obtenue après laminage à une température égale à 900 °C et est formée avec les plans basaux préférentiellement orientés perpendiculairement à DN (Fig.I.10c).

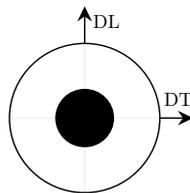
La texture transverse (T) est obtenue par laminage à des températures supérieures à 900 °C et présente les plans {0002} préférentiellement orientés avec l'axe c parallèle à la direction transverse (Fig.I.10d). Cette texture s'explique dans la littérature par l'activation de la sélection de variants lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  qui a eu lieu dans cette condition [Phi98][Ley+03].



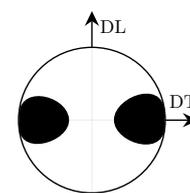
(a) Laminage unidirectionnel



(b) Texture B/T



(c) Texture B



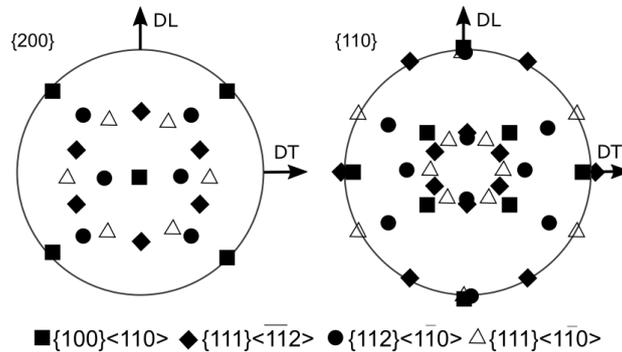
(d) Texture T

**Figure I.10** – Représentation schématique de l'intensité normalisée des pôles {0002} en fonction de la température pour un laminage unidirectionnel (a), réalisée par J.S. Lecomte à partir des travaux de N. Gey [Gey+97]. Représentation schématique des figures de pôles {0002} des alliages de titane  $\alpha + \beta$  correspondant à différents types de texture obtenus en dessous de 900 °C (b), à 900 °C (c) et au-dessus de 900 °C (d) [Lec00].

Pour un laminage unidirectionnel en dessous de 900 °C, on retrouve la texture B/T principalement formée par quatre pôles de la famille de plans {0002} dont : (i) deux inclinés de  $\pm 20^\circ$  par rapport à la direction normale et selon la direction de laminage et (ii) deux, tels que l'axe c est parallèle à la direction transverse (Fig.I.10b).

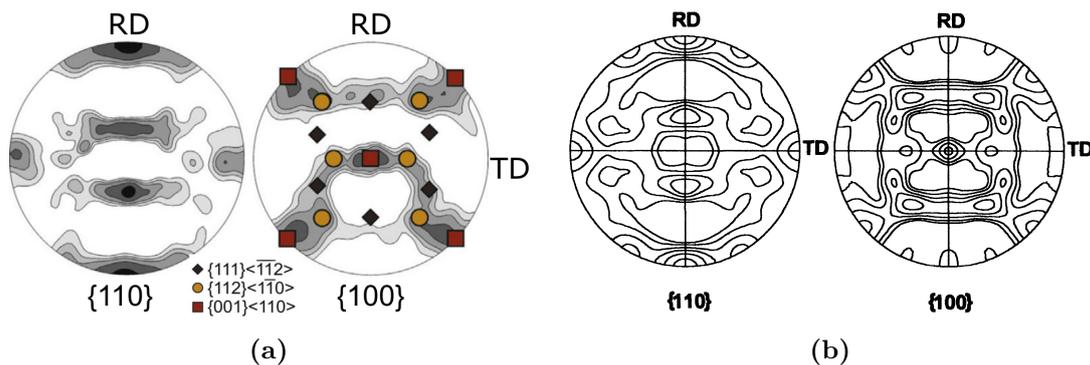
Pour des températures de laminage inférieures à 800 °C, l'intensité de texture, des pôles {0002} situés à  $\pm 20^\circ$  par rapport à la direction normale et selon la direction de laminage, est d'autant plus intense que la température est basse et que la proportion de phase  $\alpha$  est importante [Phi98].

Pour les phases de structure cristallographique cubique centrée, telle que la phase  $\beta$  du titane ( $Ti_\beta$ ), les orientations cristallographiques "idéales" habituellement rencontrées sont :  $\{100\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{112\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ ,  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  et  $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  (Fig.I.11).



**Figure I.11** – Représentation schématique sur les figures de pôle {200} et {110} des positions des quatre orientations cristallographiques "idéales" de la maille cubique centrée [Orl89][Mer+95].

La figure I.12 présente deux exemples : une texture formée par laminage à chaud dans le domaine  $\alpha + \beta$  d'un alliage Ti-43,5Al-4Nb-1Mo-0,1B [Erd+17] (Fig.I.12a) et par laminage à froid d'un alliage Ti-20%V [Mer+95] (Fig.I.12b).



**Figure I.12** – Figures de pôle {110} et {200} d'une structure cristallographique cubique centrée obtenues dans le cas d'un laminage à chaud (a) et à froid (b) pour, respectivement, un alliage Ti-43,5Al-4Nb-1Mo-0,1B [Erd+17] et Ti-20%V [Mer+95].

Toutefois, la texture de cette phase  $\beta$  est souvent difficile à quantifier car elle est présente en très faible quantité à température ambiante, dans le cas de l'alliage Ti-6Al-4V, de par la transformation inverse  $\beta \rightarrow \alpha$ .

De même, la vitesse de refroidissement appliquée (refroidissement lent ou trempe) influe sur la texture résultante à température ambiante.

Lors d'un refroidissement lent, les phases  $\alpha$  et  $\beta$  conservent la texture initiale présente avant traitement thermique [Bow77][Oba+12]. On parle généralement d'effet de "mémoire de texture" dans la littérature.

Dans le cas d'une trempe (refroidissement rapide) depuis des températures proches de  $T_\beta$ , la microstructure est hors équilibre conduisant ainsi à l'apparition de nouveaux variants cristallographiques de phase  $\alpha$  [Bow77][Rom+09] et donc potentiellement à la formation de composantes de texture additionnelles après refroidissement [Oba+12][Sar+12].

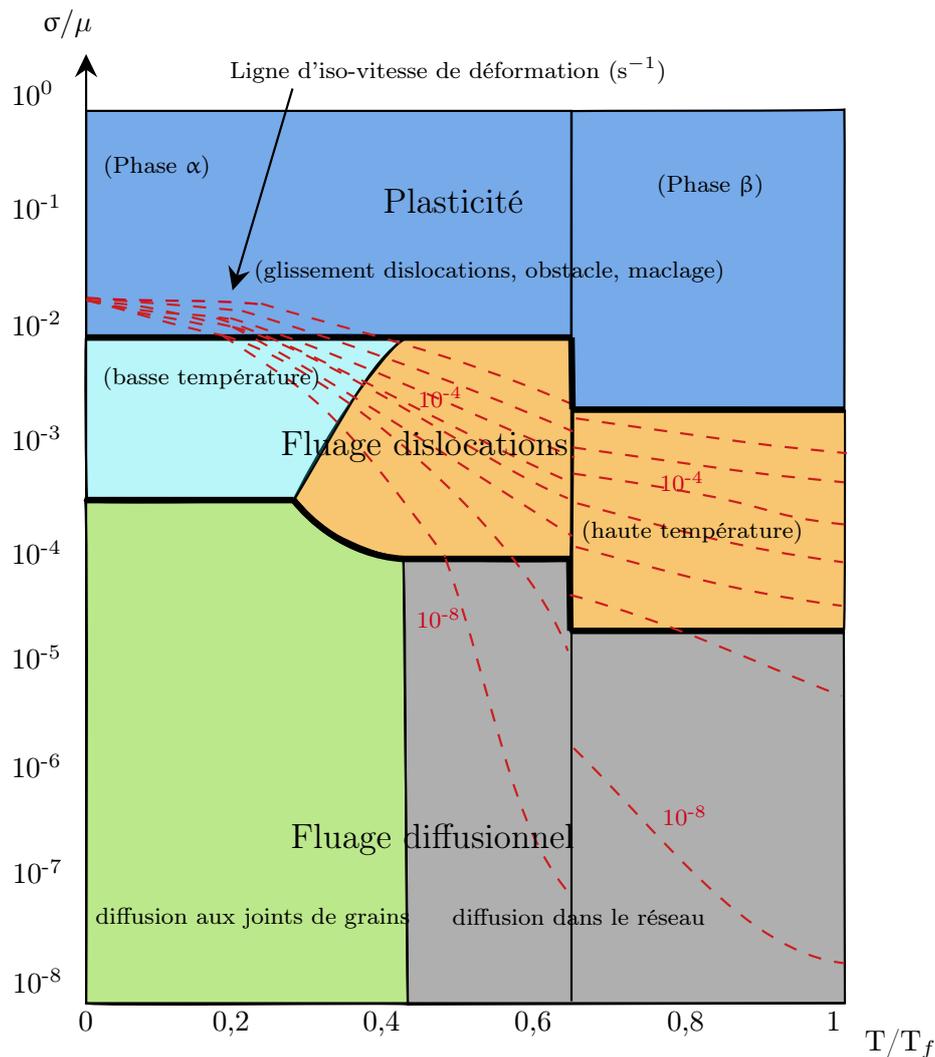
Toutes ces études montrent donc que les alliages de titane développent des textures particulières liées aux conditions de mise en forme (en particulier ici le laminage). Ces informations nous permettent donc de comprendre l'origine des textures présentes à l'état de réception afin de les utiliser en tant qu'état de référence pour la suite de l'étude.

## I.2 Mécanismes de déformation à haute température de l'alliage Ti-6Al-4V

Les mécanismes de déformation mis en jeu au cours d'une sollicitation mécanique dépendent de la température, de la vitesse de déformation, du niveau de déformation ainsi que de la microstructure initiale de l'alliage Ti-6Al-4V. Les mécanismes de déformation plastique peuvent être différenciés en fonction de la température. Aux basses températures ( $T < 0,5T_f$ ), la déformation plastique dans l'alliage Ti-6Al-4V résulte principalement du mouvement des dislocations. Aux hautes températures ( $T > 0,5T_f$ ), deux contributions différentes peuvent conduire à une déformation plastique de l'alliage : les mécanismes conventionnels de plasticité, notamment la montée des dislocations ou la diffusion, et les mécanismes de superplasticité, faisant intervenir le glissement aux joints de grains. En fonction des conditions de sollicitation mécanique, ces différentes contributions peuvent être activées et parfois interagir entre elles.

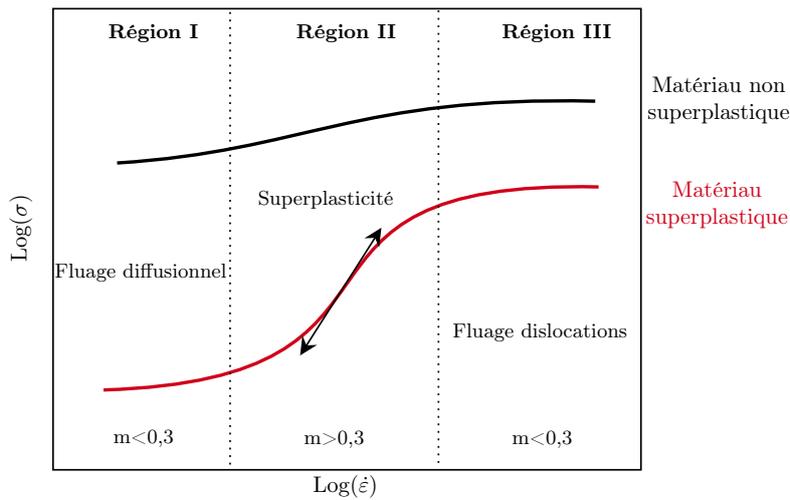
Dans la littérature, les mécanismes de déformation sont rassemblés sous forme de carte en fonction de leur condition d'obtention. Cette carte, communément appelée carte d'Ashby [Fro+82], a ensuite été reprise dans de nombreux travaux pour différents alliages et tailles de grains [Mal+81][Jan+91][Ala+15][Zho+18][Liu+19]. Un exemple est donné sur la figure I.13.

Si l'on s'intéresse aux domaines d'existence des différents modes de déformation, les mécanismes diffusionnels interviennent principalement pour des vitesses de déformation lentes. Ces mécanismes sont activés principalement aux joints de grains (fluage Coble) pour les plus basses températures et dans le volume (Fluage Nabarro-Herring) pour les plus hautes températures. Pour ce qui est des mécanismes par mouvement de dislocations, ils sont effectifs pour de basses températures et correspondent à des niveaux de contraintes plus élevés.



**Figure I.13** – Exemple de carte d'Ashby délimitant les domaines d'existence des modes de déformation en fonction de la température rapportée à la température de fusion, du rapport de la contrainte maximale et du module de cisaillement et de la vitesse de déformation pour un alliage de titane (Ti-6Al), d'après [Jan+91].

La figure I.14 montre, en échelle logarithmique, les variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour des matériaux présentant, dans un cas, un comportement plastique conventionnel et, dans l'autre, un comportement superplastique (à une certaine température). On remarque que dans le cas d'un comportement superplastique, la courbe a une forme sigmoïde et présente, en particulier dans le domaine II, une pente élevée. On note également que les domaines I et III pour lesquels la pente (et donc  $m$ ) est assez faible quel que soit le matériau, correspondent à des conditions pour lesquelles apparaissent les différents mécanismes de déformation "conventionnels" à chaud cités précédemment. Au contraire, le domaine II caractérisé par une pente importante correspond au régime de superplasticité.



**Figure I.14** – Représentation schématique de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation, en échelle logarithmique, permettant d’illustrer la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Schéma adapté de [Rai+75].

Comme indiqué précédemment, la pente correspond au paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation, noté  $m$ , de la loi de Norton (Eq.I.2).

$$\sigma = k\dot{\epsilon}^m \quad (\text{I.2})$$

Dans cette équation,  $\dot{\epsilon}$  correspond à la vitesse de déformation ( $\text{s}^{-1}$ ),  $k$  à une constante du matériau et  $m$  au paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Ainsi, le domaine superplastique (Région II) est défini par des valeurs de  $m$  supérieures à 0,3 contrairement aux autres mécanismes de déformation, pour lesquels  $m$  est inférieur à 0,3 [Sem+99][Sem+01].

Dans cette partie, les mécanismes de déformation rapportés dans la littérature, pour les hautes températures, seront scindés en deux sections. La première concernera les mécanismes de déformation conventionnels, tels que la mobilité de dislocations et la diffusion, avec un rappel sur les systèmes de glissement possibles dans l’alliage Ti-6Al-4V. La seconde traitera des mécanismes de déformation et d’accommodation définissant la déformation superplastique ainsi que les particularités associées à l’alliage Ti-6Al-4V.

## I.2.1 Mécanismes conventionnels de plasticité

### I.2.1.1 Rappel sur les systèmes de glissement

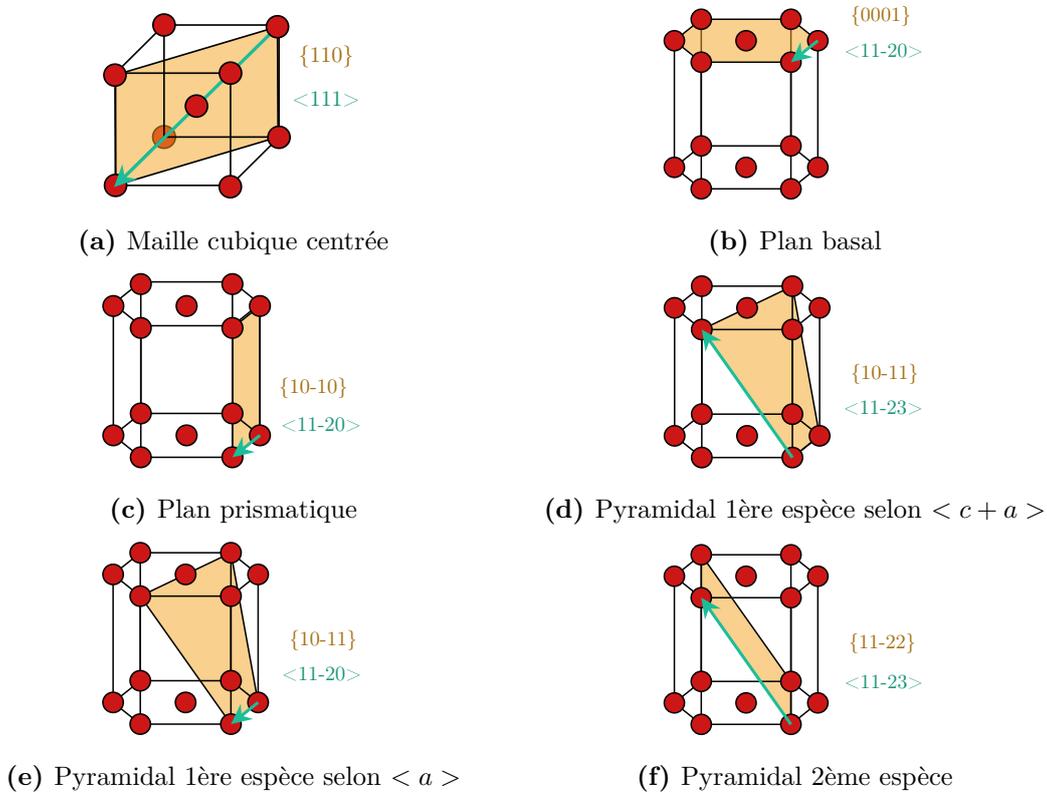
La plasticité des matériaux cristallins est un phénomène physique généralement gouverné par le maclage ou par le mouvement des dislocations selon certains systèmes de glissement (définis par un plan et une direction). Dans l’alliage de titane Ti-6Al-4V, les phases  $\alpha$  et  $\beta$  ont des structures cristallines différentes et des systèmes de glissement différents, comme représenté sur la figure I.15 [Mot+12]. Le maclage ne sera pas décrit par la suite car les éléments d’alliage présents dans l’alliage Ti-6Al-4V ne favorisent pas son activité au cours de la déformation [Zae03].

Pour la phase  $\beta$  cubique centrée, les systèmes de glissement les plus souvent observés sont les suivants :  $\{110\} \langle 111 \rangle$  et  $\{112\} \langle 111 \rangle$  qui représentent chacun douze systèmes de glissement et  $\{123\} \langle 111 \rangle$  qui en représente vingt-quatre. La phase  $\beta$  présente donc un grand nombre de systèmes de glissement faciles. Pour rappel, le système de glissement principal correspond le plus souvent au plan et à la direction les plus denses. Ainsi, pour la phase  $\beta$ , le système de glissement principal est  $\{110\} \langle 111 \rangle$ .

La phase  $\alpha$ , quant à elle, possède cinq systèmes de glissement suivant deux directions :  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  notée  $\langle a \rangle$  correspondant au vecteur de Burgers  $a = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  et  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$  notée  $\langle c+a \rangle$ , correspondant au vecteur de Burgers  $c+a = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$  [Nak+91].

Dans la direction  $\langle a \rangle$ , le glissement se fait dans les plans basal, prismatique ou pyramidal de 1<sup>ère</sup> espèce. Alors que dans la direction  $\langle c+a \rangle$ , le glissement est effectif dans les plans pyramidaux de 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> espèce. Le plan et les directions les plus denses dans l'alliage Ti-6Al-4V sont le plan (0001) et les directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  (Fig.I.15b). Dans les matériaux hexagonaux, selon la direction la plus dense, deux systèmes de glissement sont envisageables : prismatique et basal.

Selon la théorie de Peierls-Nabarro, la sélection du plan de glissement est contrôlée par le ratio  $c/a$ . Pour des valeurs de  $c/a > 1,633$  et  $c/a < 1,633$ , les systèmes de glissement activés seront respectivement le système basal et le système prismatique [Nak+91]. À température ambiante, pour le titane de haute pureté, le plan de glissement principal est le plan prismatique car son rapport  $c/a$  est égal à 1,587 [Cas+66].



**Figure I.15** – Systèmes de glissement de la maille cubique centrée  $\beta$  (a) et hexagonale pseudo-compacte  $\alpha$  (b, c, d, e, f) [Sur13].

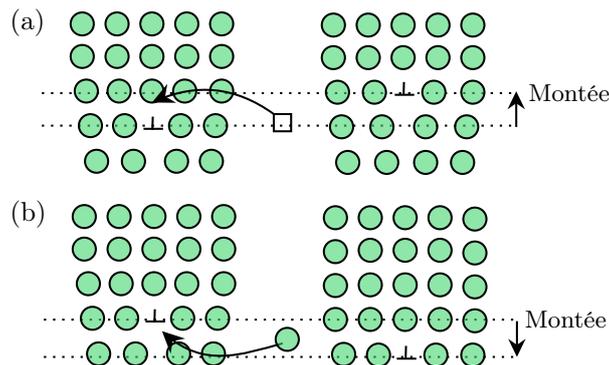
Or, l'activation des systèmes de glissement dans les matériaux métalliques dépend de la composition de l'alliage, de la température et de la texture cristallographique. En effet, un système de glissement particulier sera préférentiellement activé si : (i) le grain considéré est favorablement orienté par rapport à la direction de sollicitation (facteur de Schmid le plus élevé [Sch+50][Bri+05][Bal13]) et (ii) si sa CRSS (Contrainte de Cisaillement Critique Résolue) est faible.

Dans l'alliage Ti-6Al-4V, il est reporté que le système le plus probable, c'est-à-dire celui possédant la valeur la plus faible de CRSS, est le système prismatique suivi du système basal et des systèmes pyramidaux ([Con81][Nak+83]). Les éléments d'alliage ainsi que la température tendent à modifier les rapports de CRSS [Chu54][Tan+72][Akh+75][Nak+88][Big+89]. Ainsi, lorsque la température augmente, la CRSS diminue et conduit à une réduction des écarts entre les différents types de système de glissement.

### I.2.1.2 Mobilités de dislocations et diffusion à haute température

Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous nous intéressons plus particulièrement aux mécanismes de déformation plastique pouvant opérer à haute température, tels que le mouvement de dislocations mais aussi les mécanismes diffusionnels.

Le comportement plastique est contrôlé par la capacité des dislocations à franchir ou non les obstacles présents dans le milieu. Dans les alliages de titane, les obstacles présents sont principalement intrinsèques au matériau (solutés, joints de grains, dislocations). Ainsi, lorsque la déformation se fait à chaud, en plus du glissement des dislocations, des mécanismes additionnels liés à la mobilité des défauts cristallins accompagnent la déformation plastique de l'alliage. En particulier, la diffusion (atomes et/ou lacunes) assiste la montée des dislocations. Les dislocations présentes dans un plan de glissement vont localement "monter" par absorption ou émission de lacunes et avoir une partie de leur ligne dans un plan atomique supérieur (nommé cran) [Lot60][Bal+65][Bal69][Hir+91] (Fig.I.16). Notons aussi que "le temps passé à haute température" devient un paramètre important ainsi que le niveau de déformation plastique.

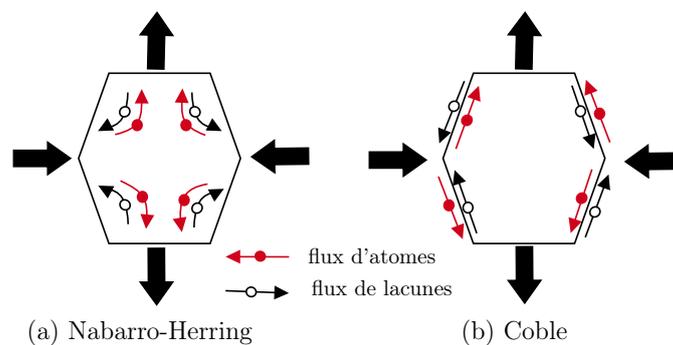


**Figure I.16** – Mécanisme de montée des dislocations, d'après [Lan19].

Sachant qu'à haute température, la mobilité des dislocations est favorisée, l'annihilation des dislocations et donc la restauration dynamique sont également facilitées [Yas+20]. Dans la littérature, la montée des dislocations est décrite pour les alliages de titane pour de fortes vitesses de déformation et pour de hautes températures [Kim+03][Bab08][Ala+16].

En plus de favoriser la mobilité des dislocations à haute température, les phénomènes de diffusion de lacunes et d'atomes peuvent intervenir dans les mécanismes de déformation plastique pour des températures supérieures à  $\frac{T_f}{2}$  (avec  $T_f$  la température de fusion). En effet, au delà de cette température, l'agitation thermique va permettre la diffusion, suffisamment rapide de défauts ponctuels (lacunes) et/ou d'éléments d'alliage.

Le mécanisme de diffusion d'éléments d'alliage et de lacunes dans le volume a été décrit par Nabarro et Herring afin d'expliquer le phénomène de fluage (Fig.I.17a) [Nab48][Her50]. Le fluage Coble est lui aussi un fluage diffusionnel qui se produit pour de faibles contraintes combinées à de basses températures (Fig.I.17b) [Cob63]. Dans ce cas, la diffusion d'éléments d'alliage et de lacunes opère au niveau des joints de grains. Ces mécanismes de diffusion conduisent à un allongement des grains au cours de la déformation.



**Figure I.17** – Représentation schématique du mécanisme de fluage Nabarro-Herring (diffusion dans le volume) (a) et Coble (diffusion aux joints de grains) (b).

## I.2.2 Mécanismes de déformation superplastique

Parmi les mécanismes de déformation activés à haute température, le glissement aux joints de grains (et/ou aux joints de phase) est connu de la littérature comme l'un des mécanismes à l'origine des déformations superplastiques des alliages métalliques. Cependant, un tel déplacement d'un grain par rapport à un autre nécessite à minima un transport de matière localisé pour assurer la cohésion intergranulaire (et donc éviter la formation, par exemple, de cavités). Ainsi le glissement aux joints de grains peut être accommodé par des mécanismes diffusionnels et/ou liés au mouvement de dislocations inter et/ou intragranulaire.

### I.2.2.1 Généralités

La superplasticité est la capacité d'un matériau à supporter de forts taux de déformation sans striction. Cette caractéristique est recherchée dans l'industrie pour la mise en forme à chaud de pièces sans soudure ni rivetage et pour des géométries complexes difficilement réalisable via des procédés classiques de mise en forme de tôles.

Le glissement aux joints de grains, en anglais "Grain Boundary Sliding" (GBS), a été proposé par Ashby et Verall [Ash+73]. Les grains glissent les uns par rapport aux autres afin de permettre la déformation macroscopique selon la direction de sollicitation mais sans changement de leur taille, ni de leur morphologie [Far11][Pri11].

Pour les alliages de titane, les conditions favorables à ce mécanisme sont :

- une microstructure biphasée et équiaxe contenant des grains fins ( $<10\ \mu\text{m}$ ),
- une température élevée, de l'ordre de  $900\ \text{°C}$ ,
- une vitesse de déformation faible, de l'ordre de  $10^{-3}\ \text{s}^{-1}$  à  $10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ .

La superplasticité est fréquemment décrite par un domaine stationnaire (dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante au cours de la déformation), par un allongement supérieur à 300% et par un paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation (noté  $m$ ) supérieur à 0,3.

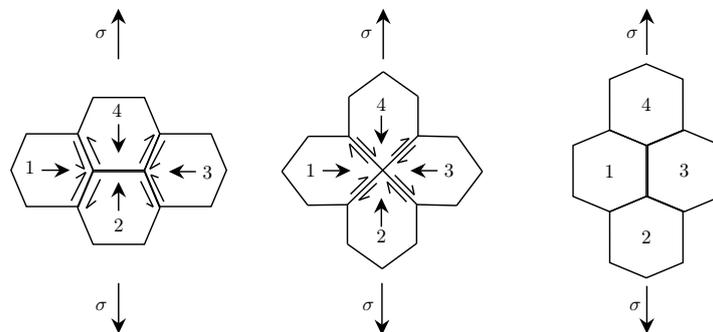
### I.2.2.2 Glissement aux joints de grain et mécanismes d'accommodation

Comme indiqué précédemment, la déformation superplastique est principalement gouvernée par le mécanisme de glissement aux joints de grains (et/ou phase) accommodé par la diffusion en éléments solutés et/ou le glissement de dislocations. Ainsi, la déformation superplastique peut s'expliquer par une combinaison de plusieurs mécanismes de déformation, dont le mécanisme préférentiellement activé sera dicté par la vitesse de déformation appliquée, la température, le taux de déformation et la microstructure initiale considérés.

#### (i)-Accommodation par diffusion

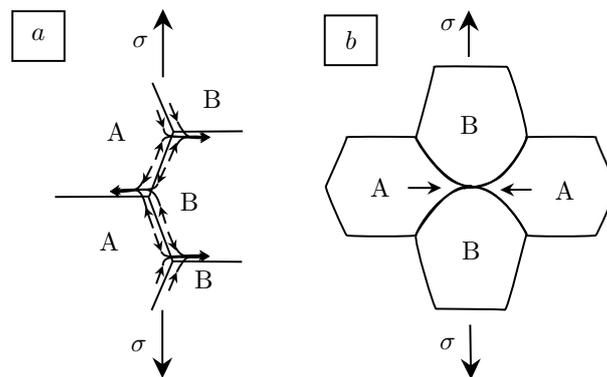
Ashby et al. ont proposé un modèle de glissement aux joints de grains accommodé par fluage diffusion (extension du fluage Nabarro-Herring aux grandes déformations) [Ash+73]. Les auteurs proposent que les grains subissent une première étape de diffusion de solutés, suivie d'une migration des joints de grains. Dans leur modèle est considéré un groupe de quatre grains, comme étant une entité.

Lors d'une sollicitation mécanique, afin de limiter la formation de cavités lors du glissement aux joints de grains, les grains vont se déformer localement grâce à la mobilité de joints de grains favorisée par la diffusion d'atomes (Fig.I.18). Ainsi, ce réarrangement permet une conservation de la forme des grains après essai. Ce modèle a également été conforté par Naziri et al. pour des alliages superplastiques de Zn-Al [Naz+75].



**Figure I.18** – Mécanisme de glissement aux joints de grains proposé par Ashby et al. [Ash+73].

Un mécanisme similaire a été proposé par Spingarn et al. pour des matériaux biphasés [Spi+78]. Si nous prenons le cas de deux phases A et B (Fig.I.19), lors d'une sollicitation en traction, un flux diffusif en éléments solutés se crée depuis le milieu des interfaces inclinées par rapport à la direction de sollicitation vers les interfaces perpendiculaires à la direction de traction. Ainsi, dans le cas où la phase A possède la plus grande diffusivité, les interfaces A/B vont se courber par l'appauvrissement en éléments solutés dans cette dernière. Inversement, les grains de phase B vont être séparés au cours de l'essai au profit d'interfaces A/A et A/B. Une modification de plus proches voisins de la phase A sera le résultat de l'accommodation du glissement alors que la phase B semblera plutôt inactive dans la déformation. Toutefois, ce modèle ne s'applique pas lorsque les deux phases en présence présentent des tailles de grains et des diffusivités similaires.



**Figure I.19** – Mécanisme de glissement aux joints de grains proposé par Spingarn et al. pour deux phases de structure hexagonale [Spi+78]. a représente le flux diffusif. b la modification des interfaces au cours de la déformation.

Dans le cas des alliages de titane, les atomes de Ti diffusent plus rapidement dans la phase  $\beta$  que dans la phase  $\alpha$ , avec une différence d'autant plus importante que la température est élevée [Ley+03]. Ainsi, dans ce cas là, la phase  $\beta$  (phase A sur la figure I.19) serait principalement à l'origine de l'accommodation du glissement aux joints de grains  $\alpha$  (phase B sur la figure I.19).

Toutefois, ce mécanisme d'accommodation nécessite des conditions particulières qui sont : de hautes températures et de faibles contraintes.

## (ii)-Accommodation par dislocations

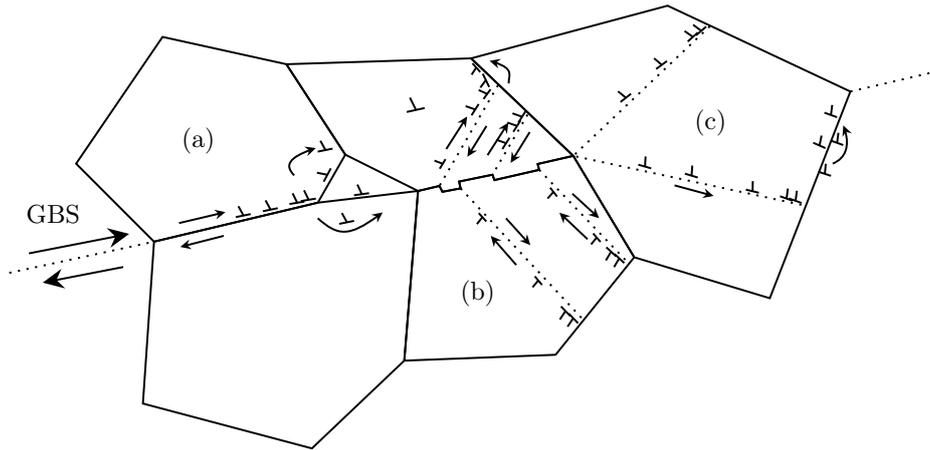
L'accommodation du glissement aux joints de grains par mouvement de dislocations est reporté dans la littérature pour certaines conditions de sollicitation (en particulier pour des températures faibles et pour des contraintes suffisamment grandes).

Dans la littérature, plusieurs modèles ont été proposés par Gifkins [Gif76], Mukherjee [Muk71], Ball et Hutchison [Bal+69].

Dans son modèle, Gifkins considère le glissement par activité de dislocations intergranulaires qui vont s'accumuler aux joints triples et ainsi conduire à la montée des dislocations dans ou proche des joints de grains adjacents (Fig.I.20a). Ainsi, dans ce modèle le mouvement de dislocations se limite aux joints de grains. L'intérieur des grains est donc peu, voire pas déformé.

Mukherjee, quant à lui, considère que les grains glissent individuellement et que les joints de grains sont des sources d'émission de dislocations (Fig.I.20b). Le glissement des dislocations est cette fois intragranulaire.

Ball et Hutchison considèrent le glissement d'un groupe de grains selon un "plan de glissement" désigné par un alignement des joints de grains (Fig.I.20). Une fois ce glissement limité par la présence d'un autre grain orienté défavorablement par rapport au plan de glissement, des dislocations sont générées dans ce grain afin d'accommoder la déformation.



**Figure I.20** – Représentation schématique des modèles proposés par Gifkins (a), Mukherjee (b) et Ball-Hutchison (c), d'après [Giu11].

Un modèle similaire à celui proposé par Ball et Hutchison, est abondamment utilisé dans la littérature sous le terme de glissement "Rachinger". Ce modèle suppose une accommodation du glissement aux joints de grains par mouvement intragranulaire de dislocations afin d'expliquer la conservation d'une microstructure équiaxe tout en observant le mouvement des grains les uns par rapport aux autres [Lan06][Ala+16].

### I.2.2.3 Lois de comportement et énergie d'activation

Les modèles présentés dans la partie précédente sont également décrits par différentes lois de comportement. Ces lois permettent ainsi d'extraire des paramètres physiques, tels que  $m$  la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation et  $Q$  l'énergie d'activation, discutés en termes de mécanismes de déformation. Elles sont classiquement obtenues à partir de divers essais mécaniques :

- des essais de traction ou compression à vitesse de déformation constante imposée.
- des essais de fluage : une contrainte constante est imposée et la déformation est mesurée en fonction du temps.
- des essais de relaxation : une déformation constante est imposée et la contrainte est mesurée en fonction du temps.

Dans la littérature, on retrouve principalement la loi proposée par Sellars et al. [Sel+66] :

$$\dot{\epsilon} = A(\sinh(\alpha\sigma))^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{I.3})$$

Dans cette équation,  $\dot{\epsilon}$  est la vitesse de déformation ( $s^{-1}$ ),  $A$ ,  $\alpha$  et  $n$  des paramètres matériaux indépendants de la température,  $T$  la température (K),  $R$  la constante universelle des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ) et  $Q$  l'énergie d'activation ( $\text{J mol}^{-1}$ ).

À partir de cette relation, les auteurs [Sel+66] ont pu montrer que pour de faibles niveaux de contrainte, la relation peut être simplifiée par :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{I.4})$$

Pour de forts niveaux de contrainte, la relation conduit à l'équation suivante, avec  $\beta = \alpha n$  :

$$\dot{\epsilon} = A \exp(\beta\sigma) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{I.5})$$

Cette loi de comportement a été adaptée à chaque mécanisme de déformation. Dans le tableau I.2 sont répertoriées quelques lois de comportement ainsi que le mécanisme de déformation associé.

**Table I.2** – Tableau récapitulatif des lois de comportement ainsi que des mécanismes associés.

Équation	Mécanisme	Références
$\dot{\epsilon} \propto \frac{D_V \Omega}{kT} \frac{\sigma}{d^2}$	Fluage diffusionnel dans le volume	[Her50]
$\dot{\epsilon} \propto \frac{\delta D_B \Omega}{kT} \frac{\sigma}{d^3}$	Fluage diffusionnel aux joints de grains	[Cob63]
$\dot{\epsilon} \propto \frac{Gb}{kT} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n$	Montée de dislocations	[Muk+68]
$\dot{\epsilon} = \frac{AGbD}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma_{eff}}{G}\right)^n$	Glissement aux joints de grains accommodé par dislocations	[Bir+69][Ala+16]
$\dot{\epsilon} = \frac{14\sigma\Omega}{kTd^2} D_v \left(1 + \frac{\pi\delta D_B}{dD_v}\right)$	Glissement aux joints de grains accommodé par diffusion	[Spi+78][Ash+73]

Les grandeurs utilisées dans ces équations sont les suivantes :

$n$ : est l'inverse du coefficient $m \frac{1}{m}$	$A$ : une constante
$G$ : module de cisaillement (Pa)	$Q_s$ : énergie d'activation ( $\text{J mol}^{-1}$ )
$D$ : coefficient de diffusion ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ )	$T$ : température absolue (K)
$R$ : constante des gaz parfaits ( $\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$ )	$b$ : vecteur de Burgers (m)
$d$ : taille de grains (m)	$p$ : exposant de l'inverse d ( $\text{m}^{-1}$ )
$\sigma_{eff}$ : correspond à $\sigma_{eff} = \sigma - \sigma_0$ (Pa)	$\dot{\epsilon}$ : vitesse de déformation ( $\text{s}^{-1}$ )
$\delta$ : épaisseur des joints de grains (m)	$\Omega$ : volume atomique ( $\text{m}^3$ )
$D_V$ et $D_B$ : coefficient de diffusion dans le volume et aux joints de grains ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ )	

Dans le tableau I.2, l'équation correspondant au glissement aux joints de grains est adaptée selon le mécanisme d'accommodation concerné. Ainsi, la constante  $A$  prend des valeurs différentes si le mécanisme identifié est une accommodation par diffusion et/ou dislocations. De plus, selon cette même équation, une diminution de la taille de grains initiale entraîne une diminution de la température et une augmentation de la vitesse de déformation.

**Énergie d'activation :** En balayant plusieurs températures et vitesses de déformation, il est possible d'estimer l'énergie d'activation  $Q$ . Le tableau I.3 rassemble les énergies d'activation recensées dans la littérature ainsi que les mécanismes de déformation associés.

**Table I.3** – Énergies d'activation reportées dans la littérature.

Q (kJ mol <sup>-1</sup> )	Mécanismes de déformation	Condition d'application
121-132	Fluage Coble Diffusion aux joints de grains [Mal+81][Jan+91]	Alliage $Ti_\alpha$ Taille de grains $\alpha = 100 \mu\text{m}$ $T < 0,4xT_f$
150	Diffusion dans le volume du grain [Guo+87]	Ti- $\alpha$
153	Diffusion aux joints de grains [Guo+87][Rec+68]	Ti- $\beta$
155	GBS accommodé par montée des dislocations aux joints de grains [Sin+12]	Alliage Ti-6Al-4V-0,1B $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$
170	Diffusion dans le volume dans le domaine $\beta$ [She+88]	Alliage Ti-6Al-4V
150-210 207	Activité de dislocations [Pra+01] GBS accommodé par dislocations [Sin+12]	Alliages Ti-6Al-4V (CP et ELI) Alliage Ti-6Al-4V-0,1B $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$
184-188	Glissement aux joints de grains accommodé par glissement de dislocations (montée des dislocations) [Ari+77][Mik+17]	Alliage Ti-6Al-4V Alliage proche- $\alpha$ Ti-Al-Mn entre 815-890 °C
242-264	Fluage Nabarro-Herring, diffusion dans le volume [Mal+81][Jan+91]	Alliage $Ti_\alpha$ Taille de grains $\alpha = 100 \mu\text{m}$ $T > 0,4xT_f$
300	Mouvement de dislocations [Sen+10]	Alliage Ti-6Al-4V modifié par l'ajout de bore $T=750 \text{ °C}$ et $T=850 \text{ °C}$
500	Mouvement de dislocations [Sen+10]	Alliage Ti-6Al-4V modifié par l'ajout de bore $T=900 \text{ °C}$ et $T=1000 \text{ °C}$
522-584	Recristallisation dynamique [She+88][Sou+15]	Domaine $\alpha + \beta$ alliage Ti-6Al-4V

À en juger par les différences d'énergie d'activation, en fonction de l'alliage étudié, de la taille des grains et des conditions de sollicitations, il est difficile d'assigner précisément une valeur d'énergie à un mécanisme. Cependant, il semblerait que les mécanismes se rapportant à des phénomènes de diffusion nécessitent des énergies d'activation plus faibles que des mécanismes faisant intervenir l'activité de dislocations [Mal+81][Jan+91][Mei+92][Mik+17].

### I.2.3 Particularités de l'alliage Ti-6Al-4V

Dans le cas de l'alliage Ti-6Al-4V, l'activité de ces différents mécanismes de déformation va dépendre de la taille et de la morphologie des grains, de la fraction des phases en présence, de la température et la vitesse de déformation appliquées. Afin de mettre en évidence les mécanismes décrits dans la littérature pour l'alliage Ti-6Al-4V lors des essais de traction, nous avons ici choisi de représenter sous forme de tableau un résumé des mécanismes selon la microstructure initiale, le niveau de déformation, la température, la vitesse de déformation et la technique de caractérisation considérés (Tableau.I.4).

**Table I.4** – Synthèse des mécanismes de déformation rapportés dans la littérature pour l'alliage Ti-6Al-4V après essais de traction.

Méthode	EI	Conditions	Synthèse
Données essais mécaniques [Mei+91]	Equiaxe $d_\alpha > 5 \mu\text{m}$	775 °C $F_\beta=11\%$ 925 °C $F_\beta=48\%$ $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ à $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>775 °C</b> : $m=0,45$ GBS $\alpha$ accommodé par $\beta$ <b>925 °C</b> : $m=0,77$ Fluage diffusionnel
MEB+MET Interrompus [Yan+91]	Equiaxe $d_\alpha = 5 \mu\text{m}$	750 °C 850 °C $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{s}^{-1}$ à $10^{-4} \text{s}^{-1}$ $\epsilon_r = 0,2 - 1,2$	Condition optimale superplasticité = 850 °C $F_\beta=25\%$
MET [Kim+99]	Equiaxe $d_\alpha = 3 \mu\text{m}$ et $11 \mu\text{m}$	600 °C 900 °C $10^{-3} \text{s}^{-1}$ $\epsilon = 30\%$	<b>3 <math>\mu\text{m}</math>-900 °C</b> : GBS accommodé par dislocations aux jdg $\alpha/\beta$ <b>11 <math>\mu\text{m}</math>-600 °C et 900 °C</b> : mouvement dislocations dans $\alpha$
MEB/EBSD Interrompus [Van+08]	Equiaxe $d_\alpha = 8 \mu\text{m}$	750 °C à 950 °C $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ à $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>750 °C à 925 °C</b> : GBS accommodé par -diffusion intergranulaire -montée des dislocations 950 °C : pas de GBS
MEB in-situ [Ala+16]	Equiaxe $d_\alpha > 6 \mu\text{m}$	650 °C 700 °C 900 °C $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ $3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>900 °C <math>2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}</math></b> : GBS $\alpha$ accommodé par dislocation aux jdg $\alpha/\beta$ et par $\beta$
MEB/EBSD [Mat+16]	-Martensite $\alpha'$ - Lamellaire ( $\alpha + \beta$ )	700 °C 800 °C 900 °C $10^{-4} \text{s}^{-1}$ à $10^{-2} \text{s}^{-1}$	Meilleur allongement avec $\alpha'$ : mouvement de dislocations conduit à la globularisation et favorise le GBS accommodé par dislocations aux jdg $\alpha/\beta$ (Gifkins)
MEB/EBSD MET [Zhe+16]	$d_\alpha$ et $d_\beta$ 0,1 $\mu\text{m}$ à 0,4 $\mu\text{m}$	450 °C à 700 °C $2 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ à $2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$	<b>550 °C <math>2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}</math></b> GBS accommodé par dislocations aux jdg $\alpha/\beta$ (Gifkins) avec répartition de $\beta$ en fin liseré aux interfaces

Nous mettons ici en évidence que les mécanismes de déformation activés vont principalement dépendre de la taille de grains  $\alpha$  et de leur morphologie initiale. En effet, selon ces critères, le glissement aux joints de grains ne va pas nécessiter la même fraction de phase  $\beta$  pour accommoder la déformation. Ce mécanisme va donc être activé pour une gamme de température différente.

**Morphologie des grains :** Comme montré précédemment, différentes microstructures initiales (lamellaire, bimodale, nodulaire ou martensitique) peuvent être formées pour l'alliage Ti-6Al-4V, or, dans la littérature, nous avons pu constater des différences de comportement selon la microstructure initiale considérée.

Lors du formage superplastique, il est connu qu'une forme des grains  $\alpha$  équiaxe favorise le glissement aux joints de grains  $\alpha$  [Bla+96]. Cependant, cette forme initiale des grains ne semble pas toujours nécessaire en début d'essai [Mot+12]. Ainsi, Motyka et al. ont pu observer qu'une microstructure initiale équiaxe conduit à un abattement de la ductilité, contrairement à ce qui serait attendu [Mot+14a].

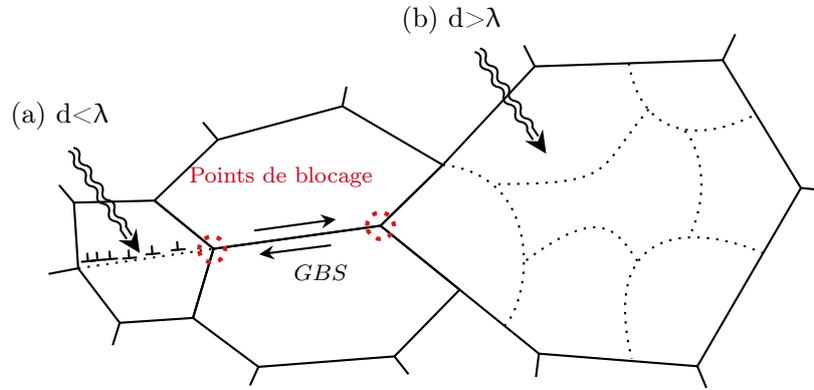
En effet, dans le cas où la microstructure initiale n'est pas totalement équiaxe, elle pourra le devenir lors du premier stade de déformation superplastique [Mot+04][Sie+07]. Matsumoto et al. ont également montré que l'utilisation d'une microstructure initialement hétérogène (morphologie, taille, composition chimique des grains) favorise des allongements superplastiques plus importants [Mat+18]. En effet, de forts allongements sont favorisés dans le cas où d'autres mécanismes interviennent en amont ou de façon simultanée au glissement aux joints de grains, tels que la recristallisation dynamique continue ou encore la précipitation de phase  $\beta$  aux joints triples.

**Taille des grains :** La taille des phases  $\alpha$  et  $\beta$  conditionne les propriétés mécaniques et les conditions de mise en forme du matériau. De fait, de nombreuses études ont porté sur la diminution de la taille des grains  $\alpha$  afin de réduire la température de mise en forme et/ou augmenter la vitesse de déformation [Par+08][Sem+10][Mat+13a][Zhe+16]. En effet, une diminution de la taille de grains permet de garder de bonnes propriétés ( $\sigma$  et  $m$ ) ainsi que d'augmenter la vitesse de sollicitation afin de réduire les temps de mise en forme.

Alabort et al. présentent une dépendance des mécanismes de déformation activés selon la taille de grains présents lors de la sollicitation à partir du modèle de type "Rachinger" [Lan06]. Ainsi, pour une taille de grains  $\alpha$  supérieure à la taille des sous-joints de grains présents dans la phase  $\alpha$  ( $\lambda$ ), lorsque les grains  $\alpha$  glissent une concentration de contrainte va se produire aux points triples. Ainsi, les dislocations créées vont s'empiler dans les grains  $\alpha$  (de grande taille) et former des sous-joints de grains conduisant ainsi à la recristallisation dynamique continue de la phase  $\alpha$  (Fig.I.21-1). Ce phénomène apparaît pour de basses températures et des vitesses de déformation lentes, ou à l'inverse, pour de "hautes températures" et des vitesses de déformation rapides.

Pour une taille de grains  $\alpha$  inférieure à  $\lambda$ , lors du glissement aux joints de grains  $\alpha$ , la contrainte induite au niveau des joints triples  $\alpha/\alpha/\beta$  va servir de source de dislocations. Les dislocations ainsi émises vont se mouvoir dans la phase  $\beta$  et traverser le grain jusqu'à atteindre le joint de grains opposé (Fig.I.21-2). Elles forment ainsi des bandes de glissement dans les grains  $\beta$ . Cette caractéristique s'applique aux hautes températures et aux faibles vitesses de déformation. La phase  $\beta$  est ici présente sous forme de grains, en raison de sa quantité plus importante aux hautes températures.

Alabort et al. ont également pu montrer que ces deux mécanismes peuvent intervenir pour la même condition de sollicitation lorsque les grains  $\alpha$  présentent une grande dispersion en taille et une quantité de phase  $\beta$  suffisante.



**Figure I.21** – Modèle de Rachinger. Représentation schématique du mécanisme proposé pour  $\lambda < d$  (a) et pour  $\lambda > d$  (b) [Ala+16],  $d$  étant la taille des grains.

Ainsi, afin d'améliorer le glissement aux joints de grains, il convient de diminuer la taille de grains  $\alpha$  et d'atteindre une fraction de phase  $\beta$  optimale.

Dans le cas de l'alliage Ti-6Al-4V, on se rend bien compte que la microstructure initiale (taille de grains, morphologie) choisie a donc une forte influence sur les mécanismes de déformation mis en jeux.

**Fraction de phase et interfaces :** Ces paramètres dépendent fortement de la température. En effet, une élévation de celle-ci va conduire à une augmentation de la fraction de phase  $\beta$ , de par la transformation de phases  $\alpha \rightarrow \beta$ . Or, ces phases ont des propriétés différentes, la phase  $\alpha$  a peu de systèmes de glissement et les atomes de Ti diffusent deux fois moins vite dans cette phase que dans la phase  $\beta$ . La phase  $\alpha$  est donc qualifiée de phase "dure" et  $\beta$  de phase "molle". C'est pourquoi la phase  $\beta$  sera plus favorable à l'accommodation de la déformation contrairement à la phase  $\alpha$ . Néanmoins, à plus basse température, la phase  $\alpha$ , présente en plus grande proportion, va principalement accommoder la déformation [Pat+79][Lea+86][Mei+91]. Pour une température légèrement supérieure, l'activité de la phase  $\beta$  va augmenter et favoriser la rotation des grains  $\alpha$ . La superplasticité est donc favorisée par une augmentation de la proportion d'interfaces  $\alpha/\beta$  et de joints de grains  $\beta/\beta$  [Kim+99][Mot+12]. De plus, les interfaces  $\alpha/\beta$  ainsi que les joints triples  $\alpha/\alpha/\beta$  et  $\alpha/\beta/\beta$  sont des sites préférentiels d'émission de dislocations favorisant l'accommodation du GBS [Jai+91] [Kim+99].

Toutefois, il a été montré qu'une fraction de phase  $\beta$  trop importante va entraver l'écoulement superplastique, de par un grossissement de grains  $\beta$  trop important [Yan+91]. Une certaine proportion de phase  $\alpha$  est alors nécessaire afin d'assurer le maintien à une taille raisonnable des grains  $\beta$  par la réduction de la distance de diffusion des éléments d'alliage [Giu11]. Plusieurs études ont montré que les meilleures propriétés superplastiques sont obtenues pour une fraction de phase  $\beta$  allant de 40% à 50% [Jai+91][Nie+05].

Ainsi, le comportement superplastique dépend grandement de la proportion des phases  $\alpha$  et  $\beta$  mais également du type d'interfaces ( $\alpha/\alpha$ ,  $\alpha/\beta$  ou  $\beta/\beta$ ). En effet, chaque interface a une résistance différente au glissement aux joints de grains.

Dans l'ordre, le glissement aux joints de grains est plus facile lorsque l'interface est de type  $\alpha/\beta$ , puis de type  $\beta/\beta$  et enfin de type  $\alpha/\alpha$  pour un alliage Ti-6Al-4V [Kim+99]. Cependant, cette hiérarchie est sujette à controverse dans la littérature. En effet, Hammond et al. considèrent que l'interface  $\alpha/\alpha$  est la plus favorable au glissement aux joints de grains [Ham+87]. En revanche, Partridge et al. qui considèrent l'interface  $\beta/\beta$  comme étant la plus favorable, puis dans l'ordre croissant les interfaces  $\alpha/\beta$  et  $\alpha/\alpha$  [Par+85].

**Techniques de caractérisation :** Comme montré dans le tableau I.4 les principales techniques de caractérisation utilisées sont : l'observation post-mortem de la microstructure par microscope électronique à balayage (MEB) et de la texture par MEB-EBSD [Yas+20] ; le suivi in-situ du déplacement de marqueurs placés à la surface de l'échantillon et de bandes de glissement dans les différentes phases par MEB [Rai+83][Naz+75][Boe+06][Ala+16] ; l'observation par microscope électronique en transmission (MET) [Kim+99][Cas+07][Liu+21]. Toutefois, ces méthodes sont très locales et ne permettent de réaliser la caractérisation que sur de petites déformations.

## I.3 Modifications microstructurales induites par sollicitation mécanique

Au cours de la déformation plastique à haute température, la microstructure (taille et morphologie des grains, proportion de phases, sous-structures) ainsi que l'orientation cristallographique des grains présentent des modifications caractéristiques des mécanismes de déformation activés. L'analyse de ces évolutions microstructurales permettent donc de conforter les hypothèses faites sur les modes de déformation activés. Toutefois, en parallèle des mécanismes de déformation précédemment décrits, des modifications microstructurales liées aux mécanismes de déformation conventionnels (la restauration, la recristallisation, la globularisation et le grossissement des grains) peuvent également intervenir en fonction de la microstructure initiale.

### I.3.1 Phénomènes liés à des mécanismes conventionnels de déformation plastique

#### I.3.1.1 Restauration dynamique

La restauration est un phénomène thermiquement activé. Elle intervient le plus souvent pour des métaux à forte énergie de défauts d'empilement et pour de faibles taux de déformation.

En effet, la restauration est d'autant plus favorisée que les défauts sont mobiles. La restauration consiste à rétablir la microstructure et les propriétés initiales du matériau par annihilation ou réarrangement de dislocations. Elle ne fait pas intervenir la migration de joint de grains et n'induit donc pas de modifications microstructurales importantes. On différencie la restauration statique qui intervient lors d'un recuit depuis un état déformé plastiquement, de la restauration dynamique qui intervient lors d'un traitement thermomécanique.

Les courbes de contrainte-déformation, faisant intervenir ce phénomène, présentent un léger durcissement après le domaine élastique puis un écoulement quasi-stationnaire [Sou+15][Hua+16].

### I.3.1.2 Recristallisation dynamique

Lorsque le mécanisme de restauration n'est plus suffisant et que l'énergie apportée par la déformation est importante, un phénomène de recristallisation dynamique se met en place. La recristallisation a pour effet d'entraîner la formation d'une nouvelle microstructure fine dans un matériau déformé par formation ou migration de joints de grains en fonction de l'énergie emmagasinée. La recristallisation peut également être, soit statique (lors d'un maintien en température), soit dynamique (lors d'une déformation plastique en température). Dans le cas de la "recristallisation dynamique", trois modes de recristallisation sont susceptibles d'opérer. Il s'agit de la recristallisation dynamique discontinue (Fig.I.22a), géométrique (Fig.I.22b) et continue (Fig.I.22c).

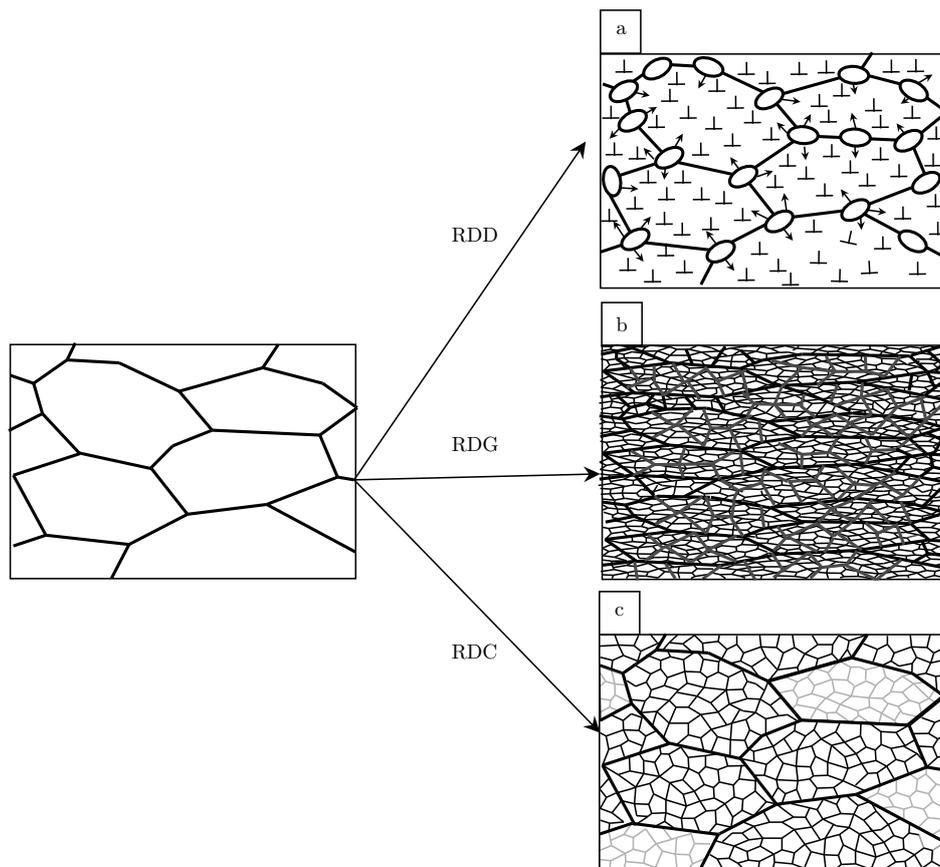
La recristallisation dynamique discontinue (RDD) est préférentiellement observée pour de faibles énergies de fautes d'empilement [Cra+09]. En effet, dans le cas de matériaux à faible énergie de défaut d'empilement et pour de fortes déformations, la densité de dislocations augmente localement et est suffisante pour entraîner la germination de nouveaux grains dans la structure déformée. Lorsque ce phénomène intervient, il y a germination d'un nouveau grain non contraint aux joints des grains existant, suivi d'un grossissement de ces grains nouvellement formés [Mom+14]. La recristallisation dynamique se fera à nouveau à partir de ces nouveaux grains. Ce phénomène entraîne donc une modification de la statistique d'orientation des grains, de par la germination de nouveaux grains selon différents variants [Doh+97].

La recristallisation dynamique géométrique (RDG) se manifeste pour des matériaux avec une forte énergie de faute d'empilement, pour de faibles vitesses de déformation et pour de forts taux de déformation. Lors de la déformation, les joints de grains parallèles à la direction de sollicitation vont peu à peu se rapprocher, conduisant à un allongement des grains initiaux, jusqu'à former de nouveaux grains par contact entre deux joints de grains à forts angles de désorientation. Ce phénomène est imagé par l'écrasement de joints de grains en ne faisant intervenir que la migration de joints de grains à fortes désorientations. La texture initiale du matériau sera alors conservée [Hua+16].

La recristallisation dynamique continue (RDC) se manifeste pour des matériaux de forte énergie d'empilement. Après restauration, pour de fortes déformations, il y a formation de sous joints de grains par accumulation de désorientations locales dans un grain [Yan+02].

Lorsque l'on parle de recristallisation dynamique continue, il est important de rappeler qu'un angle de désorientation entre deux grains voisins correspond au plus petit angle de rotation  $\theta$  permettant de faire coïncider deux cristaux. Les angles  $\theta$  inférieurs à  $15^\circ$  sont considérés comme de "faibles angles de désorientation" (Low Angle Grain Boundaries LAGB). Ils sont rencontrés en présence de sous joints de grains formés par l'accumulation et la réorganisation des dislocations. Les angles supérieurs à  $15^\circ$  sont considérés comme forts angles de désorientation (High Angle Grain Boundaries HAGB) [Hum+04].

Dans le cas de l'alliage Ti-6Al-4V, c'est ce mécanisme qui est, des trois mécanismes présentés ci-dessus, le plus communément décrit pour la phase  $\alpha$  [Zha+17][Mat+18][Sou+19]. Au cours de la déformation à chaud, la recrystallisation dynamique continue se manifeste donc par la transformation progressive de sous-grains en grains. La microstructure de recrystallisation est ainsi constituée de grains de plus faible dimension séparés préférentiellement par des HAGB [Lut+69][Der91] [Fur+07][Al+08]. Notons que les forts taux de déformation et le maintien à des hautes températures favorisent le grossissement de ces grains recrystallisés [Gou+03][Mon09][Guo+16]. Notons également que l'adoucissement observé sur les courbes représentatives du comportement mécanique à chaud de l'alliage est parfois associé, en partie, à ce mécanisme de DRX [Fur+07].

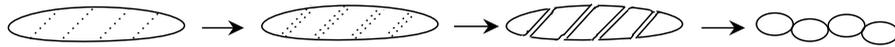


**Figure I.22** – Schéma représentant la recrystallisation dynamique discontinue (a), géométrique (b) et continue (c), d'après [Hua+16].

### I.3.1.3 Globularisation de la phase $\alpha$

La globularisation est parfois considérée comme étant un mécanisme équivalent à la recrystallisation dynamique continue mais intervient uniquement dans le cas d'une microstructure initiale lamellaire [Ses+99]. Selon Motyka, la globularisation se produirait lors du chauffage et durant les premières étapes de déformation, dans le cas de l'alliage Ti-6Al-4V [Mot+14b].

La globularisation est décrite comme étant la combinaison de plusieurs étapes (Fig.I.23) [Ses+99]. Lors du traitement thermomécanique, la principale force motrice de globularisation est apportée par la création de bandes de cisaillement dans les lamelles de phase  $\alpha$  à partir d'une valeur seuil de déformation plastique [Zha+16][Wei+86]. La formation d'une telle énergie aux interfaces  $\alpha/\alpha$  en contact avec la phase  $\beta$  induirait une tension de surface suffisante pour faire pénétrer la phase  $\beta$  et ainsi fragmenter les lamelles  $\alpha$ . De plus, la globularisation est d'autant plus facilitée que l'épaisseur des lamelles est fine [Wei+86][She+99]. Et enfin, Zhang et al. ont permis de montrer que la globularisation est activée à partir de microstructures de formes très différentes (lamellaires fines, bimodales, martensitiques) [Zha+17]. De plus, la cinétique de globularisation est augmentée par l'augmentation de la température et par la diminution de la vitesse de déformation car elle est limitée par la diffusion des éléments d'alliage bétagènes et du taux de migration des joints d'interphases [Son+09][Wu+11]. Notons que dans le cas de la superplasticité, il est reporté que sur une microstructure caractérisée par des zones lamellaires, ce mécanisme de globularisation permet d'obtenir des allongements plus élevés en "retardant" l'activité du glissement aux joints de grains [Par+08][Mot+14b][Mat+18].

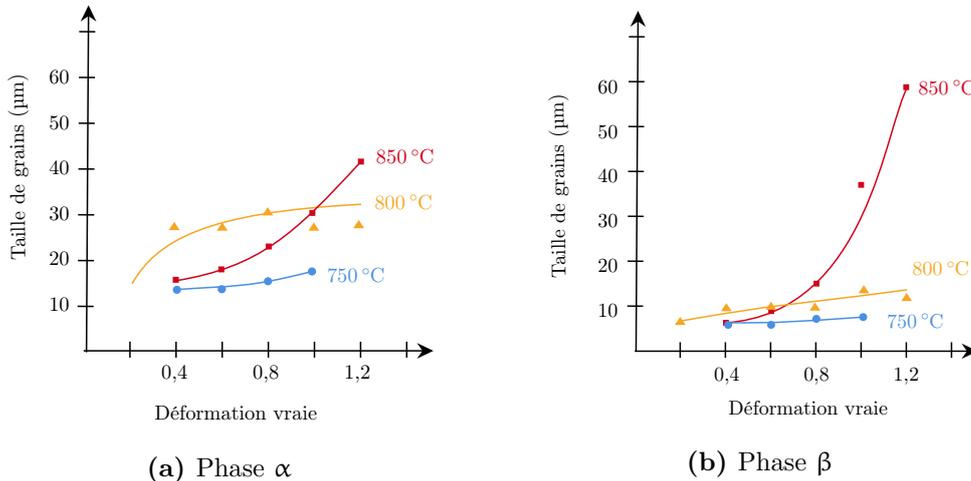


**Figure I.23** – Schéma décrivant les étapes de la globularisation des grains  $\alpha$  [Ses+99][Par+08].

### I.3.1.4 Cinétique de croissance des grains

Pour certaines conditions de température élevées et de vitesses de déformation lentes, plusieurs auteurs ont observé une accélération de la cinétique de croissance des grains  $\alpha$  sous l'effet d'un chargement mécanique (Fig.I.24a). Ce phénomène a été constaté pour un alliage  $\alpha + \beta$  Ti-6Al-4V [Ari+77][Yan+91][Gil+00][Zel+02][Sem+06][Van+08][Sem+10][Mos+19], un alliage  $\alpha + \beta$  Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si [Ima+19] et un alliage proche  $\alpha$  TiAlMn [Mik+17]. Ces mêmes auteurs décrivent ce grossissement des grains comme étant à l'origine du durcissement observé sur les courbes de contrainte-déformation pour l'alliage Ti-6Al-4V [Wat+71][Gho+79][Che+01] [Ala+15][Vel+16][Guo+16][Yas+20]. Ils observent également que la cinétique de croissance des grains  $\alpha$  est plus rapide sous l'effet d'un chargement thermomécanique comparativement à un chargement thermique seul. L'augmentation de la contrainte (durcissement) est alors expliquée par une accommodation des déformations plastiques rendue difficile par la diminution du nombre d'interfaces  $\alpha/\beta$ , liée à l'augmentation de la taille de grains  $\alpha$ . Dans les alliages de titane, lorsque la température est suffisante pour permettre la diffusion, la taille des grains augmente pour diminuer l'énergie interfaciale. Ainsi, le nombre de grains par unité de surface diminue pour une fraction de phase constante, on parle alors de coalescence. Le grossissement se fait alors à de hautes températures, par diffusion et migration des joints de grains, au travers de faibles distances de diffusion séparant deux joints de grains. Plus le temps d'exposition à de hautes températures, avec de faibles vitesses de déformation, sera long et plus le grossissement des grains sera important [Ala+15].

Pour ce qui est des grains  $\beta$ , une augmentation de la température entraîne une croissance très rapide de ces grains grâce à une diffusivité des atomes de Ti cent fois plus importante dans la phase  $\beta$  que dans la phase  $\alpha$  (Fig.I.24b) [Yan+91][Guo+16]. Une augmentation de la taille des grains  $\beta$  va entraîner la formation de plus grandes distances de glissement des dislocations et donc l'empilement de plus de dislocations aux joints de grains  $\alpha/\beta$ , y favorisant la création de zones de concentration de contraintes [Kim+99][Zha+17].



**Figure I.24** – Évolution de la taille des grains de phase  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) lors d'un essai de traction à différentes températures (750 °C, 800 °C, 850 °C) et une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Données obtenues pour un alliage de Ti-6Al-4V avec une taille initiale de grains  $\alpha$  de 5  $\mu\text{m}$  [Yan+91].

### I.3.2 Phénomènes liés à un comportement superplastique

Le glissement aux joints de grains conduit à des changements microstructuraux dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Ceux observés dans la phase  $\alpha$  sont les suivants :

1. Une conservation de la morphologie et de la taille après chargement thermo-mécanique, dans le cas d'une morphologie nodulaire, en raison d'un glissement aux joints de grains favorisé [Pan+09][Zha10]. Dans le cas d'une microstructure initialement lamellaire  $\alpha$ , le glissement aux joints de grains intervient après globularisation conduisant, in fine, à une microstructure entièrement nodulaire.
2. Une forte modification de la texture cristallographique des grains  $\alpha$ . En effet, par la rotation des grains les uns par rapport aux autres, la texture cristallographique initiale des grains  $\alpha$  de tôles laminées tend à s'atténuer [Bow77][Pér+01][Yan+02][Pan+09][Ala+15][Ala+16]. Toutefois, Semiatin et al. ont montré, pour un alliage Ti-6Al-4V (taille de grains  $\alpha=3 \mu\text{m}$ ) sollicité en conditions superplastiques (770 °C  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ), non seulement une diminution de l'intensité de texture mais surtout une réorientation du plan basal selon la direction de laminage [Sem+10]. Ils détaillent ici un mécanisme de glissement aux joints de grains accommodé par glissement de dislocations. En effet, une forte mobilité des dislocations entraîne une réorientation des pôles [Lin+13].
3. Une modification de la distribution spatiale des grains  $\alpha$  dans le cas d'une morphologie nodulaire.

Dans le cas de la phase  $\beta$ , les changements microstructuraux principalement observés en raison du glissement aux joints de grains  $\alpha$  sont :

1. Une diminution de l'intensité de texture de la phase  $\beta$  [Bow+91]. Toutefois, peu d'informations sont disponibles sur ce point dans la littérature.
2. Une augmentation de la fraction de phase  $\beta$  au cours de la déformation super-plastique [Mat+13b][Zha+14]. Matsumoto et al. ont observé ce phénomène pour une microstructure ultra-fine ( $0,4 \mu\text{m}$ ) à  $650^\circ\text{C}$  et  $700^\circ\text{C}$   $10^{-2} \text{s}^{-1}$  [Mat+13b]. Zhang et al. l'ont également observé pour une microstructure nodulaire de  $2,5 \mu\text{m}$  à  $700^\circ\text{C}$  et  $800^\circ\text{C}$   $10^{-3} \text{s}^{-1}$  [Zha+14].
3. La formation de cavités. Des cavités peuvent être présentes aux interfaces  $\alpha/\alpha$  pour de basses températures car la fraction de phase  $\beta$  est alors insuffisante pour accommoder la déformation [Ala+16] et aux interfaces  $\alpha/\beta$  à haute température [Ank+86][Ala+16].

## I.4 Synthèse

Les mécanismes de déformation plastique à haute température sont abondamment décrits dans la littérature pour de nombreux matériaux métalliques et, en particulier, pour l'alliage Ti-6Al-4V. Cependant, certains points restent encore à approfondir car au travers de cet état de l'art, nous avons constaté qu'il existe quasiment autant de mécanismes proposés que de conditions de sollicitation (température, niveau de déformation et vitesse de déformation) et de microstructures initiales.

Nous avons également recensé des manques dans la littérature concernant la compréhension des micro-mécanismes de déformation, plus particulièrement, lorsqu'il s'agit de la phase  $\beta$ . En effet, peu d'informations sont disponibles concernant l'évolution de la morphologie et de la taille des grains  $\beta$  et, surtout, concernant l'évolution de leur orientation cristallographique au cours de la déformation. Nous avons également noté des désaccords sur la résistance des interfaces ( $\alpha/\alpha$ ,  $\beta/\beta$ ,  $\beta/\beta$ ) au glissement aux joints de grains ainsi que sur l'origine du durcissement pour certaines conditions de sollicitation thermomécanique. De plus, les hypothèses s'appuient principalement sur l'analyse des comportements mécaniques macroscopiques et/ou d'observations post-mortem de la microstructure et de la texture. De fait, l'exploitation de ces analyses est rendue difficile en raison des changements de phases au refroidissement, qui plus est lorsqu'il s'agit de la phase  $\beta$ .

L'une des voies exploitées par plusieurs auteurs est de suivre in-situ les évolutions microstructurales au microscope électronique à balayage instrumenté d'une platine en température et/ou en force [Ala+16][Boe+06][Wal+12]. D'autres travaux s'appuient sur des suivis in-situ par diffraction des neutrons [Woo+15] ou encore par diffraction de rayons X synchrotron [Can+16]. À l'issue de cet état de l'art, nous avons fait le choix d'aborder la compréhension des micro-mécanismes de déformation par une approche in-situ et multi échelle tout en tenant compte de l'influence de la microstructure initiale.



---

# Matériau d'étude et méthodes de caractérisation

---

II.1	Matériau d'étude . . . . .	40
II.2	Comportement sous sollicitation thermique et thermomécanique . . . . .	40
II.2.1	Traitements thermiques . . . . .	41
II.2.2	Essais de traction interrompus en température . . . . .	41
II.2.3	Traitements thermiques et essais de traction en température sous rayonnement synchrotron haute énergie . . . . .	44
II.3	Observation microstructurale . . . . .	52
II.4	Identification de sous-structures et de la texture cristallographique des phases . . . . .	54
II.4.1	Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) . . . . .	54
II.4.2	Analyse de la texture par diffraction de rayons X conventionnelle . . . . .	58
II.4.3	Diffraction de rayons X synchrotron haute énergie . . . . .	59

L'objet de ces travaux de thèse est la compréhension des mécanismes de déformation de l'alliage de titane Ti-6Al-4V à haute température. Pour y parvenir, l'alliage a été traité thermiquement et/ou sollicité en traction à haute température puis étudié après refroidissement en sélectionnant des techniques d'observation métallographique et cristallographique complémentaires. De plus, des traitements thermiques ainsi que des essais de traction in-situ à haute température combinés à la diffraction de rayons X haute énergie (synchrotron) ont également été réalisés. Ce chapitre présente ainsi les techniques et outils de caractérisation, de même que la démarche utilisée pour l'exploitation des données.

## II.1 Matériau d'étude

Le matériau étudié est un alliage de titane Ti-6Al-4V élaboré par VSMPO-AVISMA (Verkhnyaya Salda Metallurgical Production Association) et fourni par Airbus sous forme de tôles de 3 mm d'épaisseur (taux de réduction non communiqué). La composition chimique nominale de cet alliage est donnée dans le tableau II.1.

**Table II.1** – Composition chimique nominale de l'alliage de titane Ti-6Al-4V.

Éléments d'alliage	Al	V	O	Fe	C	N
Teneur massique (%)	6,26	3,92	0,33	0,24	0,01	0,01

La microstructure correspondant à ces tôles est dite à grains fins (FG, de l'anglais Fine-Grained) avec une taille moyenne de grains  $\alpha$  de 2  $\mu\text{m}$ . La microstructure à grains ultra-fins (UFG) avec une taille de grains moyenne de 0,4  $\mu\text{m}$  a été obtenue en réalisant un traitement thermomécanique sur la microstructure FG à l'Université de Kagawa au Japon (laboratoire partenaire de cette étude). La caractérisation complète de la microstructure et de la texture de ces deux états initiaux feront l'objet d'une partie dans le troisième chapitre.

## II.2 Comportement sous sollicitation thermique et thermomécanique

Le comportement du matériau face à des sollicitations thermiques et mécaniques, selon la microstructure initiale considérée, a été étudié, en s'appuyant sur quatre types d'essais différents :

- des traitements thermiques, afin de suivre l'évolution de la microstructure avec la température et le temps de maintien isotherme,
- des essais de traction en température et sous argon, interrompus à différents taux de déformation, afin de caractériser l'évolution de la microstructure au cours de l'essai de traction et d'apporter des éléments sur la reproductibilité des essais,
- des essais de traction sous vide secondaire, couplés à la diffraction de rayons X synchrotron haute énergie (DRX-HE), afin de suivre les changements de phases et leur évolution cristallographique.

## II.2.1 Traitements thermiques

Différents traitements thermiques ont été réalisés afin de quantifier l'évolution des fractions de phase ainsi que la taille caractéristique des grains  $\alpha$  au cours du maintien isotherme en température pour les deux microstructures initiales.

Deux dispositifs de chauffage ont été utilisés : un inducteur sous vide secondaire placé dans un dilatomètre DIL 805 de la marque TA Instrument (plateforme PETRA III, à Hambourg) et un four résistif sous air de la marque Carbolite GERO RWF1200 (ICA, site d'Albi).

Dans le dilatomètre, les échantillons ont été chauffés avec une vitesse de  $60\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$  et maintenus pendant 17,5 min à différentes températures :

- $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $870\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $920\text{ }^{\circ}\text{C}$  pour la microstructure FG,
- $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$  pour la microstructure UFG.

Ce temps de maintien a été choisi afin de servir de point de comparaison pour les essais de traction réalisés à la plateforme PETRA III à Hambourg pour une vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  pour lesquels l'échantillon est resté 17,5 min à haute température. Les échantillons ont ensuite été trempés par projection de gaz inerte (hélium) jusqu'à température ambiante afin de figer la microstructure à haute température. La température de l'échantillon a été suivie avec un thermocouple de type S soudé par point à la surface de l'échantillon.

Dans le four résistif sous air, les échantillons ont été chauffés avec une vitesse de  $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$  et maintenus pendant 2h aux mêmes températures que celles données ci-dessus. Les échantillons ont ensuite été trempés à l'eau jusqu'à la température ambiante. La température de l'échantillon a été suivie avec un thermocouple de type K soudé par point à la surface de l'échantillon. Nous avons volontairement maintenu les échantillons pendant 2 heures afin de se rapprocher de l'équilibre thermodynamique.

À l'issue de chaque maintien isotherme, les taux de phase ainsi que les tailles caractéristiques des grains  $\alpha$  ont été quantifiés. Notons que les observations microstructurales ont été réalisées systématiquement sur des zones prélevées au cœur de l'échantillon afin d'éviter la couche  $\alpha$ -case en surface.

## II.2.2 Essais de traction interrompus en température

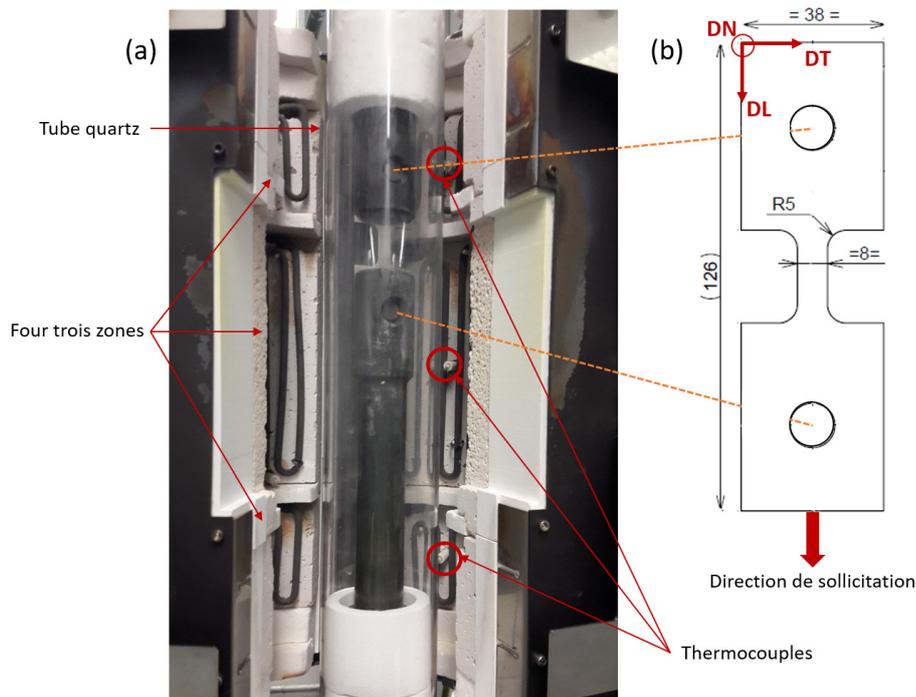
Le comportement en traction des deux microstructures (FG et UFG) a été étudié en utilisant des conditions de sollicitation et des montages expérimentaux différents. En effet, alors que les essais sur la microstructure FG ont été réalisés sur un équipement de l'ICA-A, la microstructure UFG a nécessité un montage expérimental spécifique en raison de la faible épaisseur des éprouvettes. Ce montage est disponible à l'université de Kagawa au Japon.

Ces essais de traction ont, dans tous les cas, été interrompus à différents taux de déformation afin de suivre, après refroidissement, l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique au cours de la déformation plastique. Pour cela, à chaque essai, une nouvelle éprouvette de traction est utilisée. Dans cette section, nous présentons successivement les conditions de sollicitation et les montages expérimentaux utilisés pour les microstructures FG et UFG.

### II.2.2.1 Microstructure à grains fins (FG)

Les essais de traction ont été réalisés à deux températures ( $750\text{ °C}$  et  $920\text{ °C}$ ) et deux vitesses de déformation ( $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ) sous un flux d'argon sur un équipement disponible à l'ICA-A (Fig.II.1). Ces conditions permettent de couvrir une large gamme de températures et de vitesses de déformation.

Pour chaque condition, nous avons interrompu la déformation plastique à des taux différents : proches de 70% pour les fortes vitesses de déformation et, à la fois, proches de 70% et de 250% pour les faibles vitesses de déformation. Une éprouvette supplémentaire a été déformée jusqu'à la rupture.



**Figure II.1** – Photographie montrant l'éprouvette installée sur la ligne d'amarrage à l'intérieur du four à lampe trois zones (a). Dimensions des éprouvettes dans le cas de la microstructure FG (3 mm d'épaisseur de tôle) (b).

La machine de traction utilisée est une machine électrohydraulique de marque MTS, d'une capacité de 50 kN, avec montée et blocage hydraulique de la traverse. Une cellule de force de 15 kN a été utilisée. Le pilotage de la déformation se fait avec un asservissement en déplacement du vérin et maintien de la vitesse de déformation constante. Ainsi, on considère le déplacement non linéaire afin de maintenir une vitesse de déformation constante.

Un four AET dit à "trois zones" a été utilisé et a permis l'insertion d'un tube en quartz autour de l'éprouvette afin de limiter la contamination par l'oxygène avec un flux d'argon continu (Fig.II.1a). La vitesse de chauffage et le temps de maintien appliqués avant déformation sont respectivement de  $10\text{ °C min}^{-1}$  et 15 min. Les dimensions des éprouvettes sont données sur la figure II.1b. La direction de sollicitation correspond à la direction de laminage de l'éprouvette. Ce dispositif ne permet pas de mesurer la déformation du fût de l'éprouvette avec un extensomètre. De fait, nous avons enregistré le déplacement du vérin pour calculer la déformation de l'éprouvette.

Nous considérons que la déformation est principalement localisée dans la zone utile de l'éprouvette.

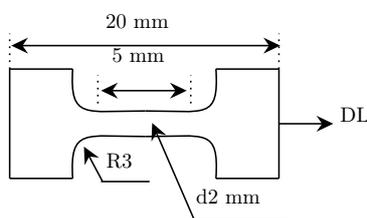
### II.2.2.2 Microstructure à grains ultra-fins (UFG)

Comme souligné précédemment, les essais de traction sur la microstructure UFG ont été réalisés à l'université de Kagawa au Japon. Les conditions choisies sont des températures de 650 °C et 750 °C et des vitesses de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Les températures sélectionnées sont plus basses comparativement à celles de la microstructure FG car la littérature montre qu'une diminution de la taille des grains  $\alpha$  conduit à un comportement superplastique à plus basse température [Ser+00][Mat+16]. Pour chaque condition de sollicitation, nous avons interrompu la déformation plastique à des taux différents : proches de 50% pour les fortes vitesses de déformation et, à la fois, proches de 50% et de 200% pour les faibles vitesses de déformation. Une éprouvette supplémentaire a été déformée jusqu'à la rupture.

La machine de traction utilisée est une Shimadzu Autograph AG-X Plus, d'une capacité de 50 kN. Le pilotage de la déformation se fait avec un asservissement en déplacement traverse avec l'application d'un déplacement linéaire (en fonction du temps). Notons ici que, contrairement aux essais réalisés à l'ICA-A, on considère cette fois un déplacement de la traverse constant (en fonction du temps). Ainsi, il en résulte une diminution de la vitesse de déformation visée au cours de l'essai, en particulier, pour de forts allongements de l'éprouvette. Notons également que les essais ont été réalisés sous air dans un four résistif à trois zones.

Afin de limiter l'oxydation des éprouvettes à haute température, un revêtement de protection, type nitrure de bore a été utilisé. La montée en température a été réalisée avec une vitesse de  $60 \text{ °C min}^{-1}$ . Elle est suivie d'un temps de maintien isotherme de 15 min avant le début de la déformation.

La déformation a été mesurée par le déplacement de la traverse. Comme pour la microstructure FG, le montage utilisé n'a pas permis l'installation d'un extensomètre et le module d'élasticité n'a donc pas pu être mesuré. Les dimensions des éprouvettes sont données sur la figure II.2. Comme pour la microstructure FG, les éprouvettes sont sollicitées selon leur direction de laminage.



**Figure II.2** – Plan des éprouvettes utilisées pour les essais de traction interrompus pour la microstructure UFG (1 mm d'épaisseur de tôle).

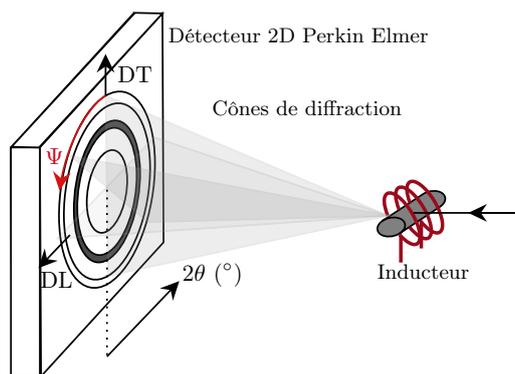
## II.2.3 Traitements thermiques et essais de traction en température sous rayonnement synchrotron haute énergie

La campagne synchrotron a été réalisée au synchrotron DESY (Deutsches Elektronen Synchrotron facility) à Hambourg sur la ligne P07-EH3 de PETRA III.

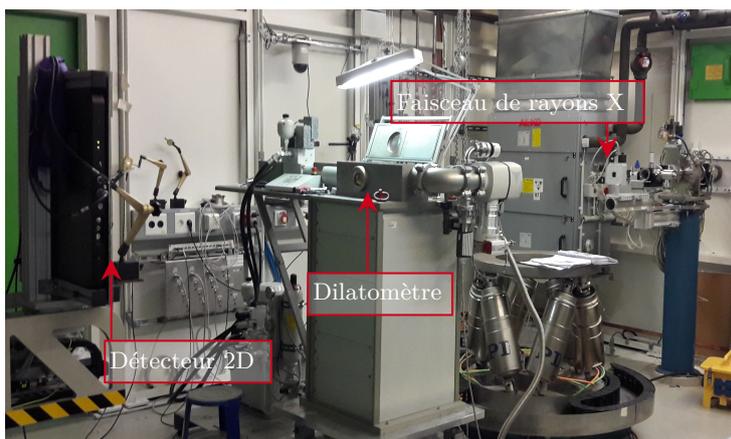
L'énergie du rayonnement utilisée étant élevée (de quelques milliers à dizaines de milliers d'eV), elle permet l'analyse en transmission, ce qui augmente considérablement le volume de matière sondé (quelques mm<sup>3</sup>). De plus, la brillance élevée (de l'ordre de 10<sup>12</sup> photons/s) permet de réduire si nécessaire le temps d'acquisition d'un diffractogramme (quelques secondes). Ces temps d'acquisition courts permettent ainsi un suivi en temps réel des changements de la microstructure au cours de traitements thermiques et d'essais de traction en température.

### II.2.3.1 Le dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure II.3.



(a)

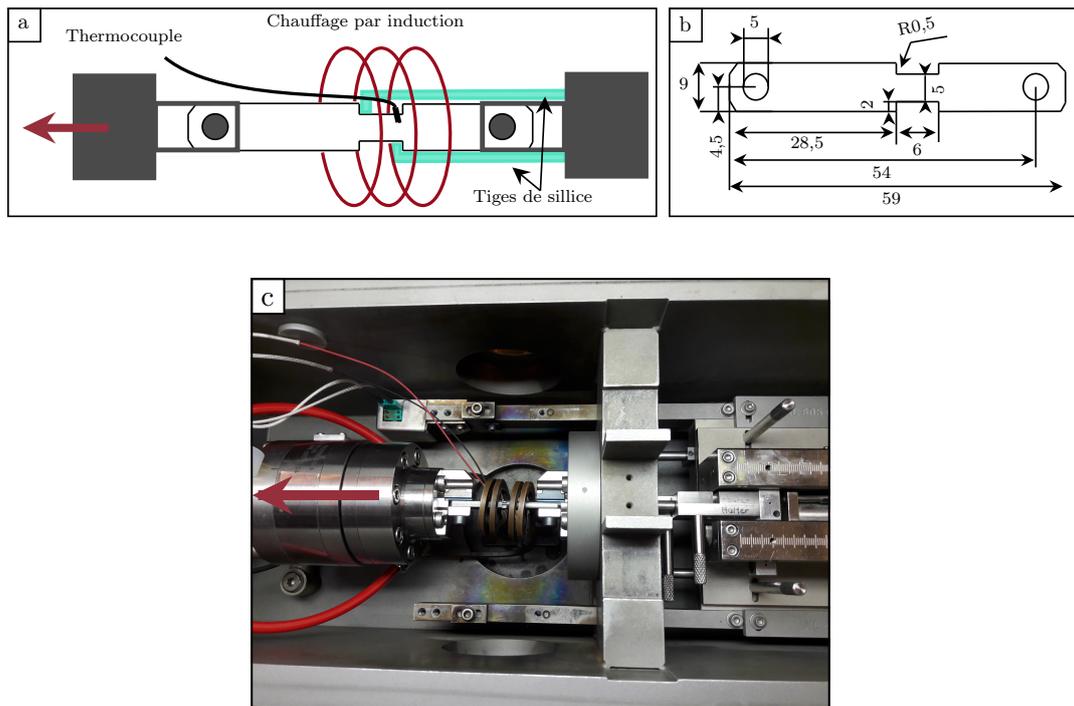


(b)

**Figure II.3** – Représentation schématique du montage utilisé sur la ligne P07-EH3 de PETRA III (a). Hall d'essai utilisé pour l'analyse par diffraction de rayons X synchrotron (b).

Le faisceau incident monochromatique de rayons X et de longueur d'onde  $0,124 \text{ \AA}$  ( $100 \text{ keV}$ ) traverse l'échantillon. La taille de faisceau est réduite par un système de fentes afin d'obtenir une section analysée de  $0,5 \times 0,5 \text{ mm}^2$ . Un détecteur bidimensionnel (Perkin-Elmer XRD 1621) collecte les faisceaux diffractés. Dans le cas de matériaux polycristallins, ceux-ci forment des anneaux, dits de Debye-Scherrer. Chaque anneau est associé à la diffraction d'une famille de plans cristallographiques et chaque tâche d'intensité diffractée de l'anneau correspond à un ensemble de grains de même orientation. Les anneaux deviennent de plus en plus continus et uniformes en intensité lorsque le nombre de grains diffractant augmente et que la texture cristallographique est peu présente.

Les essais de traction en température ont été réalisés dans un simulateur thermomécanique (DIL 805 de la marque TA instrument). Les figures II.4a, b et c présentent, respectivement, un schéma du montage, les dimensions des éprouvettes et une vue du dessus de l'intérieur du simulateur thermomécanique. Le chauffage est assuré par induction et les buses de refroidissement au gaz, positionnées sur l'inducteur, permettent d'imposer des vitesses de refroidissement rapides. L'ensemble des expériences a été réalisé sous vide secondaire afin de limiter la contamination par l'oxygène.



**Figure II.4** – Schéma du montage des éprouvettes dans le simulateur thermomécanique (a) et dimensions des éprouvettes de traction (en mm) utilisées (b). Vue de dessus de l'intérieur du simulateur thermomécanique (c).

La température à la surface de l'échantillon est mesurée en continue grâce à un thermocouple de type S soudé proche de la zone sondée par diffraction de rayons X de haute énergie (Fig.II.4b).

D'un point de vue de la déformation, l'essai est piloté par un asservissement en déplacement du vérin avec maintien de la vitesse de déformation totale constante.

La déformation est mesurée avec un extensomètre équipé de deux prolongateurs en silice permettant le suivi de la déformation (visibles en vert sur la figure II.4a). La tige du bas définit la position du mors de droite et celle du haut suit l'évolution de la position du mors de gauche. La distance entre les deux tiges correspond à la zone utile de l'éprouvette présentée sur la figure II.4a. Le déplacement maximal est de 9 mm en raison de l'encombrement dans le dilatomètre.

### II.2.3.2 Conditions de sollicitation et acquisition des données

La vitesse de montée en température et le temps de maintien avant déformation sont, respectivement, de  $60\text{ °C min}^{-1}$  et de 10 min. Lors de ces deux étapes, nous avons enregistré une image 2D contenant les anneaux de Debye-Scherrer toutes les 5 s. À l'issue de l'essai, une trempe à l'hélium est appliquée.

Les essais réalisés sont les suivants :

1. des maintiens isothermes à différentes températures ( $750\text{ °C}$ ,  $870\text{ °C}$  et  $920\text{ °C}$  pour la microstructure FG et  $650\text{ °C}$  et  $750\text{ °C}$  pour la microstructure UFG). Un temps de maintien isotherme de 17,5 min a été appliqué afin de correspondre à la durée de l'essai de traction le plus long (10 min de maintien isotherme et 7,5 min de sollicitation en traction pour une vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ ). Lors de ces maintiens isothermes, le temps d'acquisition a été de 2,4 s.
2. des essais de traction en température. Pour la microstructure FG, deux vitesses de déformation ont été appliquées ( $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  et  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ ) à deux températures différentes ( $750\text{ °C}$  et  $920\text{ °C}$ ).

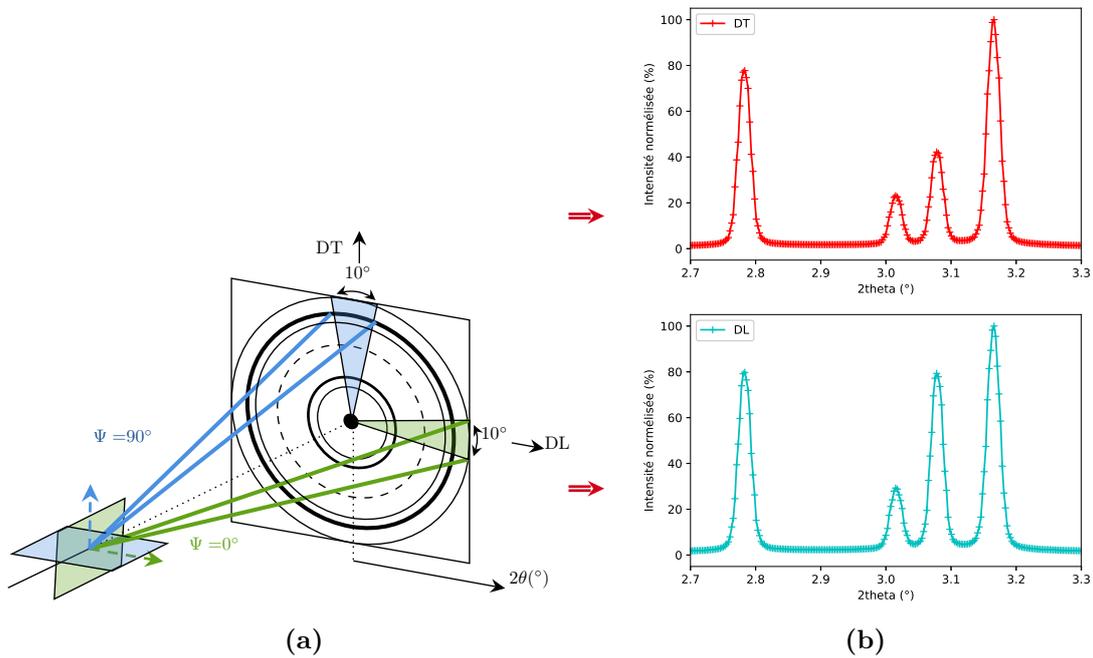
La vitesse de déformation la plus lente, de  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ , a été imposée par l'équipement utilisé. Pour la microstructure UFG, les conditions appliquées sont identiques à celles de la microstructure FG à  $750\text{ °C}$ . Une condition à plus basse température a également été appliquée ( $650\text{ °C}$  pour une vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ ). Lors de ces essais de traction en température, le temps d'acquisition a été de 2,4 s pour la vitesse lente et de 1 s pour la vitesse rapide.

### II.2.3.3 Exploitation des diffractogrammes $I = f(2\theta)$

Le logiciel Fit2D a été utilisé pour traiter le signal d'intensité diffractée issu des anneaux de Debye-Scherrer. Les paramètres suivants ont été optimisés : le nombre de points d'intégration, la longueur d'intégration radiale, mais aussi l'angle d'intégration sur l'azimutal, qui nous permet d'intégrer partiellement ou totalement les anneaux de Debye Scherrer. Avant intégration partielle ou complète, il est nécessaire de calibrer le domaine angulaire de diffraction. Nous avons ainsi choisi comme référence la poudre d'hexaborure de lanthane (LaB6) dont le paramètre de maille est connu ( $a=4,157\text{ Å}$ ).

L'intégration complète consiste à intégrer circulairement les intensités sur l'entièreté de l'azimutal. Nous obtenons un diffractogramme  $I = f(2\theta)$  qui ne tient pas compte de l'orientation des grains. L'intégration complète a donc été préférée dans le cas des traitements thermiques qui ne nécessitent pas la prise en compte d'une direction particulière de l'échantillon.

Dans le cas de l'intégration partielle, l'intervalle angulaire d'intégration est réduit. Cet intervalle est défini par l'utilisateur ainsi que sa position sur l'azimut. Lorsque l'on considère l'intervalle selon DL, on s'intéresse aux plans perpendiculaires à la direction de traction alors que selon la direction DT, nous considérons les plans parallèles à la sollicitation (Fig.II.5a). De fait, nous avons préféré cette méthode lorsque l'alliage est sollicité mécaniquement en température. Deux positions sur l'azimut ont été sélectionnées : la première contenue dans la direction de sollicitation (DL) et la seconde perpendiculaire à celle-ci (DT) (Fig.II.5). L'intervalle angulaire d'intégration retenue est fonction de la qualité de la forme des pics de diffraction. Ainsi, un intervalle de  $10^\circ$  d'intégration a été défini car cet intervalle permet d'obtenir une forme des pics de type Pseudo-Voigt (combinaison d'une Gaussienne et d'une Lorentzienne), caractéristique des pics de diffraction (Fig.II.5).



**Figure II.5** – Schéma représentant les zones d'intégration de l'intensité diffractée selon la direction de sollicitation DL et la direction transverse DT (b) pour un échantillon déformé.

Les diffractogrammes ont ensuite été exploités afin d'extraire des grandeurs associées à chaque phase en présence. L'exploitation n'a pas pu être faite par affinement Rietveld en raison de la texture marquée des échantillons. De fait, nous avons écrit un script python permettant de traiter individuellement les pics de diffraction (méthode "pic à pic") [Gra18]. Dans ce script, les pics de diffraction sont ajustés en considérant la fonction Pseudo-Voigt [Had+09]. Le bruit de fond est ajusté par un polynôme d'ordre 3, par la méthode des moindres carrés.

$$\text{Pseudo-Voigt : } PV(x) = \eta \times L(x) + (1 - \eta) \times G(x) \quad (\text{II.1})$$

Avec :

$$\text{Lorentzienne : } L(x) = \frac{A}{\pi} \times \frac{\sigma}{(x - x_0)^2 + \sigma^2} \quad (\text{II.2})$$

$$\text{Gaussienne : } G(x) = \frac{A}{\sigma_G \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2} \left( \frac{x - x_0}{\sigma_G} \right)^2} \quad (\text{II.3})$$

$$\text{Bruit de fond : } B(x) = d \times (x)^3 + e \times (x)^2 + h \times (x) + g \quad (\text{II.4})$$

En sommant les fonctions Gaussienne et Lorentzienne pondérées ainsi que le polynôme d'ordre 3 traduisant le bruit de fond (Eq.II.4), nous obtenons l'équation suivante :

$$f(x) = \frac{\eta A}{\pi} \times \frac{\sigma}{(x - x_0)^2 + \sigma^2} + \frac{(1 - \eta) A}{\sigma_G \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2} \left( \frac{x - x_0}{\sigma_G} \right)^2} + d \times x^3 + e \times x^2 + h \times x + g \quad (\text{II.5})$$

Dans ces équations,  $x$  représente la position angulaire  $2\theta$ ,  $x_0$  la position angulaire initiale,  $\sigma$  la demi largeur à mi-hauteur,  $\sigma_G$  la demi largeur à mi-hauteur de la fonction gaussienne égale à  $\sigma/\sqrt{2 \ln 2}$ ,  $\eta$  le facteur de proportionnalité (facteur de Lorentz) et  $A$  la hauteur maximale du pic concerné (intensité diffractée maximale) [New+21].

Les variables de la fonction  $f(x)$  ( $\eta$ ,  $A$ ,  $x_0$  et  $\sigma$ ) sont calculées par une méthode des moindres carrés (curve fit de la librairie scipy). Les variables que nous exploitons dans ce travail sont la position angulaire du pic de diffraction ( $2\theta$ ), sa largeur à mi-hauteur et son amplitude d'intégration.

### 1. Position angulaire : déformation élastique macroscopique

En suivant l'évolution de la position angulaire des pics de diffraction au cours des essais de traction en température, nous accédons aux variations des déformations élastiques macroscopiques (ou du premier ordre), moyennées sur le volume analysé de la phase ( $\varepsilon_{hkl}$ ) [Pin+13]. Ces variations sont spécifiques à l'orientation des cristaux de chaque phase et correspondent à une déformation homogène sur plusieurs grains. Ainsi, le déplacement des pics de diffraction dû à la modification de la distance interréticulaire dans la maille est le résultat des ces déformations (loi de Bragg). De plus, l'origine de ces variations peut être associée au changement de composition chimique des phases, à la contrainte appliquée lorsque la température de l'échantillon est constante et à la dilatation thermique lors du chauffage [Han+05][Jia+09][Pin+13][Mu+13][Woo+15][Zhu+18]. De plus, à partir d'une intégration partielle, il est possible de calculer les déformations élastiques longitudinales et transverses [Can+16].

Cette déformation élastique des plans (hkl) est calculée par le rapport suivant :

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{hkl}^0}{d_{hkl}^0} \quad (\text{II.6})$$

Avec  $d_{hkl}^0$  la distance interréticulaire prise à température ambiante, dans le cas d'une acquisition au chauffage, ou prise après 10 min de maintien en température, dans le cas de l'étude d'une sollicitation mécanique.

## 2. Largeur à mi-hauteur

La largeur à mi-hauteur des pics de diffraction (FWHM-Full Width at Half Maximum) est égale à deux fois la demi-largeur à mi-hauteur ( $\sigma$ ) définie lors de l'affinement avec la fonction Pseudo-Voigt [New+21] :

$$FWHM = 2 \times \sigma \quad (\text{II.7})$$

L'interprétation de l'évolution de la largeur à mi-hauteur reste délicate car elle est le résultat de plusieurs contributions :

- l'élargissement lié à des distorsions intragranulaires locales ayant pour origine des hétéroénéités de déformation élastique d'origine chimique et/ou mécanique (présence de défauts locaux). Lors de la plastification du matériau (sollicitation mécanique), les distorsions du réseau sont associées à une contribution importante de la densité de dislocations [Ji+90][Ung04][Bin+14][Pin+13][Mui+20][Mor+08].
- l'élargissement en lien avec une diminution de la taille des domaines cohérents de diffraction (ou cristallites). Ce paramètre a une influence sur la largeur à mi-hauteur uniquement lorsque la taille des cristallites est inférieure à 0,1  $\mu\text{m}$  [Mar08][Par83]. Dans ce cas-là, il se produit un relâchement des conditions de Bragg qui va alors élargir le domaine angulaire de diffraction [Mar08].
- l'élargissement instrumental : les variations ne sont significatives que dès lors où elles sont supérieures à la largeur à mi-hauteur instrumentale [Gra11]. Nous avons alors calculé cette valeur à partir d'une poudre (grains aléatoirement orientés) de LaB6 avec une taille de grains de 10  $\mu\text{m}$ . La valeur calculée est de 0,024°.

## 3. Intensité diffractée intégrée selon $2\theta$

L'intensité diffractée intégrée est obtenue par calcul de l'aire sous les pics de diffraction afin d'estimer l'évolution de la fraction volumique des phases. Il ne s'agit ici que d'une estimation car le matériau est initialement texturé. En effet, dans ce cas là, les intensités diffractées intégrées ne peuvent pas être utilisées pour la quantification de la fraction volumique des phases car elles dépendent de l'orientation cristallographique des grains. Ainsi, une estimation de la fraction volumique des phases au cours du chauffage est uniquement possible dans le cas où l'orientation des grains ne varie pas.

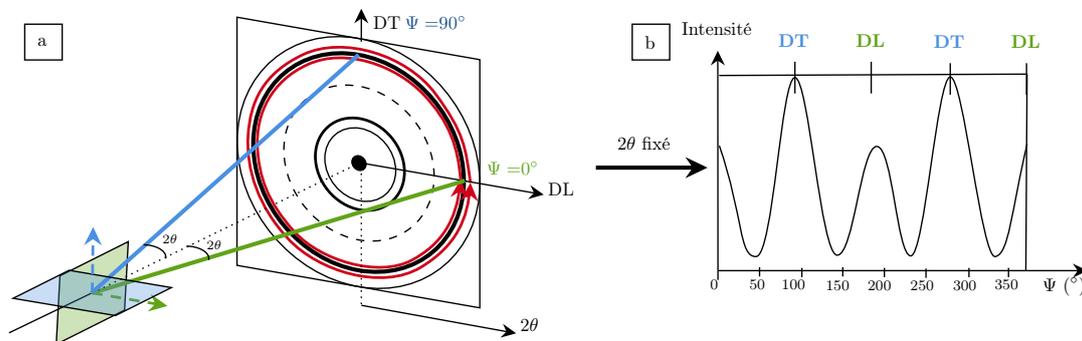
Pour calculer l'intensité diffractée intégrée, nous avons utilisé la fonction "quad" de la librairie `scipy.integrate` à partir des diffractogrammes  $I = f(2\theta)$ . Nous avons choisi de mesurer une valeur moyennée de l'intensité diffractée intégrée de la phase  $\alpha$  à partir de quatre familles de plans ( $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{10\bar{1}2\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$ ).

Connaissant, à la fois l'intensité diffractée intégrée à l'état initial ( $I_{hkl}^{\alpha,0}$ ), l'intensité diffractée intégrée en fonction de la température ( $I_{hkl}^{\alpha,T}$ ) ainsi que la fraction volumique à l'état initial ( $F_{\alpha}^0$ ) obtenue par analyse d'images, la fraction volumique pour chaque température a été estimée par extrapolation linéaire (simple "produit en croix"). Le même calcul est réalisé pour la phase  $\beta$  avec la famille de plans  $\{200\}$ . Un facteur de correction est appliqué pour normer les fractions de phases.

### II.2.3.4 Exploitation des diffractogrammes $I = f(\Psi)$

Le logiciel Fit2D est de nouveau utilisé afin d'intégrer circulairement les intensités sur l'entière de l'azimutal ( $\Psi$ ) des anneaux de Debye-Scherrer pour un domaine radial fixé ( $2\theta$ ), c'est-à-dire une certaine famille de plans. Ce type d'intégration permet de mettre en exergue qualitativement les changements d'orientation cristallographique des grains pour une famille de plans donnée. Les diagrammes issus de cette intégration ( $I = f(\psi)$ ) sont à bien différencier de ceux obtenus en fonction de l'angle  $2\theta$  ( $I = f(2\theta)$ ), précédemment décrits.

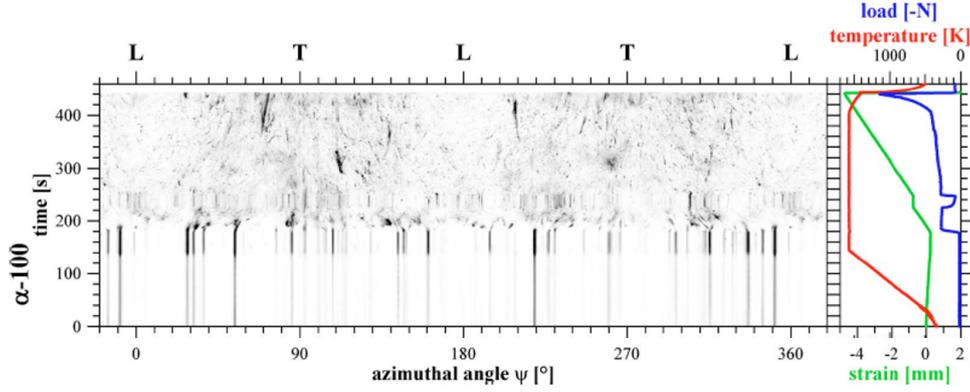
Sur la figure II.6 est donné un exemple d'intégration de  $0^{\circ}$  à  $360^{\circ}$  et le diffractogramme résultant  $I = f(\psi)$ . Lorsque l'on considère les position  $\psi = 0^{\circ}$  et  $\psi = 180^{\circ}$ , on s'intéresse aux familles de plans perpendiculaires à la direction de laminage (ou de sollicitation DL), c'est-à-dire les familles de plans ayant leur normale parallèle à cette direction. En ce qui concerne les positions  $\psi = 90^{\circ}$  et  $\psi = 270^{\circ}$ , on s'intéresse aux familles de plans perpendiculaires à la direction transverse (DT), c'est-à-dire les familles de plans ayant leur normale parallèle à DT.



**Figure II.6** – Intégration complète de l'intensité diffractée, à partir des anneaux de Debye-Scherrer, pour un angle  $2\theta$  fixé (a). Diagramme de diffraction résultant de cette intégration ( $I=f(\psi)$ ) (b).

Dans cette étude, nous avons choisi de représenter ces données sous forme de diagramme par code couleur, comme représenté sur la figure II.7. Les axes X et Y représentent, respectivement, l'angle azimutal et la sollicitation appliquée (thermique ou mécanique) et les nuances de gris représentent l'intensité diffractée.

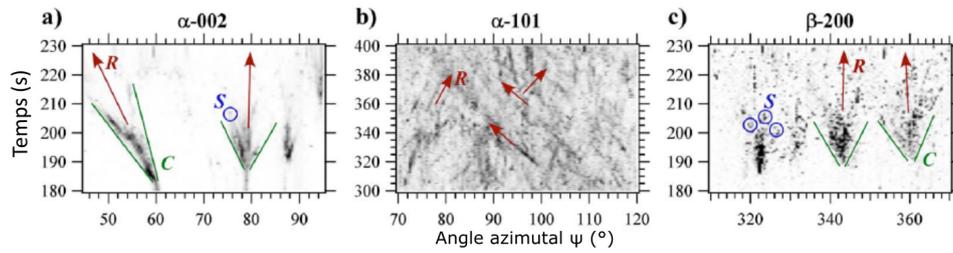
L'intérêt est de suivre, au cours du chauffage ou d'une déformation, les modifications de l'orientation cristallographique de chaque famille de plans. Un exemple est donné sur la figure II.7.



**Figure II.7** – Diagramme 2D représentant l'évolution de l'intensité diffractée intégrée en fonction de l'angle azimutal au cours du chauffage et d'une sollicitation mécanique représentée en fonction du temps [Lis+09].

À partir de ce type de diagramme, différentes fluctuations peuvent être décrites (Fig.II.8) [Lis+09] :

- le nombre de tache de diffraction dépend de la taille des grains ainsi que des désorientations au sein des grains. Plus la taille des grains sera petite plus le nombre de tache sera important.
- un élargissement, noté C sur les figures II.8a et b, combiné à un léger déplacement des raies d'intensité diffractée ainsi qu'une diminution de l'intensité sont liées à une augmentation des désorientations intragranulaires (dislocations ou sous-joints de grains). Ces distorsions modifient légèrement l'orientation préférentielle autour de la position concernée [Yan+09]. L'élargissement peut atteindre 15-20° [War+19].
- les marques S (exemples sur la figure II.8a et c) sont généralement la signature d'un mécanisme de restauration dynamique avec l'annihilation et le réarrangement de dislocations en sous-joints de grains avec des orientations assez proches du grain parent. Ainsi, des taches de diffraction sont formées dans le cône C avec un décalage de 1 à 2° par rapport au grain parent [War+19].
- un déplacement de certaines raies selon l'angle azimutal, noté par R sur la figure II.8, est expliqué par la rotation des grains avec différents angles de rotation, selon Margulies et al. [Mar+01]. Ce type de comportement est principalement observé lorsqu'une sollicitation mécanique est appliquée.



**Figure II.8** – Exemples de diffractogrammes présentant les variations de l'intensité diffractée selon l'angle azimutal ( $\Psi$ ) au cours du temps pour différentes familles de plans d'un alliage de titane (a,b,c). Avec R la rotation des grains, C la formation de sous-joints de grains, S marque l'annihilation/restauration dynamique des sous-joints de grains [Lis+10].

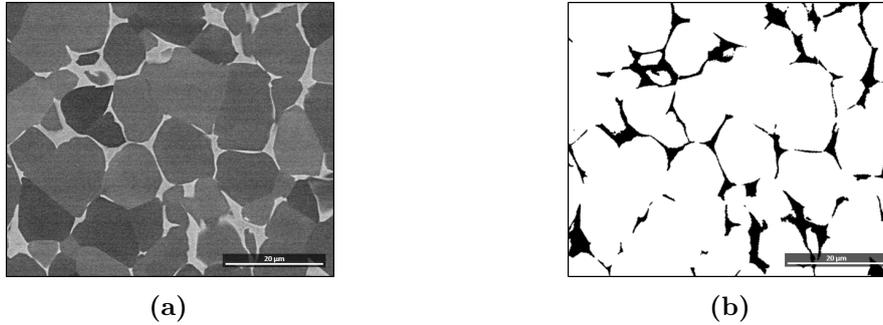
## II.3 Observation microstructurale

Les microstructures résultantes des traitements thermiques et des essais mécaniques en température ont été observées par Microscopie Électronique à Balayage (MEB). Une grande majorité des images MEB ainsi obtenues ont ensuite été traitées par analyse d'images afin de déterminer les paramètres microstructuraux quantitatifs, que sont les fractions surfaciques des phases et la taille moyenne des grains  $\alpha$ . Afin de ne pas introduire de biais expérimentaux dans le traitement des images, les échantillons ont été observés sans attaque chimique. Ainsi, la taille originelle des phases n'est pas altérée. Les échantillons ont été polis aux papiers SiC jusqu'à un grade 1200 et sur draps avec des suspensions diamantées de  $9\ \mu\text{m}$  puis de  $1\ \mu\text{m}$ . Le polissage de finition est réalisé sur un feutre avec un mélange de silice colloïdale diluée avec 20 à 60% d'eau oxygénée  $H_2O_2$  selon la difficulté d'observation de la microstructure. L'intérêt de l'eau oxygénée est de créer une légère topographie de surface qui révèle les deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

Les observations MEB ont été réalisées sur un Nova Nanosem 450 FEI en mode électrons rétrodiffusés (BSE-Backscattered Mode) et sous une tension d'accélération de 15 kV. Pour les microstructures les plus fines, une tension d'accélération de 5 kV a été préférée. Dans ces conditions d'observation, les contrastes observés entre les phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont d'origine chimique car les deux phases ont des chimies suffisamment différentes pour être mises en exergue en mode électrons rétrodiffusés. À partir de ces images prises au MEB, différents algorithmes d'analyse d'images ont été mis en place en utilisant le logiciel Aphelion<sup>TM</sup> (développé par Adcis). La figure II.9a présente un exemple de microstructure traitée par analyse d'images. La phase  $\alpha$  en sombre se différencie de la phase  $\beta$  en clair.

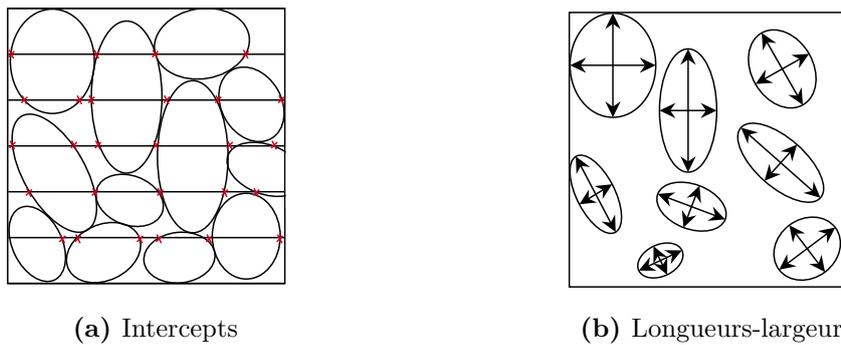
Afin d'extraire la fraction des grains  $\alpha$  nodulaires, la première étape a consisté à binariser les images en réalisant un seuillage manuel pour ne considérer que la phase  $\alpha$ . Nous avons préféré réaliser cette opération manuellement car nous avons constaté des différences de niveau de gris moyen entre chaque image. Ensuite, une opération d'érosion suivie d'une dilatation a été effectuée afin d'éliminer le bruit. Lors de ces deux opérations successives, nous avons choisi un élément structurant de forme octogonale (proche d'une forme circulaire) et de taille variable selon la microstructure.

À l'issue de ces opérations, l'information contenue dans l'image binaire résultante est celle associée aux grains nodulaires  $\alpha$  (Figure II.9b). Nous avons acquis 15 images en se déplaçant aléatoirement sur la surface de l'échantillon afin d'obtenir une bonne statistique de comptage.



**Figure II.9** – Images MEB (a) et seuillage (b) réalisées par analyse d'images avec Aphelion entre les phases  $\alpha$  en blanc et  $\beta$  en noir.

La taille moyenne des grains  $\alpha$  a été mesurée en utilisant la méthode des intercepts, lorsque la fraction de phase  $\alpha$  à quantifier est importante (environ 90%). Dans ce cas, nous considérons que les liserés de phase  $\beta$  décorant les nodules  $\alpha$  impactent peu leur taille. La méthode des intercepts consiste à tracer des lignes sur une image et de compter chaque fois qu'une interface intercepte une ligne, comme illustré sur la figure II.10a. La longueur des lignes étant connue, le rapport entre cette longueur et le nombre de points d'intersection donne la taille de grain moyenne. Lorsque la fraction de phase  $\alpha$  est inférieure à 80%, nous ne pouvons plus négliger la phase  $\beta$ . Dans ce cas, nous avons mesuré manuellement la taille des grains avec le logiciel ImageJ, en définissant les deux longueurs maximales du grain à  $90^\circ$  l'une de l'autre (Fig.II.10b).



**Figure II.10** – Mesure de la taille des grains par la méthode des intercepts (a) et des diagonales (b).

## II.4 Identification de sous-structures et de la texture cristallographique des phases

Différentes techniques de diffraction existent et sont utilisées selon le type d'information recherchée et la source choisie. Parmi celles-ci, nous pouvons citer la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD), de rayons X et de neutrons. Dans le cadre de cette étude, la présence de sous-structures dans la phase  $\alpha$ , à l'état initial et à l'issue des essais de traction en température pour la microstructure FG, a été révélée par la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). De plus, l'orientation cristallographique des phases à l'état initial, a été caractérisée par diffraction de rayons X conventionnelle (laboratoire). Nous avons également eu l'opportunité d'utiliser la diffraction de rayons X synchrotron haute énergie qui donne une information en volume.

### II.4.1 Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)

L'analyse EBSD est une technique locale (quelques dizaines de nanomètres sous la surface de l'échantillon) permettant de caractériser la texture morphologique et cristallographique du matériau. Elle est basée sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés. Son avantage principal est de corréliser l'orientation cristallographique à la microstructure. L'analyse EBSD est réalisée dans un MEB avec un détecteur et une interface d'acquisition spécifiques. L'échantillon est incliné à  $70^\circ$  par rapport à l'incidence normale afin de maximiser la détection des électrons rétrodiffusés [Bau10].

L'équipement utilisé dans le cadre de cette étude est un MEB Philips XL30 à canon à émission de champ (FEG : Field Emission Gun) équipé d'un détecteur EBSD OXFORD-HKL de chez TexSem Laboratories (TSL) utilisé à l'université de Kagawa au Japon. Afin de nous assurer de la qualité d'indexation de nos cartographies, nous avons réalisé des acquisitions avec un indice de qualité à minima égal à 90%.

#### II.4.1.1 Préparation métallographique

La préparation de surface pour l'analyse par EBSD est cruciale afin d'obtenir des clichés de qualité. En effet, l'écroissage de surface occasionné par la préparation de surface doit être limité. Par conséquent, le polissage de finition est effectué avec une polisseuse automatique avec un feutre et un mélange OPS +  $H_2O_2$  pendant 1 h. L'acquisition des cartographies MEB ont été réalisées avec un pas de  $0,3\ \mu\text{m}$  pour les plus basses températures et de  $0,4\ \mu\text{m}$  pour les plus hautes à l'université de Kagawa. Cette différence permet de limiter le temps d'acquisition tout en conservant un pas de mesure suffisamment faible. Dans la suite de cette section, nous allons présenter les paramètres pertinents pour notre étude.

### II.4.1.2 Traitement des données

Une fois les cartographies EBSD acquises, différentes analyses ont été menées, telles que l'évaluation de l'angle de désorientation des joints de grains et l'estimation de la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GNDs) ainsi que la détermination des figures de pôles directes et inverses. Pour cela, les logiciels de traitement des données utilisés sont : CHANNEL 5-Tango pour l'évaluation des désorientations et TSL-OIM pour le traitement et la visualisation des densités de dislocations.

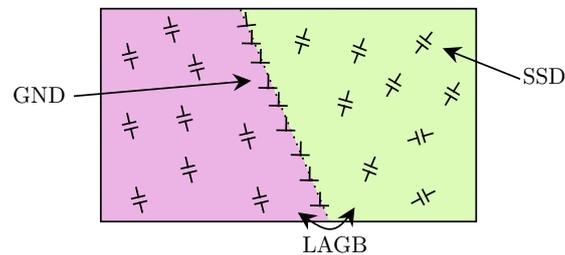
Avant toute exploitation des cartographies EBSD, nous avons éliminé les points non indexés ainsi que ceux incorrectement indexés avec l'outil "Perform Noise Reduction" du logiciel CHANNEL 5.

#### 1. Désorientations des joints de grains

La désorientation cristallographique des joints de grains a été extraite afin de suivre l'évolution des phénomènes de restauration et potentiellement de recristallisation de la phase  $\alpha$  au cours des essais de traction en température. Pour rappel, l'angle de désorientation est le plus petit angle de rotation permettant de faire coïncider deux cristaux entre eux. Il est possible de définir deux types de joints de grains : les joints de grains de fortes désorientations (HAGB=High Angle Grain Boundaries) et ceux de faibles désorientations (LAGB=Low Angle Grain Boundaries). Les HAGB sont définis avec un angle supérieur à  $15^\circ$  entre deux réseaux cristallins [Hum01] et sont nommés joints de grains. Les LAGB sont, quant à eux, définis pour un angle compris entre  $2^\circ$  et  $15^\circ$  [Bat+05][Cal+10][Mat+15]. Ils sont nommés sous-joints de grains et sont constitués de défauts ponctuels non continus mais périodiques. Les LAGB sont désignés comme étant des zones où la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GNDs : Geometrically Necessary Dislocations) est importante [Wri+11].

#### 2. Densité de GNDs

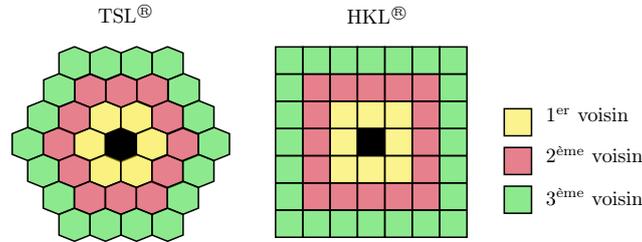
La densité de GNDs représente les courbures du réseau cristallin introduites lors d'une sollicitation. Il est important de noter ici que cette densité ne représente pas la densité de dislocations totale car les dislocations statistiquement stockées (SSD : Statistically Stored Dislocations) n'y sont pas intégrées. En effet, ces dernières ne sont pas mesurables par EBSD car leur effet sur l'angle de désorientation se compense entre deux points de mesure successifs (Fig.II.11).



**Figure II.11** – Représentation schématique des différentes familles de sous-structures, d'après [Wri+11].

Il est classiquement admis que les dislocations sont associées à des désorientations intragranulaires inférieures à  $2^\circ$ . Afin d'estimer la densité de GNDs, il est donc nécessaire d'évaluer la fraction de désorientations inférieures à  $2^\circ$ .

Pour cela, le paramètre KAM (Kernel Average Misorientation) est choisi. Pour estimer les valeurs de KAM, différents noyaux d'acquisition existent selon le développeur : TSL<sup>®</sup> définit un noyau de forme hexagonale alors que HKL<sup>®</sup> définit un noyau de forme carrée (Fig.II.12). De plus, la taille de chaque noyau est définie selon la gamme de plus proches voisins considérés (1<sup>er</sup>, 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup>). Dans notre étude, le noyau d'acquisition de TSL<sup>®</sup> a été utilisé en considérant les seconds plus proches voisins.



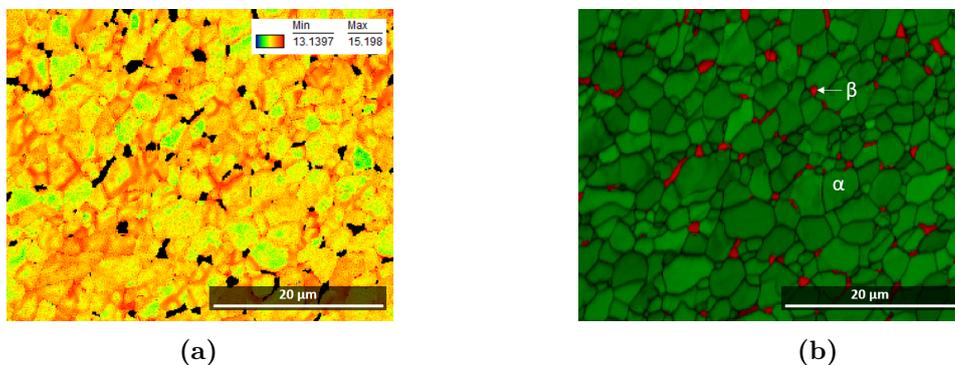
**Figure II.12** – Représentation schématique des noyaux d'acquisition selon le programme choisi : TSL ou HKL, d'après [Wri+11].

La fraction correspondant à chaque valeur de KAM inférieure à  $2^\circ$  est alors représentée. Les valeurs inférieures à  $0,5^\circ$  ne sont pas prises en compte car elles sont inférieures à la limite de résolution de l'analyse EBSD [Leh+00]. À partir de ces valeurs de  $\Delta\theta$ , il est possible d'obtenir la répartition de GNDs dans les grains  $\alpha$ . Pour cela, le logiciel TSL a été utilisé. L'équation II.8 permet de calculer la densité de dislocations ( $\rho_{\text{GND}}$ ) au sein de la phase  $\alpha$  [Ash70].

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{2\Delta\theta}{b.d} \quad (\text{II.8})$$

Avec  $\rho_{\text{GND}}$  la densité de dislocations GND,  $\Delta\theta$  les valeurs de KAM en radian,  $b$  le vecteur de burgers de la phase  $\alpha$  ( $b_{\langle 11\bar{2}0 \rangle} = 2,95 \times 10^{-10}$  m) et  $d$  est le pas d'acquisition utilisé pour l'analyse EBSD.

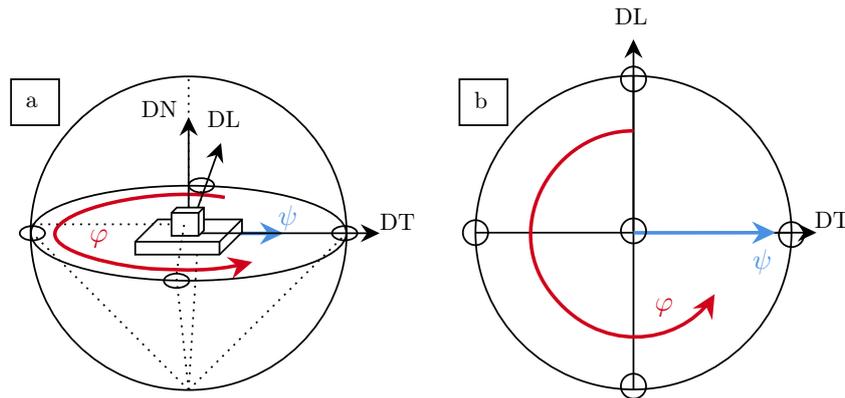
Des cartographies EBSD sont alors tracées pour diverses conditions (Fig.II.13). De plus, la moyenne de toutes les valeurs, présente sur la cartographie, permet de comparer la densité de GNDs moyenne selon les conditions étudiées.



**Figure II.13** – Exemple de cartographie EBSD représentant la répartition des GNDs (a) ainsi que des phases  $\alpha$  et  $\beta$  (b).

### 3. Figures de pôles directe et inverse

Afin de caractériser la texture cristallographique locale (ou microtexture) des grains  $\alpha$  à l'état initial et après sollicitation mécanique, nous avons tracé, à partir des données EBSD, les figures de pôles directe et inverse. La figure de pôles directe est la projection stéréographique, sur le plan de l'échantillon, de la distribution de la densité de pôles d'une famille de plans hkl dans toutes les directions de l'échantillon [Lod+12]. Elle traduit qualitativement la texture et l'orientation des phases (Fig.II.14).



**Figure II.14** – Représentation stéréographique de l'orientation de l'échantillon (a) et figure de pôles résultante (b), schémas adaptés de [Lod+12].

Lorsque les figures de pôles sont extraites, le MUD (Multiple of Uniform Distribution) est utilisé pour la représentation de l'intensité maximale. Cet outil travaille dans l'espace d'Euler. Il compare, pour chaque cluster, le nombre de pixels présents et le nombre de pixels qu'il y aurait si les  $n$  pixels de l'analyse étaient issus d'une orientation aléatoire.

L'intensité maximale des pôles dépend donc :

- du nombre de points analysés. Plus le nombre de points est grand, plus la valeur est stable,
- de l'échantillonnage des  $n$  points : soit un point par grains ou bien plusieurs points dans un même grain,
- de la taille des clusters.

La lecture d'une figure de pôles se fait selon les angles  $\varphi$  et  $\psi$  (Fig.II.14). L'angle  $\psi$  représente l'inclinaison de la direction normale au plan considéré. L'angle  $\varphi$  représente, quant à lui, la rotation de cette normale par rapport à la normale de l'échantillon.

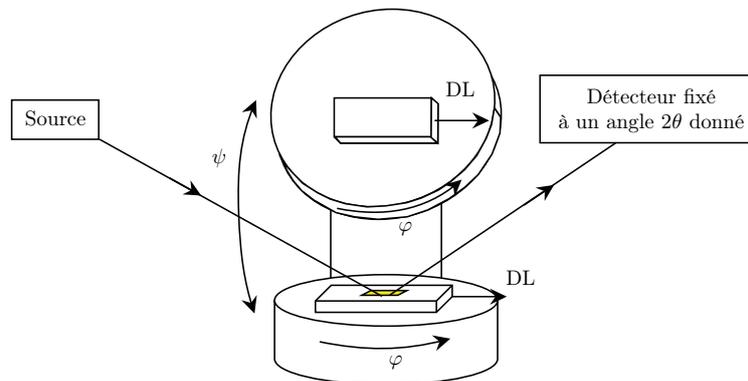
La figure de pôles inverse, quant à elle, représente la position d'une direction de l'échantillon (DL, DN, DT) dans le repère du cristal ( $X_0, Y_0, Z_0$ ) [Bau10]. De par la symétrie des structures cristallographiques, les figures de pôles inverses peuvent être réduites à des triangles de formes différentes selon le type de symétrie.

Dans notre cas d'étude, la direction DN est parallèle à  $Z_0$ , la direction DL à  $Y_0$  et la direction DT à  $X_0$ .

## II.4.2 Analyse de la texture par diffraction de rayons X conventionnelle

La diffraction des rayons X conventionnelle a été utilisée afin d'identifier les phases en présence mais aussi pour étudier la texture cristallographique de la phase  $\alpha$  par la construction de figures de pôle. La phase  $\beta$  n'a pas été considérée en raison de sa faible quantité dans l'alliage.

L'acquisition des figures de pôles a été réalisée avec un diffractomètre de rayons X "X'PERT-PANALYTICAL", configuré en faisceau quasi-parallèle. Il est également équipé d'un berceau d'euler permettant d'orienter l'échantillon autour d'un point fixe placé sur le trajet du faisceau direct avec deux rotations ( $\varphi$  et  $\psi$ ) (Fig.II.15). Le rectangle repéré en jaune sur la figure II.15 correspond à la zone sondée, d'une dimension de 1,5 mm par 1,6 mm. De plus, le faisceau incident est corrigé avec des fentes divergentes programmables afin de conserver une surface d'analyse constante. Le faisceau diffracté est récupéré par un détecteur proportionnel ponctuel.

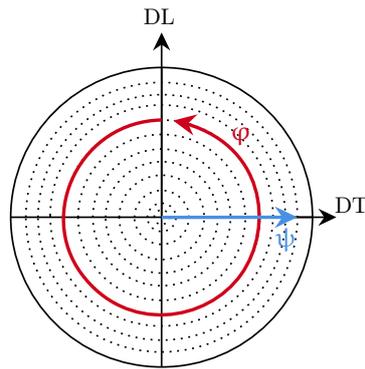


**Figure II.15** – Berceau d'Euler combiné à la diffraction de rayons X pour la construction de figures de pôle.

Expérimentalement, afin de reconstruire l'orientation cristallographique de la maille hexagonale, nous avons sélectionné les familles de plans de la phase  $\alpha$  les plus pertinentes :  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$ .

Nous avons ensuite balayé un grand nombre d'orientations de l'échantillon pour chaque position de la source et du détecteur correspondant aux familles de plans considérées (angle  $2\theta$  fixe). Les angles retenus sont : pour la rotation  $\varphi$ , des valeurs entre  $0^\circ$  et  $360^\circ$  avec un pas de  $5^\circ$  et pour l'inclinaison  $\psi$ , des valeurs entre  $0^\circ$  et  $70^\circ$  avec un pas de  $5^\circ$ . Pour chaque position de l'échantillon, nous avons imposé un temps d'acquisition de 150 s.

A partir des signaux récoltés, correspondant à l'intensité des pics de diffraction de la famille de plans considérée, nous avons ainsi pu construire la figure de pôles directe. L'angle de  $70^\circ$  est l'inclinaison maximale atteinte avec le montage. Les figures de pôles résultant de cette technique sont donc partiellement incomplètes. Sur la figure II.16 sont données la représentation de  $\varphi$  et  $\psi$ .

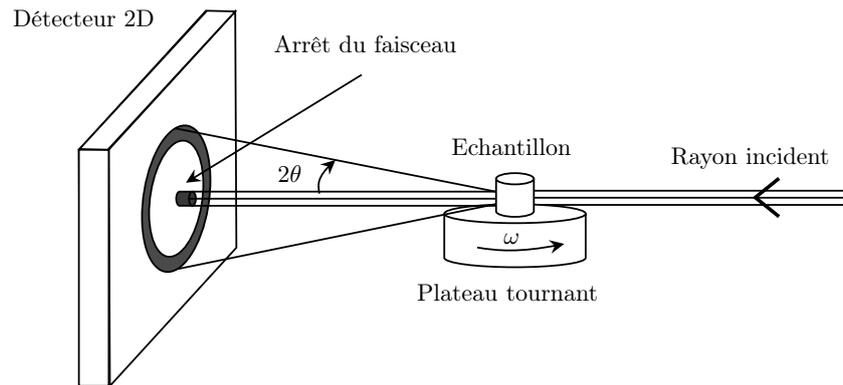


**Figure II.16** – Schéma d'une figure de pôles obtenue après mesure par tilt avec le berceau d'Euler.

### II.4.3 Diffraction de rayons X synchrotron haute énergie

Nous avons eu l'opportunité d'accéder à la plateforme P07-EH1 située en amont de la ligne EH3 au synchrotron DESY (Deutsches Elektronen Synchrotron facility) à Hambourg, qui utilise une partie déviée du faisceau incident (environ 5%) afin d'analyser à nouveau la texture cristallographique. À la différence des analyses faites en DRX conventionnelle, l'énergie du faisceau est de 87,1 keV, ce qui correspond à une longueur d'onde de 0,14235 Å (contre 0,124 Å pour la ligne P07-EH3). Cette énergie permet une analyse en transmission et donc un volume sondé plus important.

La configuration expérimentale utilisée est représentée sur la figure II.17. En sortie du monochromateur, la section du faisceau monochromatique est de  $0,5 \times 0,5 \text{ mm}^2$  (délimitée par des fentes). L'échantillon est placé sur un porte objet rotatif (rotation  $\omega$ ) afin de l'orienter sur le trajet direct du faisceau. Les anneaux de Debye-Scherrer sont collectés en transmission avec un détecteur Perkin-Elmer XRD 1621.

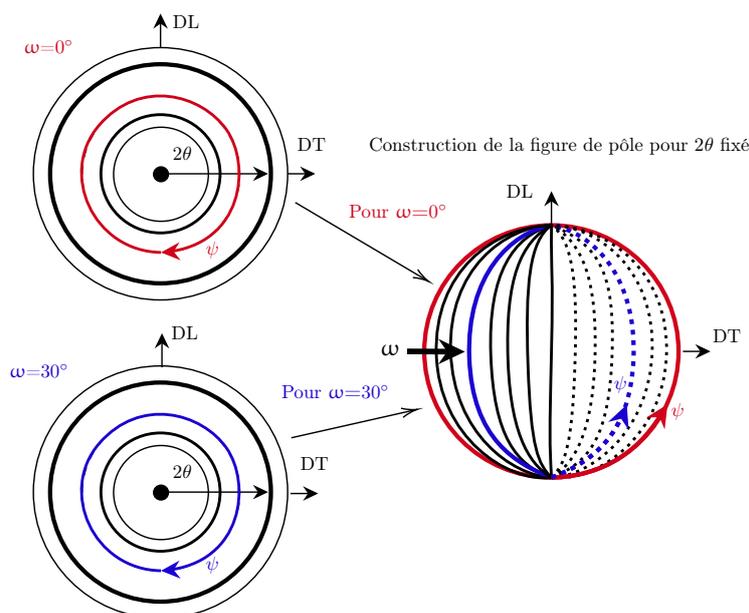


**Figure II.17** – Montage expérimental utilisé pour la mesure de figures de pôles à partir de données de diffraction de rayons X synchrotron. Schéma adapté de [Bro+12].

L'analyse a été réalisée sur les échantillons initiaux et ceux obtenus après traitements thermiques et essais de traction en température.

Expérimentalement, pour construire les figures de pôle, il suffit d'enregistrer continuellement les anneaux de Debye-Scherrer au cours de la rotation  $\omega$  de l'échantillon. Les images sont enregistrées tous les  $5^\circ$  sur un domaine angulaire compris entre  $-90^\circ$  et  $+90^\circ$ . En d'autres termes, chaque image correspond à une somme d'images enregistrées sur un domaine angulaire de  $5^\circ$  (ex : la position  $-90^\circ$  correspond aux images enregistrées entre  $-92,5^\circ$  et  $-87,5^\circ$ ). Afin de limiter l'erreur associée à la position de l'échantillon, l'eucentricité de l'échantillon est assurée à l'aide d'un pointeur laser, situé à côté du montage.

La figure de pôles est construite en plaçant pour chaque angle de rotation  $\omega$  toutes les valeurs de  $\psi$  de 0 à  $360^\circ$  correspondant à l'azimut des anneaux de Debye-Scherrer (Fig.II.18).



**Figure II.18** – Schéma représentant la méthode d'obtention d'une figure de pôles en partant des cercles de Debye-Scherrer par rotation (angle  $\omega$ ).

Attention, cette méthode est à bien différencier des méthodes classiques d'obtention de figures de pôles par tilt. Ainsi, par exemple, pour un angle de rotation  $\omega = 0^\circ$ , le cercle extérieur de la figure de pôles correspondra aux angles de l'azimut ( $\psi = 0^\circ$  à  $360^\circ$ ) du cercle de Debye-Scherrer considéré. Une interpolation avec des grilles de  $5 \times 5$  est ensuite faite afin d'obtenir les figures de pôles directes. Les familles de plans principalement étudiées sont :  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{10\bar{1}1\}$  pour la phase  $\alpha$  et  $\{110\}$  et  $\{200\}$  pour la phase  $\beta$ .

Les figures de pôles peuvent également être recalculées à partir des données expérimentales présentées ci-dessus, en passant par le calcul de l'ODF (Orientation Distribution Function). Pour cela, le programme MTEX dans MatLab a été utilisé [Bac+10].

# Étude de la microstructure et de la texture cristallographique des états initiaux et de leur évolution en température

III.1	Microstructure et texture cristallographique des états initiaux . . . . .	62
III.1.1	Microstructure à grains fins ("FG") . . . . .	62
III.1.2	Microstructure à grains ultra-fins ("UFG") . . . . .	66
III.2	Évolution de la microstructure et de la texture cristallographique avec la température . . . . .	70
III.2.1	Fraction de phase . . . . .	70
III.2.2	Taille des grains $\alpha$ . . . . .	73
III.2.3	Texture cristallographique . . . . .	74
III.3	Apport de la DRX synchrotron sur l'étude des paramètres microstructuraux au chauffage . . . . .	78
III.3.1	Fraction de phase (microstructure FG) . . . . .	78
III.3.2	Distance interréticulaire . . . . .	80
III.3.3	Largeur à mi-hauteur . . . . .	85
III.4	Conclusion . . . . .	88

Le contenu de ce chapitre porte principalement sur la compréhension des mécanismes de changement microstructural lors du chauffage et du maintien en température. Ainsi, nous avons étudié successivement les évolutions de la microstructure et de la texture cristallographique au cours d'un traitement thermique pour différents états microstructuraux initiaux. Une description complète de ces derniers est également présentée. Ces éléments de compréhension serviront de référence pour l'étude des évolutions de la microstructure et des mécanismes de déformation à haute température réalisées dans le chapitre suivant.

## III.1 Microstructure et texture cristallographique des états initiaux

Dans cette partie, nous décrivons tout d'abord le traitement thermomécanique appliqué pour l'obtention des états initiaux, mentionnés dans le chapitre 2, que sont les microstructures à grains fins et ultra-fins. Puis, nous présentons quelques grandeurs quantitatives caractéristiques de ces deux microstructures (taille de grains, fraction de phase, sous-joints de grains). Enfin, nous analysons la texture cristallographique des phases.

### III.1.1 Microstructure à grains fins ("FG")

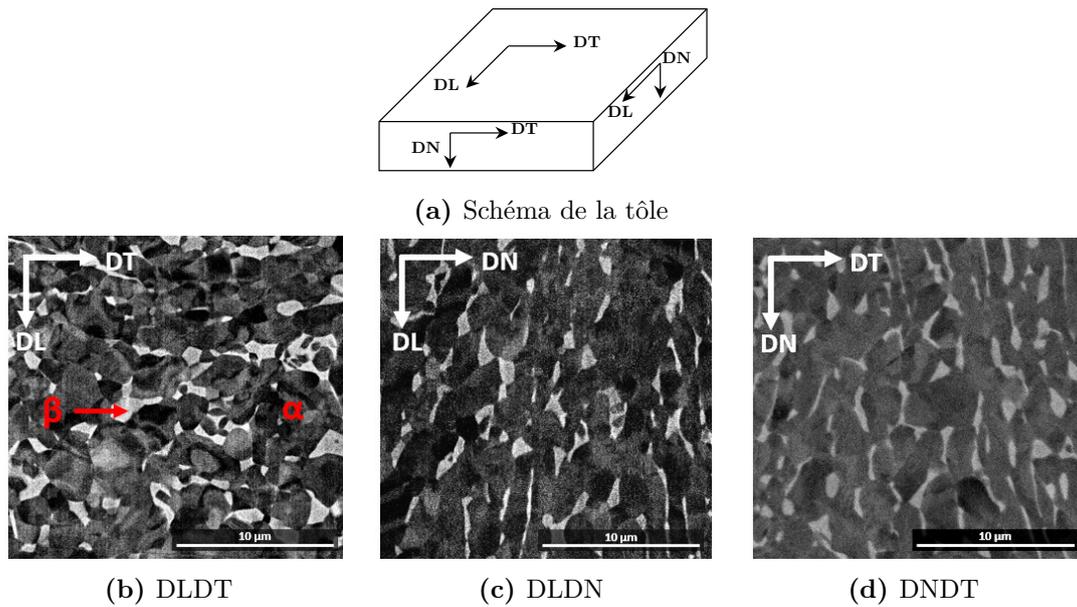
La microstructure à grains fins a été obtenue en appliquant le traitement thermomécanique suivant : un laminage à chaud dans le domaine  $\alpha + \beta$  suivi d'un retour à température ambiante, d'un traitement de recristallisation à 770 °C pendant 40 min et d'un refroidissement air. Ce traitement thermomécanique est classiquement appliqué dans l'industrie afin d'obtenir une morphologie nodulaire de la phase  $\alpha$  [Hel18][Bar15].

Dans un premier temps, la microstructure initiale a été caractérisée par MEB (mode BSE) combinée à de l'analyse d'images ainsi qu'à des analyses EBSD. Sur la figure III.1 sont présentées les images MEB (mode BSE) obtenues pour trois sens d'observation de la tôle : DLDT, DLDN et DNDT avec DL la direction de laminage, DT la direction transverse et DN la direction normale (comme schématisé sur la figure III.1a). La phase  $\alpha$  apparaît en sombre et la phase  $\beta$ , apparaît en clair.

Ces images MEB mettent en évidence des différences en fonction du sens d'observation (Fig.III.1). Ainsi, la morphologie des grains  $\alpha$  est hétérogène avec des formes principalement nodulaires, lorsque la surface observée est DLDT, et lamellaires pour les surfaces DLDN et DNDT. Les grains  $\alpha$  nodulaires ont une taille de  $2,1 \pm 0,7 \mu\text{m}$ . Les grains  $\alpha$  lamellaires ont eux une longueur de  $7,7 \pm 2,3 \mu\text{m}$  et une épaisseur de  $3,1 \pm 1,1 \mu\text{m}$ .

La fraction volumique de phase  $\alpha$  ( $f_\alpha$ ) a été estimée par analyse d'images (MEB) selon les trois plans d'observation. Les valeurs respectivement obtenues pour les plans DLDT, DLDN et DNDT sont les suivantes :  $87,3 \pm 0,6\%$ vol,  $86,7 \pm 0,6\%$ vol et  $86,9 \pm 0,6\%$ vol. À l'issue de ces mesures et des observations microstructurales, nous avons choisi de nous focaliser sur la caractérisation de la surface DLDT pour la suite de l'étude afin d'homogénéiser le suivi entre toutes les techniques de caractérisation utilisées et ainsi étudier le plan parallèle à la direction de laminage.

La fraction volumique de phase  $\alpha$  obtenue par analyse d'images a été comparée à celle prédite à l'équilibre thermodynamique avec le logiciel ThermoCalc®[And+02] et la base de données TTTI3 [Ltd06]. Le calcul d'équilibre thermodynamique a été réalisé en considérant la composition chimique nominale donnée dans le tableau II.1 (Chap.II p.40). La teneur en oxygène, quant à elle, a été ajustée de manière à obtenir une température de transus  $\beta$  équivalente à celle obtenue expérimentalement par l'élaborateur. La valeur prédite ( $f_\alpha$ ) est de 95% contre 87% en moyenne par analyse d'images. Cette différence est également reportée dans la littérature par d'autres auteurs pour des conditions de mise en forme similaires (Robert [Rob07] et Elmer et al. [Elm+05b]). En revanche, aucune hypothèse n'est donnée dans la littérature pour expliquer cette différence.



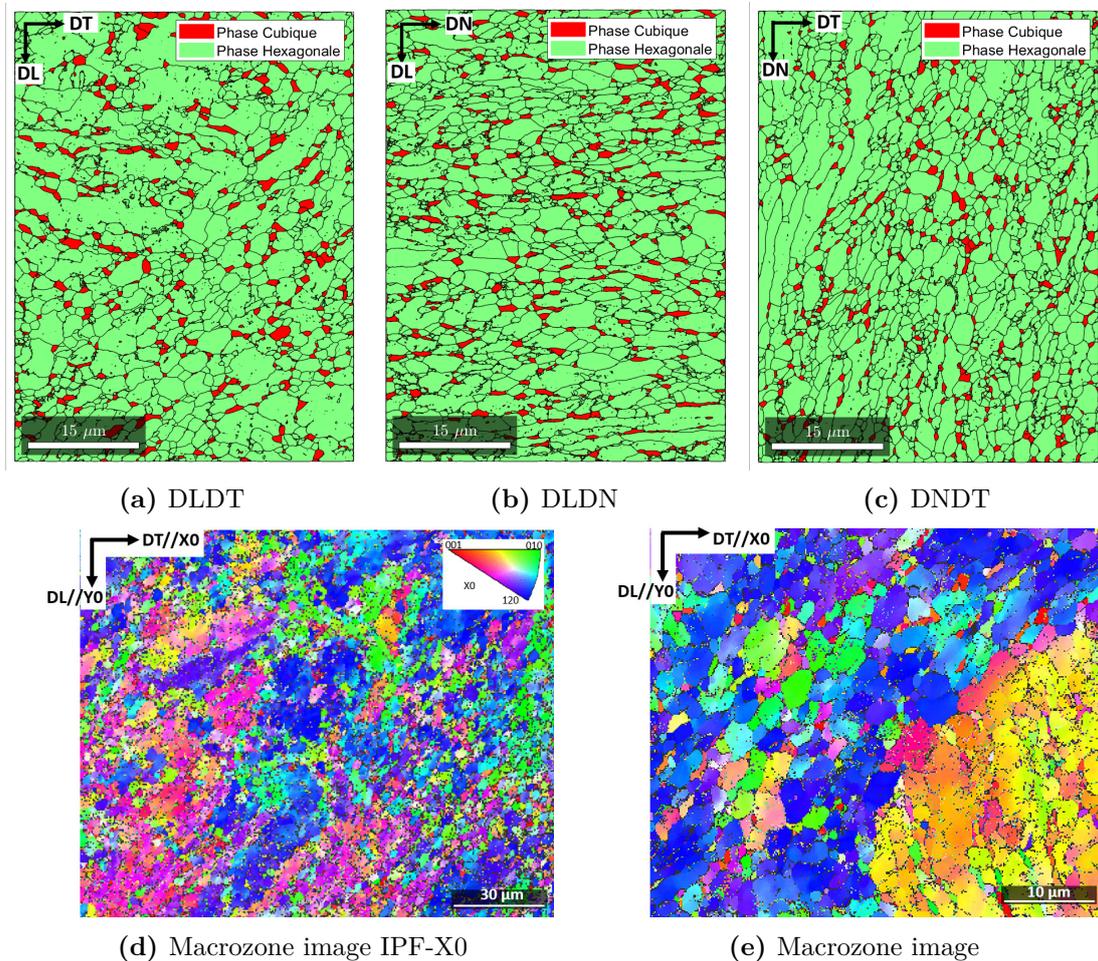
**Figure III.1** – Représentation schématique des sens d’observation : DLDT, DNNT et DLDN (a). Observations MEB-BSE de ces plans de la microstructure FG à l’état initial (b, c, d).

Une première hypothèse pourrait trouver son origine dans une estimation expérimentale du taux de phase  $\alpha$  en-deçà de sa valeur réelle. En effet, l’échelle d’observation adaptée pour obtenir une surface représentative, et ainsi, un échantillonnage suffisant, n’est en revanche pas assez fine pour observer de fines aiguilles de phase  $\alpha$  probablement présentes à l’intérieur des régions  $\beta$ . Cette fine précipitation peut se produire à basse température en raison d’une sursaturation probable en vanadium dans les régions  $\beta$ . En effet, aux plus basses températures lors du refroidissement, la croissance devient limitée et le refroidissement est tel que la force motrice de germination d’origine chimique est suffisante pour former de la phase  $\alpha$ . De fait, la phase  $\alpha$  formée aux basses températures est fine en raison de longueurs de diffusion limitées. Une seconde hypothèse pour expliquer cet écart serait liée à une description thermodynamique non adaptée aux basses températures. En effet, la description thermodynamique aux basses températures est issue de calcul DFT (Density Functional Theory) ou encore d’extrapolation.

Par analyse EBSD, la quantité de joints de grains, faiblement (LAGB : Low Angle Grain Boundaries) et fortement désorientés (HAGB : High Angle Grain Boundaries), a été déterminée. Dans le cadre de ces travaux, les critères adoptés pour définir les HAGB et les LAGB sont respectivement un angle supérieur à  $15^\circ$  et un angle compris entre  $2^\circ$  et  $15^\circ$  [Hum01][Cal+10]. Les HAGB et les LAGB permettent, respectivement, de repérer les joints de grains et les sous-joints de grains (Section.II.4.1.2-1 Chap.II p.55). Les résultats de l’analyse montrent que la microstructure initiale possède 41% de LAGB et 59% de HAGB. De plus, de très faibles désorientations inférieures à  $2^\circ$ , parfois considérées comme un indicateur de la présence de défauts locaux, telles que les dislocations, sont décelées dans les grains  $\alpha$ . La présence de LAGB en grande quantité indique que l’intérieur des grains présente des sous-grains. Ce résultat pourrait être la conséquence de l’étape de restauration de la phase  $\alpha$  lors du traitement de recristallisation de 40 min à  $770^\circ\text{C}$ .

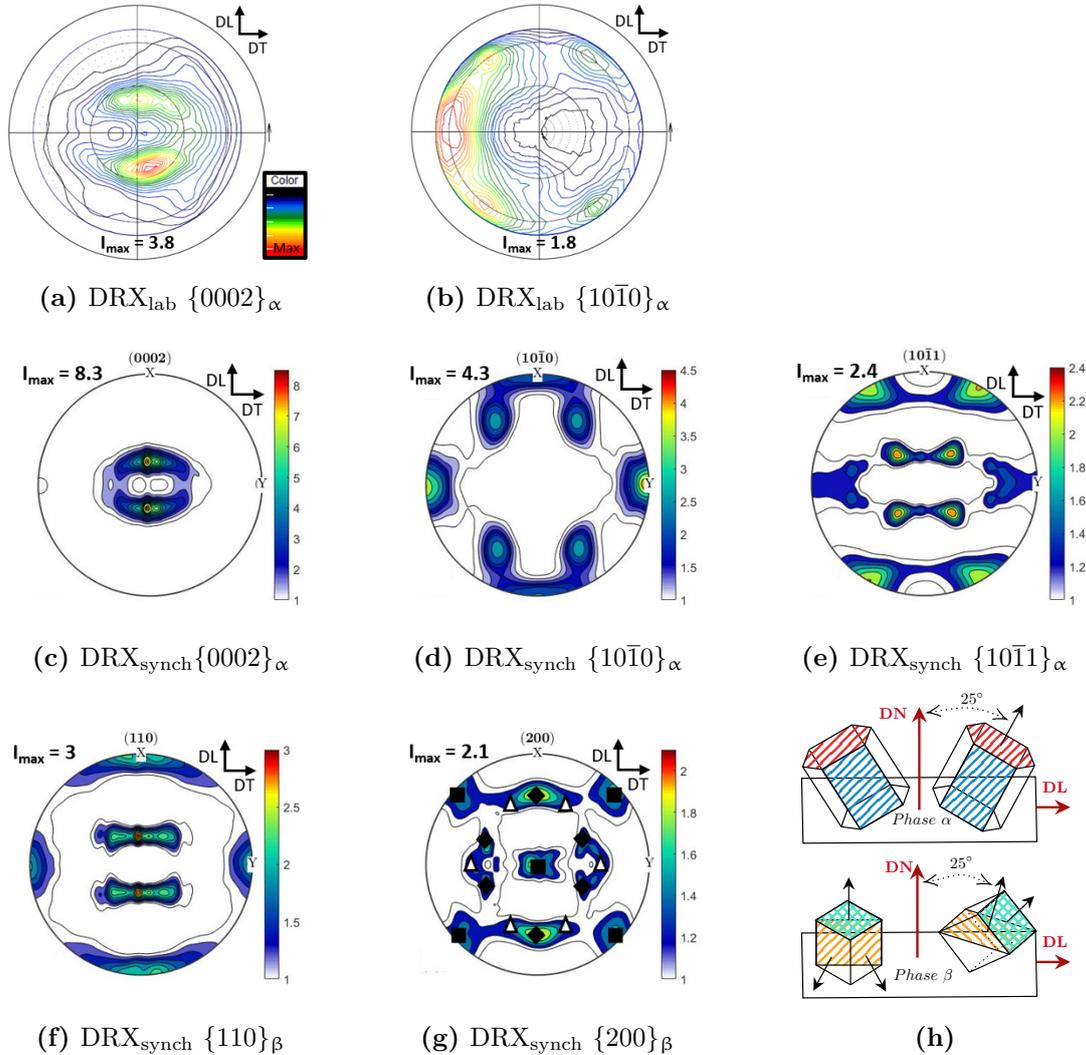
En effet, une restauration partielle pourrait être à l'origine de la présence de sous-structures dans la phase  $\alpha$ . Cette hypothèse est d'ailleurs confortée par la morphologie de la phase  $\alpha$  qui est hétérogène.

Sur la figure III.2a, III.2b et III.2c sont représentées les cartographies EBSD de la distribution spatiale des phases dans le sens DLDT. Ces observations nous permettent de confirmer que la microstructure FG est hétérogène et majoritairement composée de phase  $\alpha$ . La phase  $\beta$  est, quant à elle, principalement localisée à la jonction de trois grains  $\alpha$ . Sur les figures III.2d et III.2e sont représentées les cartographies des figures de pôles inverses selon l'axe X0 parallèle à la direction DT à deux échelles différentes. Pour le sens d'observation DLDT, des macrozones représentant la même orientation cristallographique sont observées (Fig.III.2d et III.2e). Si l'on se réfère à la littérature, le traitement thermomécanique appliqué lors de la mise en forme (homogénéisation suivie d'un refroidissement lent puis laminage à chaud) est à l'origine de ces macrozones [Ban+13]. En effet, les grains  $\alpha$  formés dans un même grain  $\beta$  vont, par conservation de la relation de Burgers avec la phase  $\beta$ , hériter d'une même orientation cristallographique.



**Figure III.2** – Caractérisation EBSD de la microstructure FG à l'état initial. Cartographie de la distribution spatiale des phases en présence (a, b, c). Cartographie EBSD de l'orientation cristallographique de la figure de pôles inverse selon la direction X0//DT pour le plan DLDT à deux échelles différentes (d, e).

Des mesures complémentaires par diffraction de rayons X conventionnelle (laboratoire) et synchrotron de haute énergie ont également été menées avec pour objectif de construire les figures de pôles des phases  $\alpha$  et  $\beta$  dans le plan d'observation DLDT. Sur les figures III.3a et III.3b, sont respectivement représentées les figures de pôles partielles ( $\psi_{max} = 70^\circ$ ) des familles de plans  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  mesurées par diffraction de rayons X conventionnelle. Les intensités de texture sont données sur ces mêmes figures.



**Figure III.3** – Figures de pôles partielles de la phase  $\alpha$  obtenues par DRX conventionnelle (laboratoire) pour les plans  $\{0002\}_\alpha$  (a) et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (b). Figures de pôles complètes obtenues par DRX synchrotron pour les phases  $\alpha$  (c-e) et  $\beta$  (f,g). (h) représente schématiquement l'orientation cristallographique des phases  $\alpha$  et  $\beta$  pour la microstructure FG. DL = Direction de Laminage. Composantes phases  $\beta$  : ■ =  $\{100\} \langle 110 \rangle$ , ◆ =  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  et △ =  $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ .

L'analyse de la figure de pôles  $\{0002\}_\alpha$  permet de mettre en évidence une texture cristallographique caractérisée par une composante basale avec des pôles orientés à  $\pm 25^\circ$  de la direction normale (DN) de l'échantillon vers la direction de laminage (DL).

Nous obtenons une figure de pôles similaire par DRX synchrotron haute énergie mais avec une intensité de texture plus élevée (Fig.III.3c). Les résultats sont cohérents entre les deux méthodes, seule l'intensité maximale diffère car le volume analysé entre les deux techniques est différent.

Dans le cas des pôles prismatiques  $\{10\bar{1}0\}$ , l'analyse montre que les pôles les plus intenses sont ceux dont la normale est parallèle à la direction transverse (Fig.III.3b). Ce constat est plus marqué sur la figure de pôles obtenue à partir des données synchrotron de haute énergie (Fig.III.3c). Notons que, lors de l'acquisition par DRX conventionnelle, un décalage des pôles est visible (Fig.III.3b) par comparaison avec la figure (Fig.III.3d), sûrement en raison de la planéité de l'échantillon.

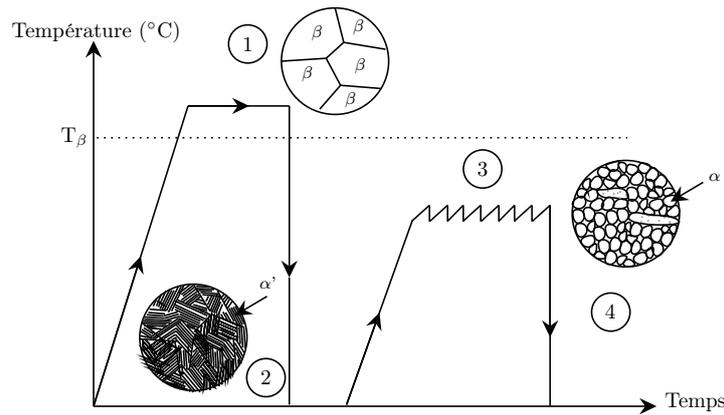
L'analyse de la texture cristallographique de la phase  $\beta$  a également pu être menée en exploitant les anneaux de Debye-Scherrer  $\{110\}_\beta$  et  $\{200\}_\beta$  obtenus par DRX synchrotron (Figures III.3f et III.3g). Trois composantes de textures sont présentes : la  $\{100\} \langle 110 \rangle$  (désignée par le symbole  $\blacksquare$ ) avec la normale au plan  $\{200\}_\beta$  parallèle à la normale de l'échantillon, la  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  (désignée par le symbole  $\blacklozenge$ ) avec un angle de  $60^\circ$  entre la normale de l'échantillon et la normale au plan  $\{200\}$  selon DL et la  $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  (désignée par le symbole  $\triangle$ ). Par ailleurs, lorsque la figure de pôles  $\{0002\}_\alpha$  est confrontée à celle des plans  $\{110\}_\beta$ , des pôles sont présents aux mêmes positions  $\varphi$  et  $\psi$  sur les deux figures. On note ainsi que la relation de Burgers est respectée (Eq.I.1 Chap.I p.6). La figure III.3h résume schématiquement les orientations cristallines majoritaires des phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

En résumé, la microstructure FG est donc hétérogène avec une orientation cristallographique préférentielle.

### III.1.2 Microstructure à grains ultra-fins ("UFG")

À partir de la microstructure FG, le traitement thermomécanique appliqué pour l'obtention de la microstructure UFG se décompose en plusieurs étapes (Fig.III.4) : une mise en solution dans le domaine  $\beta$  à  $1100^\circ\text{C}$  pendant 1 h (Étape 1), suivie d'une trempe dans un bain d'eau froide (Étape 2) puis de cinq passes successives de laminage, après chauffage à  $750^\circ\text{C}$  de la tôle entre chaque passe (Étape 3). À l'issue de cette étape, un refroidissement par trempe dans un bain d'huile est appliqué ( $200^\circ\text{C min}^{-1}$ ) (Étape 4).

La microstructure après l'étape 2 est schématisée sur la figure III.4. Elle est principalement constituée de fines aiguilles de martensite  $\alpha'$  décorées par de la phase  $\beta$ . Au cours de l'étape 3, la décomposition de la martensite, principalement en phase  $\alpha$  est favorisée. La morphologie de cette dernière devient partiellement nodulaire au fur et à mesure de l'avancée de la déformation. En effet, la déformation plastique apportée par le laminage permet la restauration/recristallisation et la globularisation partielle des lamelles de la phase  $\alpha$ .



**Figure III.4** – Représentation schématique de l'état métallurgique de l'alliage Ti-6Al-4V au cours du traitement thermomécanique de mise en forme de la microstructure UFG.

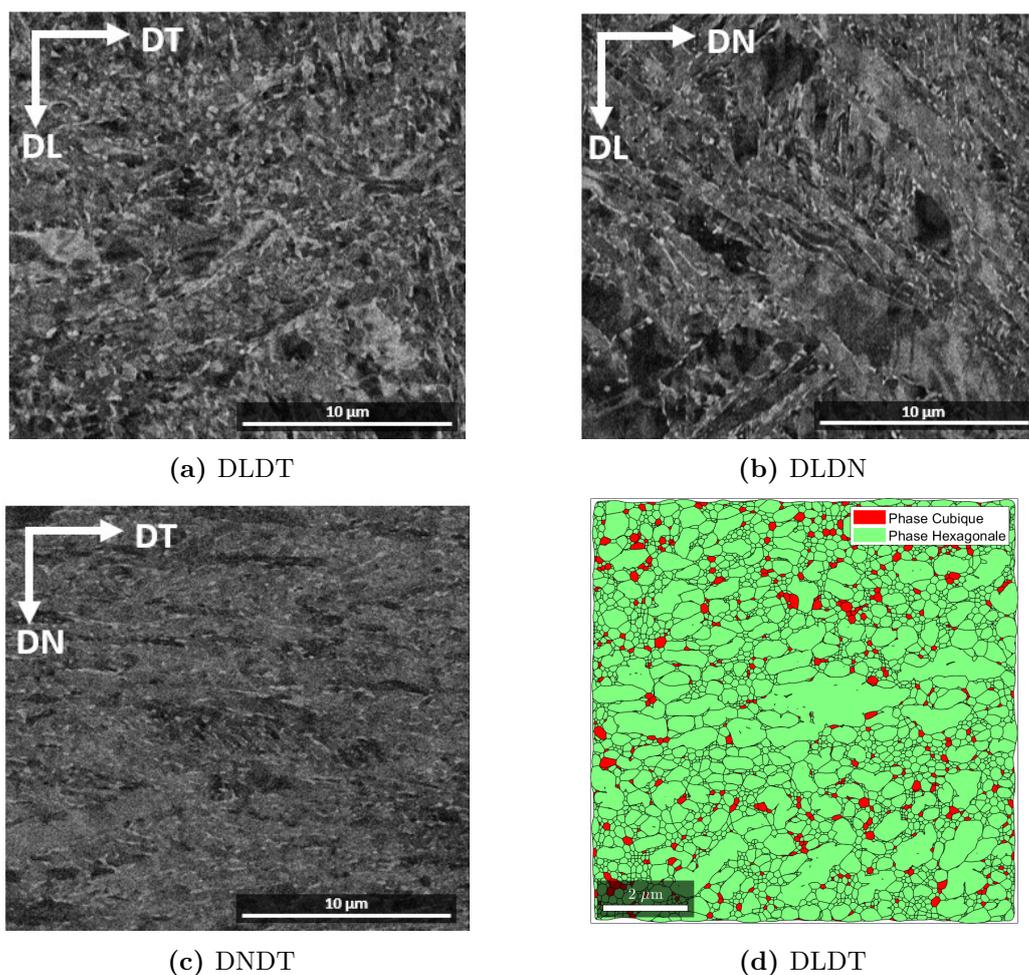
Si l'on se réfère à la littérature, Matsumoto et al. supposent que le temps passé lors du laminage à chaud n'est pas suffisant pour que la décomposition de la martensite  $\alpha'$  en phase  $\alpha$  soit complète avant trempe [Mat+18]. De fait, ils supposent, sans pour autant apporter de preuve, que la microstructure à l'issue de la trempe huile serait principalement constituée de martensite  $\alpha'$ , en dépit du laminage effectué dans le domaine  $\alpha + \beta$ , ou bien que la phase  $\alpha$  aurait une composition chimique hors équilibre. Dans le cas de notre état initial, nous n'avons pas porté l'investigation jusqu'à l'identification de la chimie de la phase majoritaire ( $\alpha$  et/ou  $\alpha'$ ) à température ambiante car la mise en place d'une démarche robuste aurait été longue, en raison des faibles différences attendues. Pour cette microstructure, nous conservons donc ces deux possibilités que nous confronterons par la suite.

La microstructure après trempe dans un bain d'huile (état initial) est présentée sur la figure III.5 pour les différents sens d'observation. Sur la face DLDT, la phase  $\alpha$  est majoritairement nodulaire. En revanche, les grains  $\alpha$  présentent une forme allongée dans les directions DN et DT respectivement pour les faces DLDN et DNDT. On note que cet aspect est similaire à celui de la microstructure FG. La phase  $\beta$  décore, quant à elle, les grains  $\alpha$ . Il n'a pas été possible de mesurer la taille caractéristique des grains  $\alpha$  à partir des observations MEB car leur taille, étant très petite, rend difficile la mise au point en contraste chimique.

Une analyse EBSD, différenciant les phases en présence, a alors été réalisée pour la face DLDT (Fig.III.5d). La morphologie nodulaire de la phase  $\alpha$  est confirmée avec deux populations en taille d'environ  $0,2 \mu\text{m}$  et  $1 \mu\text{m}$ . Le diamètre équivalent moyen des grains  $\alpha$  déterminé est de  $0,4 \pm 0,2 \mu\text{m}$ . La taille des domaines apparents de la phase  $\beta$  est plus petite comparativement à celle observée pour la microstructure FG, en raison de la taille des grains  $\alpha$ .

La fraction volumique de phase  $\alpha$ , déterminée par analyse d'images MEB-BSE pour la face DLDT, est égale à  $93 \pm 1\% \text{vol}$  et est donc légèrement supérieure à celle de la microstructure FG.

Les analyses EBSD ont également permis de quantifier les angles de désorientation entre les grains  $\alpha$ . Ainsi, la fraction de LAGB ( $< 15^\circ$ ) est de  $34,4\%$  et la fraction de HAGB ( $> 15^\circ$ ) est de  $65,6\%$ .

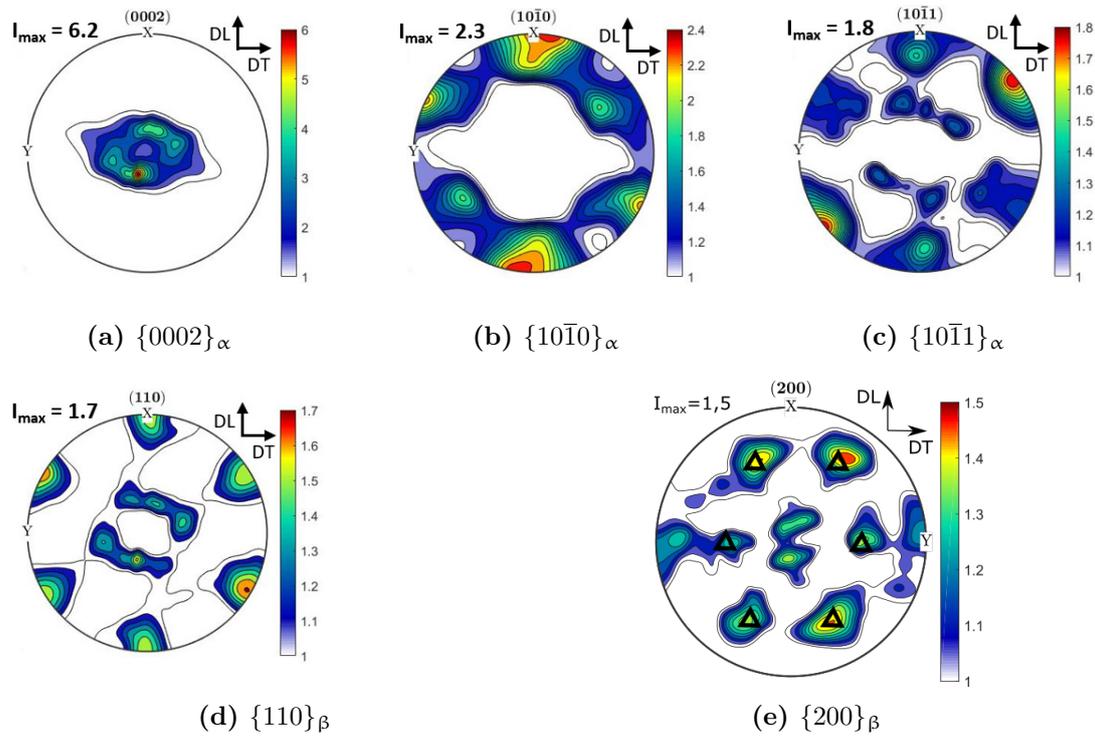


**Figure III.5** – Observations par contraste chimique, au MEB, réalisées sur différentes faces de la microstructure UFG à l'état initial : DLDLDT (a), DLDN (b) et DNNDT (c). Cartographie EBSD des phases en présence (d).

En complément de ces analyses EBSD, nous avons construit les figures de pôles des plans  $\{0002\}_\alpha$ ,  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}1\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{110\}_\beta$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  à partir des données synchrotron haute énergie. Nous avons volontairement présenté ces données car le volume sondé est plus important, comparativement à celui en DRX conventionnelle. Par ailleurs, le fort rapport signal/bruit en DRX-HE permet également d'analyser la phase  $\beta$ . Ces figures de pôles sont données sur la figure III.6.

L'analyse de la texture de la phase  $\alpha$  révèle une composante basale avec la normale au plan basal orientée à  $\pm 25^\circ$  selon la direction de laminage. Cette texture est similaire à celle observée pour la microstructure FG. Les pôles  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  sont intenses selon la DL contrairement à la microstructure FG, pour laquelle les intensités maximales sont relevées dans la direction transverse. La phase  $\beta$ , quant à elle, présente une texture moins marquée que pour la microstructure FG formée a priori d'une composante de type  $\{111\} < 1\bar{1}0 >$  (signalées par les symboles  $\Delta$ ) et d'une seconde composante plus difficile à identifier (Fig.III.6e).

Par comparaison avec la microstructure FG, les intensités maximales des plans des phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont plus faibles. La texture de cet état microstructural est donc moins marquée. De la même façon que pour la microstructure FG, la relation de Burgers est conservée entre les phases  $\alpha$  et  $\beta$ . En résumé, cette microstructure présente une texture cristallographique comparable à celle de la microstructure FG pour la phase  $\alpha$  mais totalement différente pour ce qui est de la phase  $\beta$ .



**Figure III.6** – Figures de pôles de la phase  $\alpha$  (a, b, c) et de la phase  $\beta$  (d,e) obtenues par diffraction de rayons X synchrotron haute énergie. Composante de la phase  $\beta$  :  $\Delta = \{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ .

Pour conclure, les principales caractéristiques des deux microstructures d'étude sont rassemblées dans le tableau III.1.

**Table III.1** – Récapitulatif des caractéristiques associées aux microstructures initiales (FG et UFG).

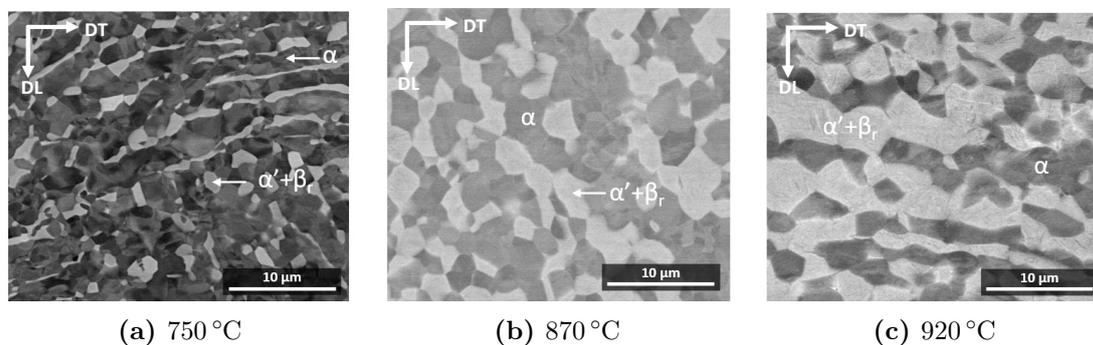
Caractéristiques	Microstructure FG	Microstructure UFG
Description	Hétérogène (nodules et lamelles)	Très hétérogène ( $\alpha'$ ou $\alpha$ composition hors équilibre)
Taille de grains $\alpha$	$2,1 \pm 0,7 \mu\text{m}$	$0,4 \pm 0,2 \mu\text{m}$
Fraction de phase $\alpha$	$87 \pm 1\%$	$93 \pm 1\%$
Fraction de LAGB	41%	34,4%
Orientation cristallographique $\alpha$	Basale ( $I_{max} = 8,3$ )	Basale ( $I_{max} = 6,2$ )
Orientation cristallographique $\beta$	$\{100\} \langle 110 \rangle$ , $\{111\} \langle 1\bar{1}2 \rangle$ $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$	$\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ + autre composante

## III.2 Évolution de la microstructure et de la texture cristallographique avec la température

Dans cette partie, l'objectif est d'étudier l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique à haute température pour les deux microstructures initiales (FG et UFG). Ainsi, des maintiens isothermes de 17,5 min et 2 h à différentes températures précédés d'un chauffage à une vitesse de  $60\text{ °C min}^{-1}$  et suivis d'un refroidissement rapide ont été effectués. Les températures appliquées lors des maintiens isothermes pour la microstructure FG sont de  $750\text{ °C}$ ,  $870\text{ °C}$  et  $920\text{ °C}$  et celles pour la microstructure UFG sont de  $650\text{ °C}$  et  $750\text{ °C}$ . Les microstructures résultantes ont été observées au MEB puis une campagne d'analyse d'images a été menée pour extraire les fractions volumiques et les tailles caractéristiques de la phase  $\alpha$ . La texture cristallographique a également été analysée par DRX synchrotron haute énergie.

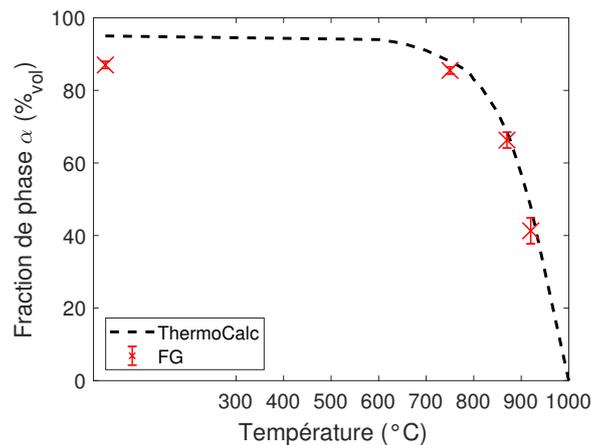
### III.2.1 Fraction de phase

La figure III.7 présente les microstructures à l'issue des maintiens isothermes de 17,5 min à trois températures différentes, suivis d'une trempe à l'hélium. La phase  $\alpha$  apparaît en sombre et le mélange martensite  $\alpha'$  et  $\beta$ -résiduelle en clair.



**Figure III.7** – Microstructures obtenues par MEB (mode BSE) après un maintien isotherme de 17,5 min et trempe à  $750\text{ °C}$  (a),  $870\text{ °C}$  (b) et  $920\text{ °C}$  (c) pour la microstructure FG. La phase  $\alpha$  apparaît en foncé et le mélange (martensite  $\alpha'$  et  $\beta$ -résiduelle) en clair.

D'une part, nous constatons que la microstructure FG conserve une répartition des phases et une morphologie des grains hétérogènes au cours du chauffage. D'autre part, nous pouvons constater qualitativement que la quantité de phase  $\alpha$ , traduisant la microstructure avant trempe, diminue continûment avec l'augmentation de la température. Il en résulte d'ailleurs une augmentation du nombre d'interfaces  $\alpha/\beta$  au cours du chauffage avec l'augmentation de la taille des domaines  $\beta$ . Ces observations qualitatives sont confirmées par analyse d'images. Ainsi, la figure III.8 présente l'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  obtenue expérimentalement par analyse d'images avec la température. Comme attendu, lors de la montée en température et au cours du maintien isotherme, on assiste à une dissolution progressive de la phase  $\alpha$ .

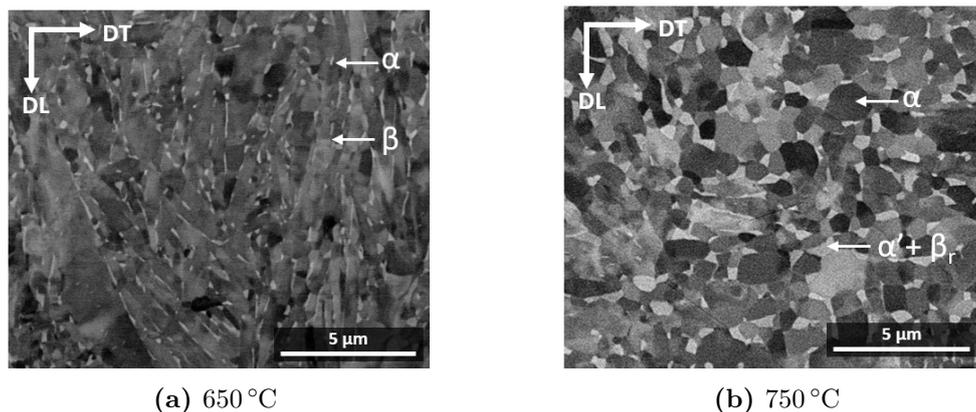


**Figure III.8** – Évolution de la fraction de phase  $\alpha$  pour la microstructure FG en fonction de la température obtenues par analyse d'images. Les données en pointillés sont celles prédites à l'équilibre thermodynamique (ThermoCalc®).

Nous avons ensuite cherché à comparer ces fractions obtenues expérimentalement avec celles prédites à l'équilibre thermodynamique, à l'aide du logiciel ThermoCalc® [And+02] et de la base de données TTTI3.

Ces prédictions sont reportées sur la figure III.8. Nous constatons une très bonne concordance entre les résultats expérimentaux et les prédictions d'équilibre thermodynamique. De par cette comparaison, nous pouvons supposer que l'équilibre thermodynamique est atteint à l'issue des 17,5 min de maintien isotherme.

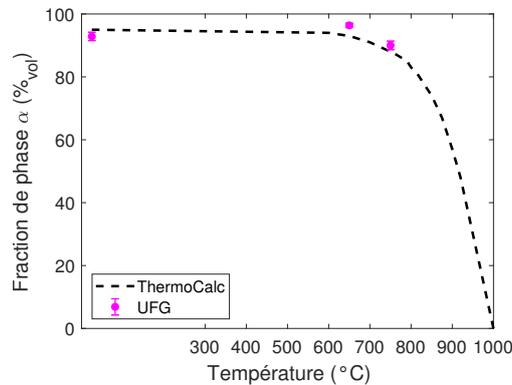
Une démarche similaire a été adoptée dans le cas de la microstructure UFG. Ainsi, quelques micrographies MEB-BSE et une comparaison des fractions de phase  $\alpha$  obtenues expérimentalement par analyse d'images et prédites à l'équilibre thermodynamique sont présentées respectivement sur les figures III.9 et III.10.



**Figure III.9** – Microstructures obtenues par MEB (mode BSE) après un maintien isotherme de 17,5 min et trempe à 650 °C (a) et 750 °C (b) pour la microstructure UFG. La phase  $\alpha$  apparait en foncé et le mélange (martensite  $\alpha'$  et  $\beta_r$ -résiduelle) en clair.

Sur la figure III.9, nous constatons, d'une part, que la fraction de phase  $\alpha$  diminue légèrement avec la température, mais surtout, que l'état microstructural subit de fortes modifications entre 650 °C et 750 °C. En effet, la phase  $\alpha$  conserve une répartition et une morphologie des grains assez hétérogène à 650 °C, qui globularise en grande partie dans cet intervalle de température.

Toutefois, une bonne adéquation est de nouveau constatée entre les valeurs expérimentales et prédites à l'équilibre thermodynamique. Pour une température de 650 °C, nous observons un léger écart que nous attribuons à l'incertitude de la mesure par analyse d'images. En effet, les nodules  $\alpha$  restent de petite taille à ces deux températures, rendant ainsi plus difficile la différenciation des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . De la même façon que pour la microstructure FG, nous pouvons supposer que l'équilibre thermodynamique est atteint à l'issue de 17,5 min de maintien isotherme.



**Figure III.10** – Évolution de la fraction de phase  $\alpha$  pour la microstructure UFG en fonction de la température pour un temps de maintien isotherme de 17,5 min. Les données en pointillés sont celles prédites à l'équilibre thermodynamique (ThermoCalc®).

Nous avons également déterminé la fraction volumique de la phase  $\alpha$  pour des temps de maintien isotherme plus longs (2 h) afin de vérifier que l'équilibre thermodynamique soit effectivement atteint au bout de 17,5 min. La comparaison entre les deux temps de maintien isotherme est portée dans le tableau III.2 pour différentes températures et pour les deux microstructures (FG et UFG). Ainsi, quelle que soit la microstructure, la fraction volumique de phase  $\alpha$  n'évolue pas avec le temps de maintien isotherme, ce qui suggère que l'équilibre thermodynamique est atteint après un temps court de maintien isotherme, confirmant ainsi que la cinétique de dissolution de la phase  $\alpha$  est rapide.

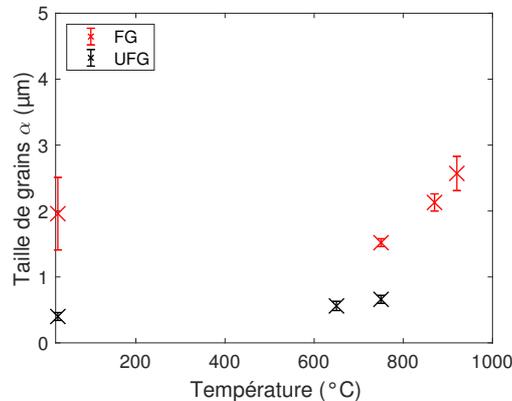
**Table III.2** – Fractions de phase  $\alpha$  mesurées par analyse d'images pour différentes températures après trempe et des temps de maintien isotherme de 17,5 min et 2 h pour les microstructures FG et UFG.

Temps de maintien isotherme	Microstructure FG			Microstructure UFG	
	750 °C	870 °C	920 °C	650 °C	750 °C
17,5 min	86 ± 3%	66 ± 3%	41 ± 2%	96 ± 1%	90 ± 2%
2 h	87 ± 1%	66 ± 4%	39 ± 2%	95 ± 2%	91 ± 3%

### III.2.2 Taille des grains $\alpha$

À partir des micrographies typiques présentées précédemment, pour lesquelles les grains  $\alpha$  sont majoritairement nodulaires (Figures III.7 et III.9), nous avons déterminé leur diamètre équivalent moyen. Ces microstructures sont issues de traitements thermiques à différentes températures avec un temps de maintien isotherme de 17,5 min, suivis d'une trempe à l'hélium.

La figure III.11 compare les évolutions de diamètre équivalent moyen des grains  $\alpha$  pour les microstructures UFG et FG. On constate que la taille de grains  $\alpha$  augmente avec la température à partir de 750 °C pour la microstructure FG et de 650 °C pour la microstructure UFG. Pour rappel, la fraction volumique de phase  $\alpha$  diminue dans le même temps. Ce résultat suppose donc que la dissolution et la coalescence de la phase  $\alpha$  interviennent de façon concomitante, avec naturellement une contribution principale de la composante dissolution lors du chauffage et de coalescence lors du maintien isotherme.

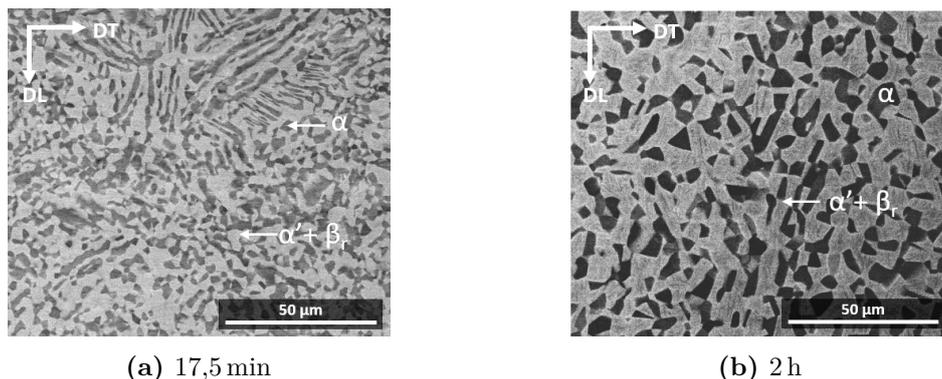


**Figure III.11** – Évolution de la taille de grains  $\alpha$  pour les deux microstructures FG et UFG en fonction de la température, obtenue par MEB et analyse d'images sur les microstructures trempées à l'hélium après 17,5 min de maintien isotherme.

Pour confirmer ces résultats, nous avons alors caractérisé l'évolution de la microstructure au cours d'un maintien isotherme aux différentes températures. À titre d'exemple, la figure III.12 représente les micrographies de la microstructure FG obtenues par MEB-BSE après un maintien isotherme de 17,5 min et 2 h à 920 °C, suivis d'une trempe.

Nous pouvons constater qualitativement que la taille des grains  $\alpha$  augmente et que leur nombre diminue avec le temps de maintien isotherme. Par analyse d'images, seul le diamètre équivalent moyen aux différents temps et différentes températures a été déterminé (Table III.3).

À l'exception de la température de 650 °C pour la microstructure UFG, le diamètre équivalent moyen des grains  $\alpha$  augmente notablement avec le temps de maintien isotherme. Nous notons également que la cinétique d'évolution est d'autant plus rapide que la température est élevée. Ainsi, nous confirmons que le régime de coalescence est principalement effectif lors d'un maintien isotherme au-delà de 17,5 min puisque nous avons montré précédemment que la fraction volumique de phase  $\alpha$  reste constante.



**Figure III.12** – Microstructures obtenues par MEB (mode BSE) après 17,5 min (a) et 2 h (b) de maintien isotherme à 920 °C suivis d'une trempe pour la microstructure FG. La phase  $\alpha$  apparaît en foncé et le mélange ( $\alpha'$  et  $\beta$ -résiduelle) en clair.

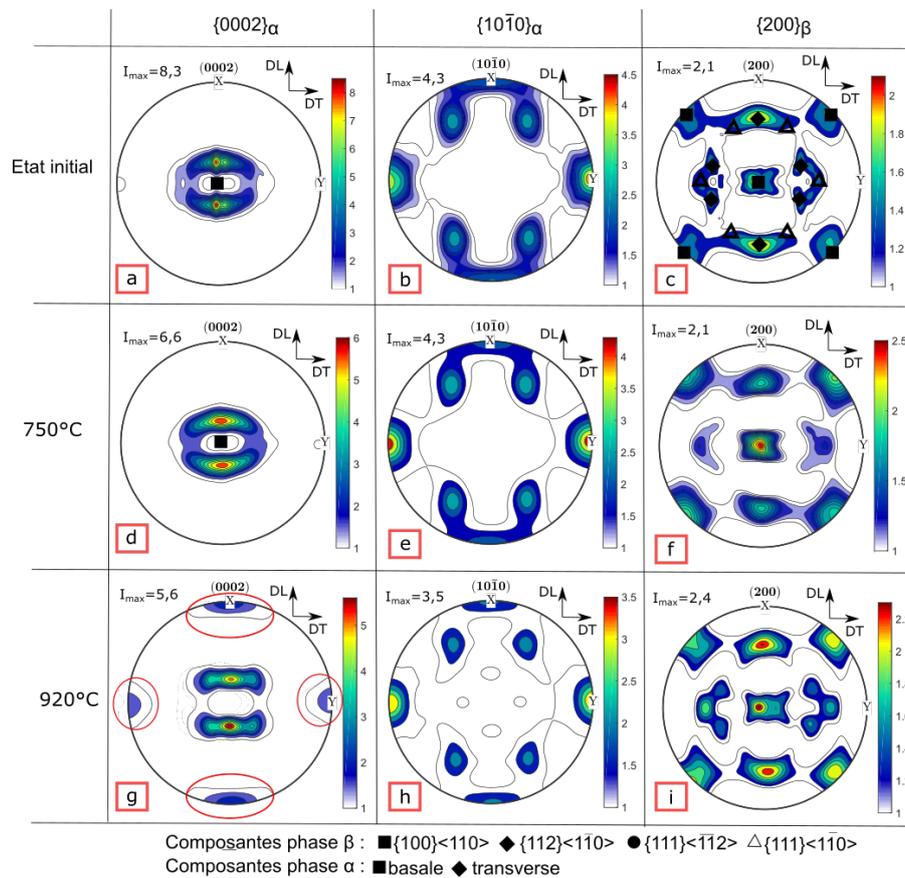
**Table III.3** – Diamètres équivalents moyens des grains  $\alpha$  mesurés par analyses d'images pour différentes températures après trempe et maintiens isothermes de 17,5 min et 2 h pour FG et UFG.

Temps de maintien isotherme	Microstructure FG			Microstructure UFG	
	750 °C	870 °C	920 °C	650 °C	750 °C
17,5 min	1.5±0,1 µm	2.1±0,2 µm	2.6±0,3 µm	0,6±0,1 µm	0,6±0,1 µm
2 h	2.0±0,6 µm	3.5±1,0 µm	5.1±1,4 µm	0,7±0,1 µm	1,4±0,2 µm

### III.2.3 Texture cristallographique

À partir des échantillons trempés à l'hélium après 17,5 min de maintien isotherme aux températures d'étude pour les deux microstructures initiales, nous avons obtenu les figures de pôles  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$ . Nous avons choisi de représenter ces pôles car leur intensité de texture est la plus élevée.

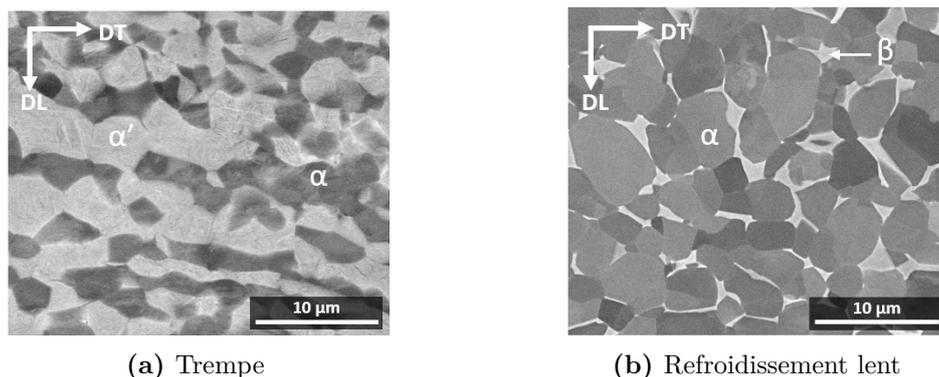
La figure III.13 présente pour la microstructure FG ces figures de pôles obtenues après maintien isotherme à 750 °C et 920 °C. Ces figures de pôles sont comparées avec celles obtenues à l'état initial. Nous pouvons constater une diminution de l'intensité de texture de la famille de plans  $\{0002\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  avec la température et l'apparition d'une composante de texture supplémentaire à 920 °C. La phase  $\beta$  conserve une intensité de texture similaire à l'état initial et à 750 °C puis, à 920 °C, l'intensité de texture de cette phase augmente. Ces mêmes tendances sont observées pour les autres pôles considérés des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Ces variations peuvent s'expliquer par des modifications microstructurales. Dans l'intervalle de température de l'ambiante à 750 °C, la diminution de l'intensité de texture de la phase  $\alpha$  traduit une légère dispersion de l'orientation cristallographique des grains, de par la réorganisation de sous-structures en leur sein. Entre 750 °C et 920 °C, comme montré précédemment, lors de la transformation de phases  $\alpha \rightarrow \beta$ , la taille des grains  $\alpha$  augmente et leur nombre diminue avec la température.



**Figure III.13** – Figures de pôles  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  obtenues par diffraction de rayons X synchrotron haute énergie à l'état initial et après trempe à l'hélium à l'issue de maintiens isothermes de 17,5 min à 750 °C et 920 °C) pour la microstructure FG.

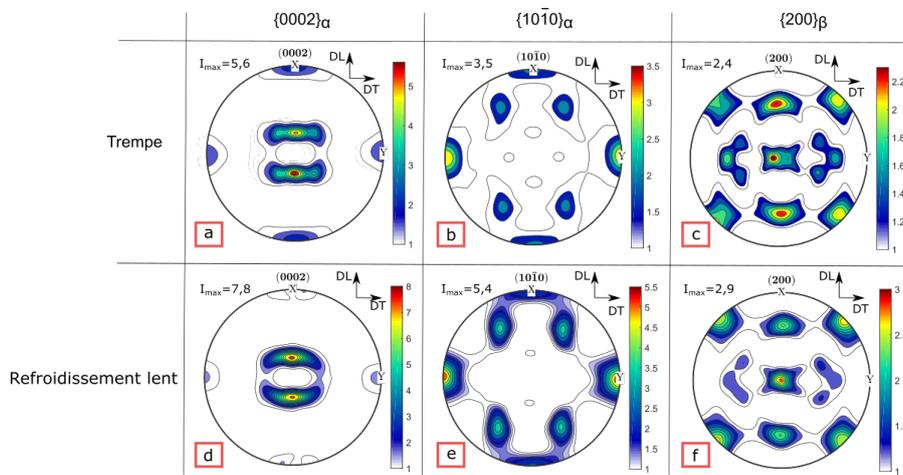
De fait, nous pouvions légitimement nous attendre à une augmentation de l'intensité de texture, en raison d'un nombre de variants moindre de la phase  $\alpha$ . En effet, seule une augmentation du nombre de variants permettrait alors d'expliquer la diminution de l'intensité de texture de la phase  $\alpha$  [Bow77]. Lors de la trempe suite aux maintiens isothermes, la phase  $\beta$  se transforme partiellement en fines aiguilles de martensite  $\alpha'$ , de même structure cristallographique que la phase  $\alpha$ , et dont le nombre de variants activé est plus élevé (Fig.III.14a).

Les figures de pôles représentées englobent donc, à la fois, la phase  $\alpha$  à haute température et la martensite  $\alpha'$  formée lors de la trempe, conduisant ainsi à une diminution de l'intensité de texture. Afin de confirmer cette hypothèse, nous avons reproduit le même traitement thermique (920 °C-17,5 min), à la différence que le refroidissement est, cette fois-ci, lent (Fig.III.14b). En effet, lors d'un refroidissement lent à partir de 920 °C, on assiste principalement à une augmentation de la taille des grains  $\alpha$  présents à haute température (Fig.III.14).



**Figure III.14** – Images MEB de la microstructure FG obtenues après maintien isotherme de 17,5 min à 920 °C suivi d'un refroidissement par trempe hélium (a) et lent dans le four (b).

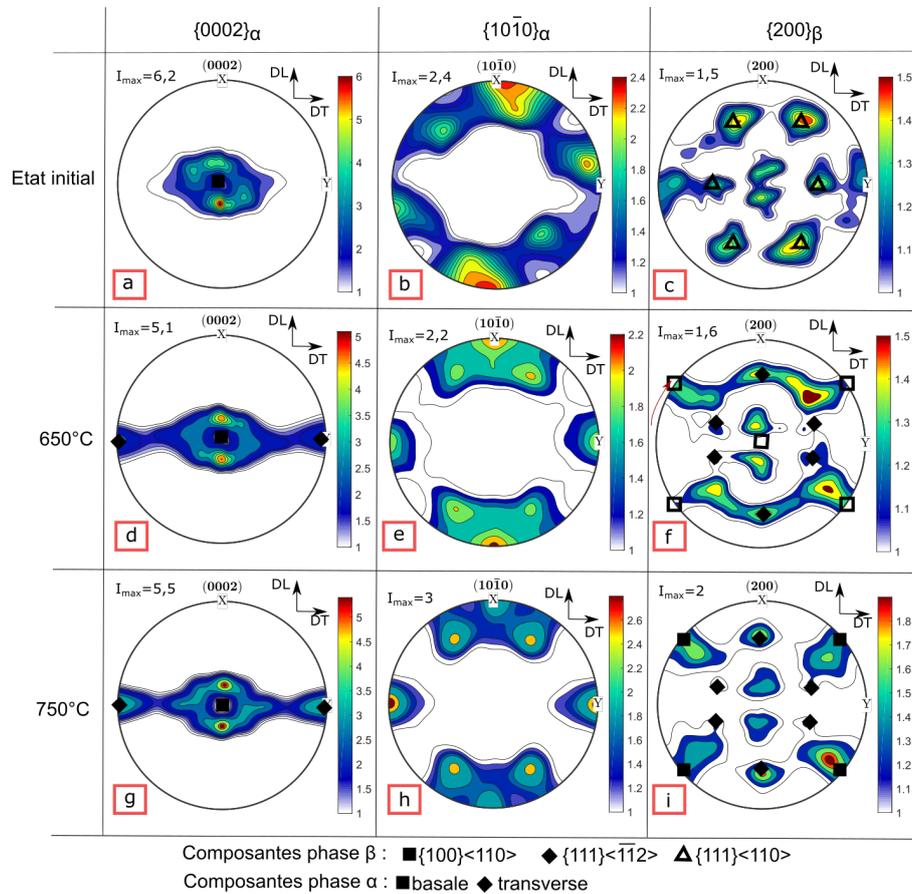
Sur la figure III.15 sont représentées les figures de pôles  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  résultant de ces traitements thermiques réalisés sur la microstructure FG. Comme attendu, après refroidissement lent, nous pouvons constater une augmentation de l'intensité de texture de la phase  $\alpha$  contrairement au refroidissement rapide. La texture mesurée après refroidissement lent est donc représentative de la texture présente à haute température. Les intensités de texture mesurées à température ambiante, après trempe sont donc sous évaluées, de par la présence de la martensite  $\alpha'$ . On peut également noter que la composante supplémentaire formée à 920 °C après trempe est aussi présente après refroidissement lent.



**Figure III.15** – Figures de pôles  $\{0002\}_\alpha$ ,  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  obtenues par DRX synchrotron haute énergie après 17,5 min de maintien isotherme à 920 °C suivi d'une trempe à l'hélium (a,b,c) ou d'un refroidissement lent (d,e,f), réalisés sur la microstructure FG.

Pour ce qui est de la microstructure UFG, au vue des basses températures appliquées, nous considérons pour la suite que la texture cristallographique mesurée après trempe correspond à celle présente à haute température.

La figure III.16 présente les figures de pôles obtenues après maintien isotherme de 17,5 min à 650 °C et 750 °C.



**Figure III.16** – Figures de pôles  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  obtenues par diffraction de rayons X synchrotron haute énergie à l'état initial et après trempe à l'hélium à l'issue de maintiens isothermes de 17,5 min à 650 °C et 750 °C réalisés sur la microstructure UFG.

Nous pouvons constater une modification de la texture cristallographique entre l'état initial et celui traité thermiquement à 650 °C. En effet, pour la microstructure initiale, la phase  $\alpha$  présente une composante basale visible sur la figure III.16a et la phase  $\beta$  présente deux composantes : la  $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$  et une autre composante non définie (Fig.III.16d). Cependant, à 650 °C, la composante basale est en partie modifiée pour donner une texture transverse-basale, qui s'intensifie à 750 °C. Pour ce qui est de la phase  $\beta$ , les composantes  $\{100\}\langle 110\rangle$  et  $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2\rangle$  sont peu à peu formées et tendent donc à se rapprocher de la texture de la phase  $\beta$  de la microstructure FG.

Ces observations confirment que la microstructure UFG est initialement très hétérogène, que ce soit dans la morphologie des grains ou la texture cristallographique des phases. Les modifications microstructurales induites par le chauffage tendent à réduire ces hétérogénéités.

En résumé, au cours du maintien isotherme :

- (i) pour les deux microstructures (FG et UFG), la fraction de phase  $\alpha$  diminue avec la température avec une cinétique de dissolution rapide ;
- (ii) pour les deux microstructures (FG et UFG), la taille de grains  $\alpha$  augmente au cours du maintien isotherme par un mécanisme de coalescence ;
- (iii) la microstructure FG conserve une microstructure plutôt hétérogène jusqu'à 920 °C (répartition des phases, morphologie des grains  $\alpha$ ) et sa texture cristallographique (position des pôles),
- (v) la microstructure UFG, initialement très hétérogène, subit des évolutions de texture et de morphologie des grains (globularisation des grains  $\alpha$  observée à 750 °C) avec la température plus significatives que la microstructure FG.

### III.3 Apport de la DRX synchrotron sur l'étude des paramètres microstructuraux au chauffage

Dans cette partie, la diffraction synchrotron haute énergie est utilisée afin d'apporter des informations complémentaires à l'étude précédente, menée après retour à l'ambiante. Ainsi, nous avons suivi continuellement l'évolution des fractions volumiques de chaque phase, des distances interréticulaires ainsi que de la largeur à mi-hauteur lors d'une montée en température à 10 °C min<sup>-1</sup> et 60 °C min<sup>-1</sup> pour la microstructure FG et à 60 °C min<sup>-1</sup> pour la microstructure UFG.

Les objectifs étant, d'une part, pour la microstructure FG, d'étudier l'influence de la vitesse de chauffage sur ces paramètres et, d'autre part, de comparer l'évolution en température de chaque microstructure pour une même vitesse de chauffage (60 °C min<sup>-1</sup>).

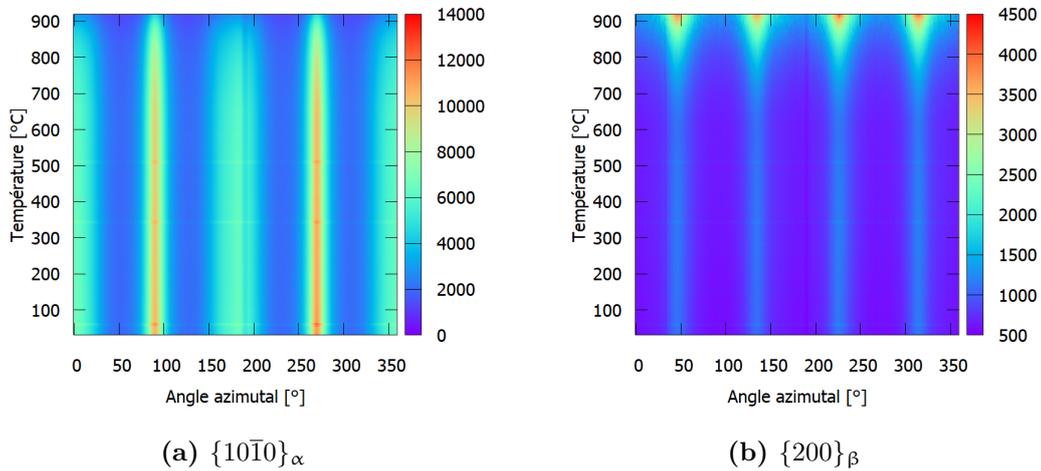
#### III.3.1 Fraction de phase (microstructure FG)

Pour rappel, la fraction de phase  $\alpha$  a été déterminée par la mesure de l'intensité diffractée intégrée à partir de la méthode "pic à pic" en raison de la texture cristallographique des échantillons (Section.II.2.3.3-3 Chap.II p.49). Pour pouvoir appliquer cette méthode, la texture cristallographique ne doit pas évoluer lors de la dissolution de la phase  $\alpha$ . De fait, comme montré dans la partie précédente, la texture de la microstructure UFG étant modifiée au cours du chauffage, les évolutions de fraction de phase ne seront présentées et discutées que pour la microstructure FG.

Pour la microstructure FG, afin de s'assurer que la texture reste inchangée, nous avons suivi qualitativement l'évolution de la texture cristallographique en analysant les variations en intensité sur l'azimut des anneaux correspondant aux plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  avec la température pour une vitesse de chauffage de 60 °C min<sup>-1</sup> (Fig.III.17a et III.17b). Nous avons sélectionné ces deux familles de plans car les pics de diffraction sont isolés.

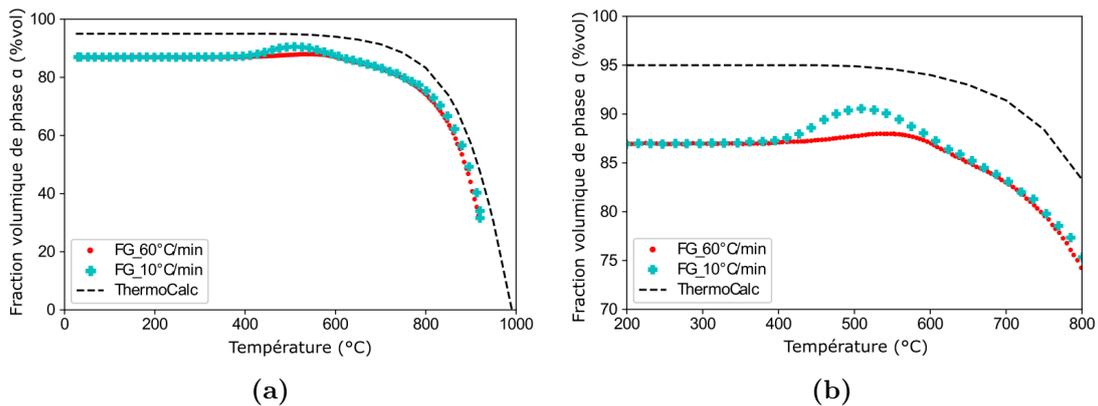
Nous pouvons constater que les variations en intensité diffractée selon l'angle azimutal des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  évoluent peu au cours du chauffage. En valeur absolue, les variations constatées à haute température correspondent à la dissolution de la phase  $\alpha$ .

En revanche, nous ne constatons pas de variation relative en azimut, ce qui suppose que la texture évolue peu lors de la dissolution de la phase  $\alpha$  et conforte de nouveau l'hypothèse d'un déplacement de l'interface  $\alpha/\beta$  et non de la germination de la phase  $\beta$  dans le domaine de température de transformation de phases.



**Figure III.17** – Diffractogrammes 2D de l'intensité diffractée intégrée des pics  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) en fonction de l'angle azimutal pour une vitesse de chauffage de  $60^\circ\text{C min}^{-1}$  selon la température pour la microstructure FG.

Le calcul de la fraction de phase  $\alpha$  à partir de l'intensité diffractée intégrée peut alors être effectué pour la microstructure FG. Ainsi l'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  au cours des chauffages à  $10^\circ\text{C min}^{-1}$  et  $60^\circ\text{C min}^{-1}$  jusqu'à  $920^\circ\text{C}$  pour la microstructure FG est reportée sur la figure III.18.



**Figure III.18** – Évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  au cours d'une montée en température de  $10^\circ\text{C min}^{-1}$  et  $60^\circ\text{C min}^{-1}$  pour la microstructure FG (DRX synchrotron - méthode "pic à pic") dans le domaine  $[0-1000^\circ\text{C}]$  (a) et  $[200^\circ\text{C}-800^\circ\text{C}]$  (b).

On note que la fraction volumique de la phase  $\alpha$  évolue peu jusqu'à 600 °C. Pour la vitesse de chauffage lente, nous notons toutefois une légère augmentation d'environ 1,4% de la fraction volumique de phase  $\alpha$  pour des températures comprises entre 450 °C et 600 °C (Fig. III.18b). Nous attribuons cette variation à un effet cinétique notable aux basses températures. En effet, l'écart entre les valeurs expérimentales et celles prédites à l'équilibre thermodynamique tend à diminuer dans cet intervalle de température. Cette augmentation du taux de phase  $\alpha$  peut être associée à un mécanisme de précipitation ou encore à la croissance de la phase  $\alpha$  existante. Il est difficile de trancher sans analyse complémentaire mais nous pensons, toutefois, que le mécanisme principal est celui d'une croissance de la phase  $\alpha$  existante car il est fort probable que la mesure de la taille critique des domaines de cohérence par diffraction synchrotron haute énergie ne permette pas de détecter les fins précipités.

Dans la littérature, cette augmentation de la fraction de phase  $\alpha$  est reportée et décrite comme étant également dépendante de la vitesse de chauffage [Rob07][Bar+15]. Ainsi, Barriobero et al. supposent que cette augmentation est liée à une partition forte des éléments solutés dans le même domaine de transformation pour l'alliage de titane Ti-6Al-6V-2Sn, également appuyée par un écart à la linéarité du paramètre de maille de la phase  $\beta$  [Bar+15].

Pour des températures supérieures à 600 °C, la phase  $\alpha$  se dissout progressivement au profit de la phase  $\beta$ , quelle que soit la vitesse de chauffage considérée, et confirme les résultats obtenus par analyse surfacique. La cinétique de dissolution de la phase  $\alpha$  est similaire pour les deux vitesses de chauffage, confirmant ainsi les résultats issus de la littérature [Elm+05b].

La comparaison avec les valeurs prédites à l'équilibre thermodynamique est délicate à interpréter car nous supposons, pour les valeurs expérimentales, que le rapport des pics de diffraction à l'état initial est égal à la fraction de phase  $\alpha$  déterminée par analyse d'images. Cette hypothèse ne tient pas compte bien évidemment des fines aiguilles de phase  $\alpha$  présentes à l'état initial car elles sont difficilement accessibles expérimentalement. Cette erreur se propage ainsi pour les hautes températures car il s'agit de valeurs relatives.

### III.3.2 Distance interréticulaire

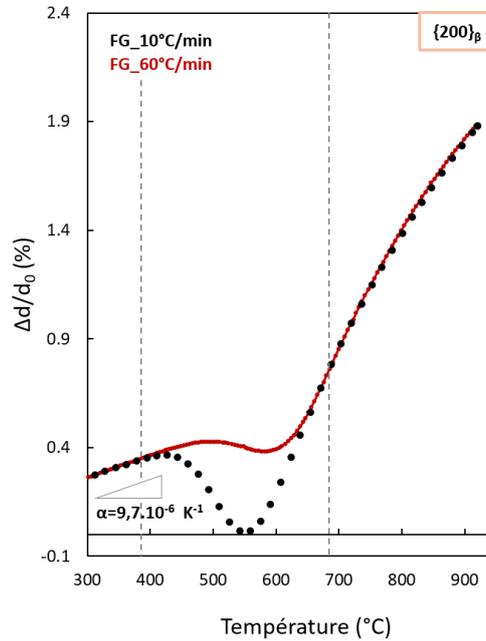
Les distances interréticulaires  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$ ,  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$ , respectivement des phases  $\alpha$  et  $\beta$ , ont été déterminées au chauffage par la méthode "pic à pic". Les variations relatives des distances interréticulaires  $((d - d_0)/d_0)$  seront ici considérées. L'analyse des variations relatives facilite la comparaison des données.

#### III.3.2.1 Cas de la microstructure FG

La figure III.19 présente les variations relatives de la distance interréticulaire  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  au chauffage pour deux vitesses de montée en température ( $10^\circ\text{C min}^{-1}$  et  $60^\circ\text{C min}^{-1}$ ) dans le cas de la microstructure FG.

Nous constatons trois domaines distincts en température. Le premier est compris entre l'ambiante et 400 °C-500 °C, en fonction de la vitesse de chauffage. Dans ce domaine, l'évolution est linéaire avec un coefficient de dilatation thermique de  $9,7 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour les deux vitesses de chauffage.

Ces valeurs sont comparables à celles tirées de la littérature pour la phase  $\beta$  qui sont comprises entre  $9,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  et  $9,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [Elm+05b][Bru08].



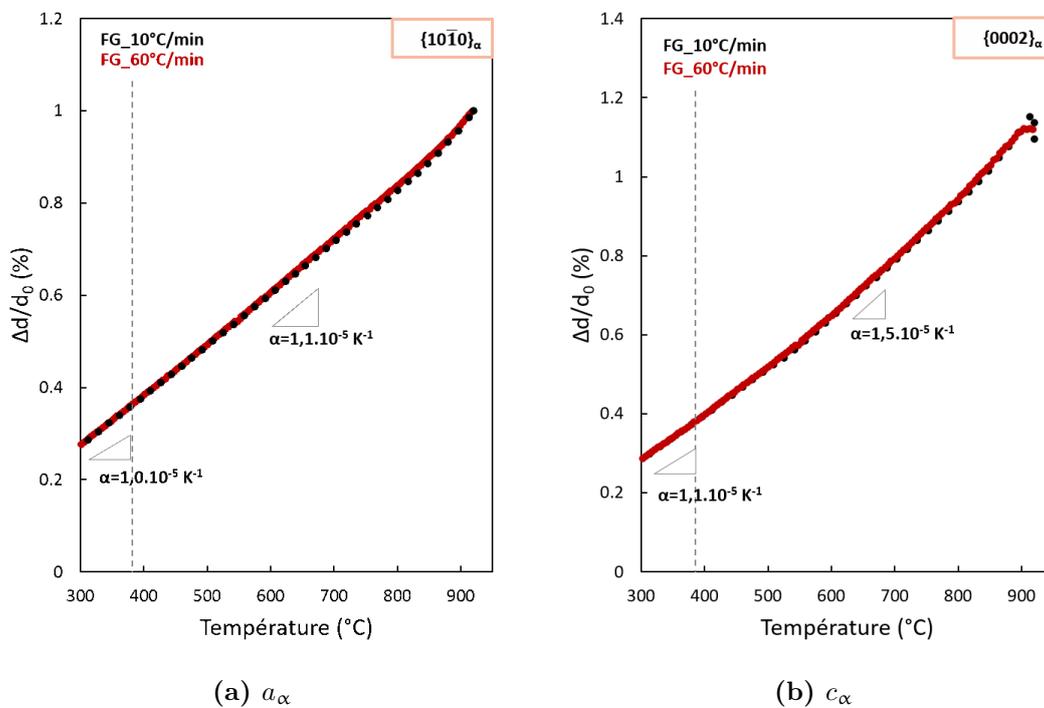
**Figure III.19** – Évolution relative de la distance interréticulaire  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  en fonction de la température pour deux vitesses de chauffage ( $10 \text{ °C min}^{-1}$  et  $60 \text{ °C min}^{-1}$ ).

Dans le second intervalle en température, compris entre  $400 \text{ °C}$  et  $600 \text{ °C}$  en fonction de la vitesse de chauffage, on assiste à une forte diminution de la distance interréticulaire des plans  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$ . L'amplitude de décroissance est fonction de la vitesse de chauffage, suggérant qu'un effet cinétique opère. Cette tendance est également rapportée dans la littérature pour les alliages Ti-6Al-4V chauffés à  $2 \text{ °C s}^{-1}$  [Sie+13] et Ti-6Al-6V-2Sn chauffés à  $0,33 \text{ °C s}^{-1}$  [Bar+15]. Toutefois, les amplitudes observées au cours de ces travaux sont moindres. Deux mécanismes principaux peuvent être proposés en s'appuyant sur la littérature. Le premier est attribué à une relaxation des contraintes résiduelles formées lors du refroidissement antérieur [Elm+05b][Elm+05a][Sch+01]. La relaxation des contraintes ne peut être écartée dans notre cas en raison de la faible quantité de la phase  $\beta$  et des conditions thermomécaniques. Le second mécanisme est une fine précipitation de la phase  $\alpha$  qui peut se produire dans cette plage de température en raison d'une sursaturation en éléments solutés de la phase  $\beta$ . En effet, l'augmentation de la température induit la partition des éléments d'alliages vers leur phase respective (Al stabilisant la phase  $\alpha$  et V stabilisant la phase  $\beta$ ) [Bar+15]. Par conséquent, une transformation de phases  $\beta \rightarrow \alpha$  entraînera in fine une réduction du coefficient de dilatation thermique de la phase  $\beta$ .

Dans le troisième intervalle en température compris entre  $550 \text{ °C}$  et  $900 \text{ °C}$ , la distance interréticulaire  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  augmente notablement lorsque la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  est effective. En effet, l'application de hautes températures entraîne, en partie, la dilatation thermique de la maille cristallographique.

De plus, au fur et à mesure de la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$ , le vanadium sera distribué dans une quantité croissante de phase  $\beta$ . Or, le vanadium a un rayon atomique inférieur à celui du titane, respectivement 1,71 Å et 1,76 Å. En conséquence, sa teneur moyenne diminuera et le paramètre de maille de la phase  $\beta$  augmentera avec la température [Wel+93]. Une évolution comparable a été rapportée pour une condition proche de l'équilibre thermodynamique [Dob+01][Elm+05b].

Les évolutions relatives de la distance interréticulaire des plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{0002\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$ , portées respectivement sur les figures III.20a et III.20b, sont très éloignées de celles de la phase  $\beta$  présentées précédemment. Nous avons volontairement choisi ces deux distances interréticulaires car elles traduisent respectivement les paramètres de maille  $a$  et  $c$  de la phase  $\alpha$ . Nous observons un comportement quasiment linéaire, notamment pour la distance  $d_{\{10\bar{1}0\}}$ . Le coefficient de dilatation thermique entre l'ambiante et 400 °C est de  $1,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour la distance  $d_{\{10\bar{1}0\}}$  et est de  $1,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour la distance  $d_{\{0002\}}$ . Ces valeurs sont proches de celles tirées de la littérature [Bru08].



**Figure III.20** – Évolution relative des distances interréticulaires de la phase  $\alpha$  ( $\{10\bar{1}0\}$  (a) et  $\{0002\}$  (b)) pour deux vitesses de chauffage ( $10 \text{ °C min}^{-1}$  et  $60 \text{ °C min}^{-1}$ ).

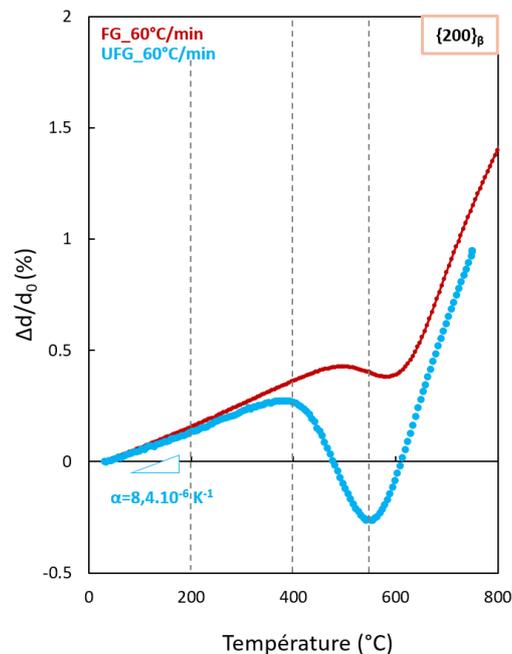
Ces évolutions linéaires peuvent paraître surprenantes car on aurait pu s'attendre à une forte augmentation des distances interréticulaires correspondant à un état en traction, en réponse à la contraction de la phase  $\beta$  observée dans l'intervalle de température de 400 °C à 600 °C (Fig.III.19). Ceci étant, le comportement de chaque phase est à pondérer par leur fraction massique respective soit environ 87% de phase  $\alpha$  et 13% de phase  $\beta$ . Au-dessus de 400 °C, l'évolution des distances interréticulaires diffère. Ainsi, les coefficients de dilatation thermique dans les directions normales aux plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{0002\}_\alpha$  sont respectivement de  $1,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  et de  $1,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

Cette différence de coefficient de dilatation thermique suivant les directions  $a$  et  $c$  est liée à une anisotropie élastique de la maille hcp [Paw+68] ou à une augmentation de la teneur en éléments interstitiels (O, N) [Jaf58], conduisant ainsi à une distorsion de la maille hexagonale compacte. Dans notre cas, il est difficile d'écarter une des deux hypothèses tirées de la littérature. Ceci étant, il est important de rappeler que le traitement thermique a été réalisé sous vide secondaire et que le volume sondé est de  $0,75 \text{ mm}^3$ , ce qui suppose que le volume affecté par la contamination en oxygène et en azote est faible. De fait, nous pensons que la contribution principale est celle de l'anisotropie élastique de la maille.

Pour ponctuer sur la microstructure FG, nous ne constatons pas d'impact de la vitesse de chauffage sur l'évolution des distances interréticulaires de la phase  $\alpha$ .

### III.3.2.2 Cas de la microstructure UFG

La figure III.21 compare les variations relatives des distances interréticulaires  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  des microstructures FG et UFG pour une même vitesse de chauffage ( $60^\circ\text{C min}^{-1}$ ).

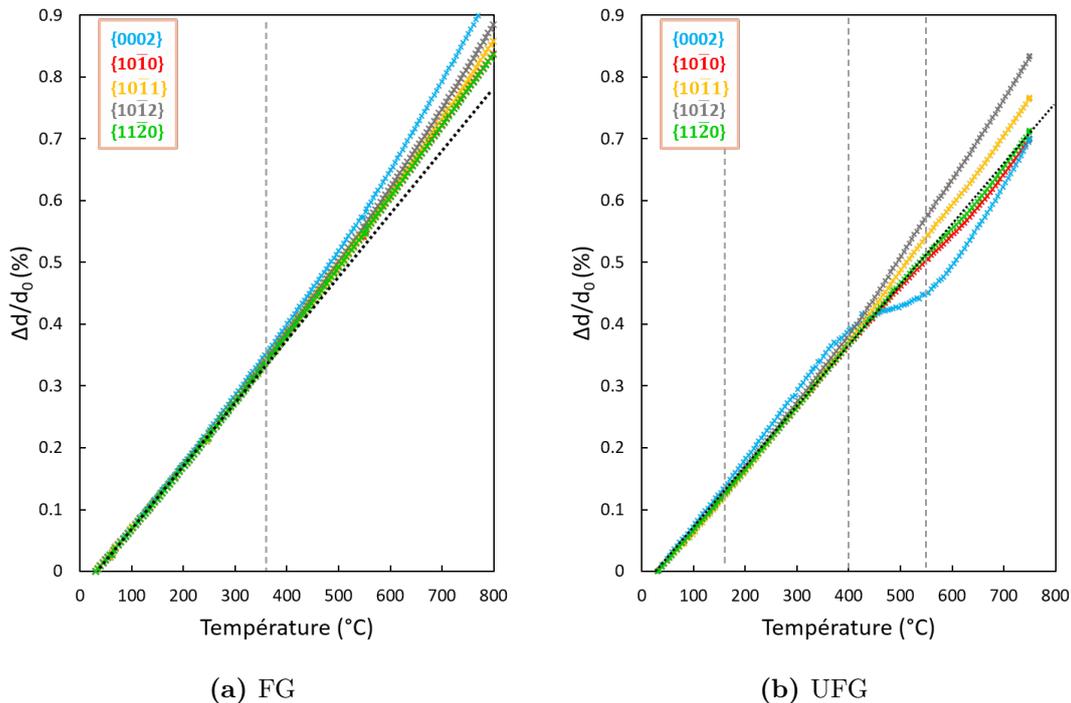


**Figure III.21** – Variations relatives de la distance interréticulaire  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  en fonction de la température pour deux microstructures FG et UFG avec une vitesse de chauffage de  $60^\circ\text{C min}^{-1}$ .

Nous pouvons constater un effet notable de la microstructure initiale sur le comportement dans le second domaine identifié précédemment. Ainsi, la diminution de la distance interréticulaire  $\{200\}_\beta$  est clairement plus forte pour la microstructure UFG. Par ailleurs, l'écart à la linéarité se produit à plus basse température par rapport à la microstructure FG.

Là encore, les deux hypothèses énumérées précédemment peuvent être émises (la relaxation des contraintes résiduelles formées lors du refroidissement antérieur ou une fine précipitation de la phase  $\alpha$  par la partition des éléments d'alliages vers leur phase respective). Ceci étant, il est difficile de penser qu'une fine précipitation impacte autant les distances interréticulaires de la phase  $\beta$  sans que cela ne se traduise par une augmentation notable du taux de phase  $\alpha$ .

La figure III.22 compare la variation relative  $((d - d_0)/d_0)$  de plusieurs distances interréticulaires de la phase  $\alpha$  ( $d_{\{0002\}}$ ,  $d_{\{10\bar{1}0\}}$ ,  $d_{\{10\bar{1}1\}}$ ,  $d_{\{10\bar{1}2\}}$  et  $d_{\{11\bar{2}0\}}$ ) avec la température pour une vitesse de chauffage de  $60^\circ\text{C min}^{-1}$  pour les microstructures FG (Fig.III.22a) et UFG (Fig.III.22b). Là encore, nous constatons des différences notables.



**Figure III.22** – Variations relatives des distances interréticulaires de la phase  $\alpha$  ( $\{10\bar{1}0\}_\alpha$ ,  $\{0002\}_\alpha$ ,  $\{10\bar{1}1\}_\alpha$ ,  $\{10\bar{1}2\}_\alpha$  et  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$ ) en fonction de la température pour une vitesse de chauffage de  $60^\circ\text{C min}^{-1}$  et deux microstructures FG (a) et UFG (b).

Ainsi, la famille de plans cristallographiques  $\{0002\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  de la microstructure UFG se comporte différemment de celle de la microstructure FG.

En effet, nous observons un premier écart à la linéarité à partir de  $200^\circ\text{C}$  (traction) sur un intervalle de température d'environ  $200^\circ\text{C}$  (Fig.III.22b). Puis, nous notons de nouveau un écart à la linéarité plus marqué (compression) avant le début de la dissolution de la phase  $\beta$  (entre  $400^\circ\text{C}$  et  $550^\circ\text{C}$ ) et donc dans le même intervalle de température où l'on observe une forte diminution de la distance interréticulaire  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$ . Pour rappel, en complément des écarts de taille de grains  $\alpha$ , nous avons supposé que la microstructure initiale UFG est potentiellement composée de fines lamelles de martensite  $\alpha'$  ou ayant une phase  $\alpha$  dont la composition chimique est hors équilibre.

Ces écarts à la linéarité sont complexes à comprendre car la phase  $\beta$  est également en compression. En effet, si l'on considère que la contribution principale est celle associée aux contraintes générées dans les phases en dépit de l'absence de changement de phases, cela devrait conduire à une contrainte moyenne de compression dans l'une des deux phases et inversement pour la seconde phase.

Ce comportement peut également être attribué à la décomposition de la martensite  $\alpha'$ . En effet, la décomposition de la martensite devrait conduire à une partition progressive des éléments solutés avec une diffusion à courte distance au vue des températures considérées et modifier ainsi les paramètres de maille moyens des deux phases.

La décomposition de la martensite peut également conduire à un dédoublement des pics de diffraction caractéristiques de la martensite  $\alpha'$  en raison de la formation de la phase  $\alpha$ . Dans ce cas, il ne s'agit pas d'un changement progressif de la chimie de la martensite  $\alpha'$  pour tendre vers celle de la phase  $\alpha$  mais d'une germination croissance de la phase  $\alpha$ , probablement aux interfaces  $\alpha'/\beta$ . Après une analyse fine des pics de diffraction de la phase  $\alpha'/\alpha$ , aucun dédoublement et aucune dissymétrie n'ont été observés dans cette plage de température, ce qui suppose que la décomposition de la martensite ou de la phase  $\alpha$  (dont la composition serait initialement hors équilibre) opère par un mécanisme de partitionnement progressif des éléments solutés. En revanche, nous n'expliquons pas pourquoi la fraction de phase  $\alpha$  évolue peu dans ce domaine de température.

### III.3.3 Largeur à mi-hauteur

Comme mentionné dans le chapitre 2 (Section.II.2.3.3 Chap.II p.49), la largeur à mi-hauteur (FWHM) traduit, d'une part les hétérogénéités chimiques et mécaniques de la phase et d'autre part la taille des domaines diffractant.

#### III.3.3.1 Cas de la microstructure FG

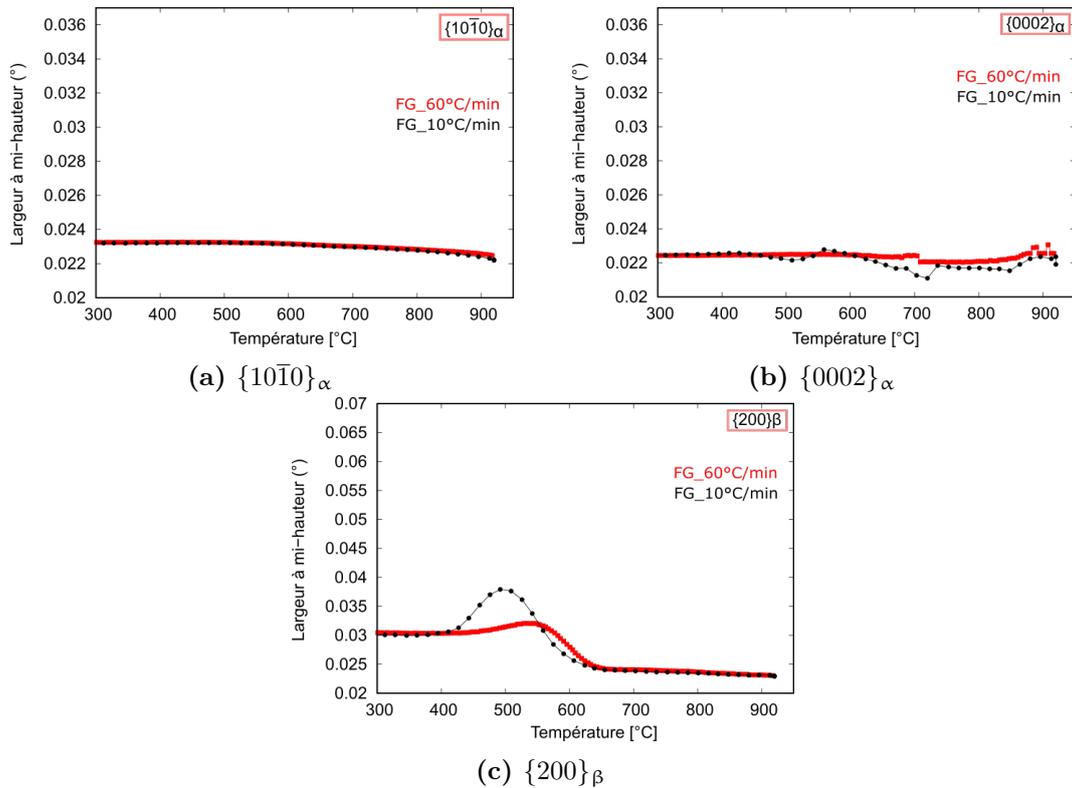
La figure III.23 montre l'évolution de la FWHM des pics de diffraction correspondant aux familles de plans  $\{200\}_\beta$ ,  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{0002\}_\alpha$  de la microstructure FG avec la température pour deux vitesses de chauffage ( $10^\circ\text{C min}^{-1}$  et  $60^\circ\text{C min}^{-1}$ ).

Pour la phase  $\alpha$ , aucune variation n'est constatée avec la température, quelle que soit la vitesse de chauffage ( $10^\circ\text{C min}^{-1}$  et  $60^\circ\text{C min}^{-1}$ ). À l'inverse, la FWHM des pics de diffraction de la phase  $\beta$  augmente à partir de  $400^\circ\text{C}$  pour atteindre une valeur maximale dont l'amplitude et la position en température sont dépendantes de la vitesse de chauffage.

Ainsi, lorsque la vitesse de chauffage augmente, l'amplitude diminue et sa position est décalée vers les hautes températures. Au-delà de ce maximum, la FWHM diminue progressivement pour atteindre une valeur de nouveau constante au-dessus de  $670^\circ\text{C}$ .

L'élargissement de la FWHM ne peut pas être attribué à la relaxation des contraintes et/ou à une augmentation de la taille des domaines de cohérence. En effet, ces deux contributions devraient conduire à une diminution progressivement des hétérogénéités locales de déformation élastique et ainsi à une réduction de la FWHM. Ainsi, seules des hétérogénéités chimiques à l'échelle de la phase et/ou la formation de distorsions locales dans ces grains peuvent expliquer l'augmentation de la FWHM. Nous avons montré précédemment que la fraction volumique de la phase  $\alpha$  augmente légèrement dans cet intervalle de température pour la vitesse de chauffage la plus lente (effet cinétique).

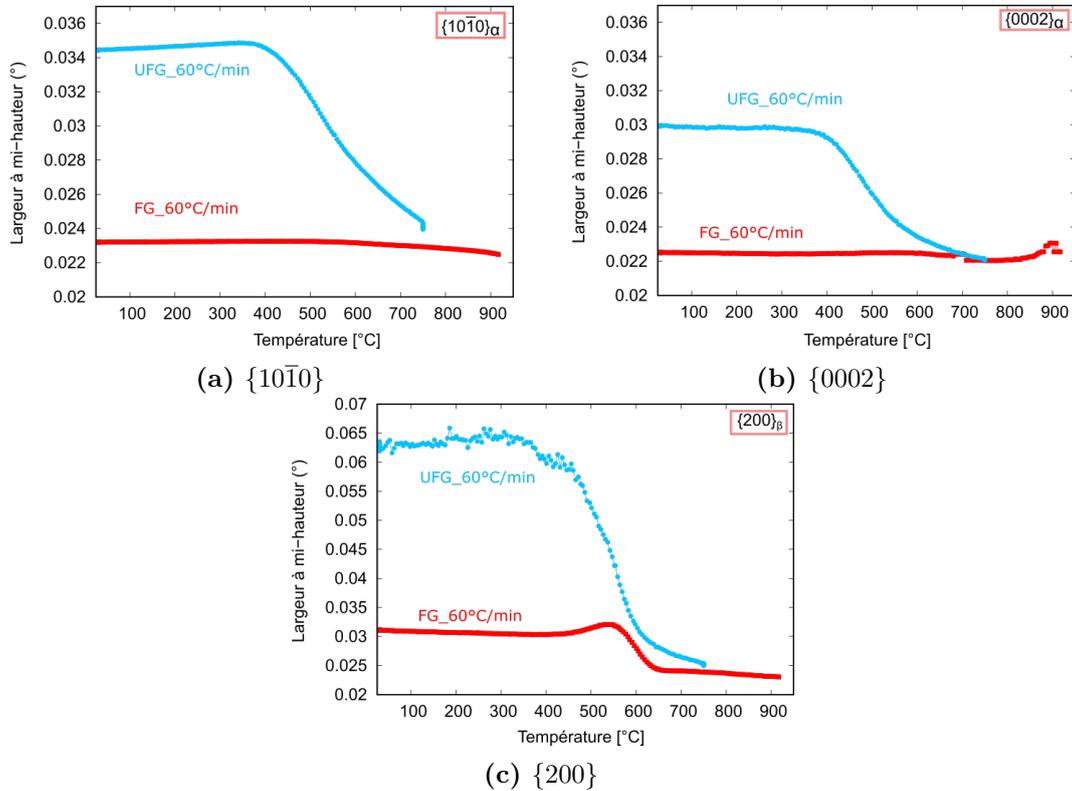
De fait, la phase  $\beta$  doit s'enrichir progressivement en éléments solutés  $\beta$ -gènes avec des longueurs de diffusion relativement courtes, compte tenu du domaine de transformation en température. Un gradient de concentration depuis l'interface  $\alpha/\beta$  dans la phase  $\beta$  est ainsi fortement probable. Nous pensons donc que la contribution principale permettant d'expliquer l'augmentation de la FWHM est celle d'un gradient de concentration dans la phase  $\beta$ . Cette hypothèse est, d'une part confortée par l'augmentation de la fraction volumique de phase  $\alpha$  dans le même intervalle de température, et d'autre part, par un effet cinétique mis en évidence avec une amplitude et une position en température tributaire de la vitesse de chauffage. Avec l'augmentation de la température, les longueurs de diffusion de chaque éléments solutés augmentent, conduisant ainsi à une réduction des gradients de concentration et ainsi à une diminution de la FWHM.



**Figure III.23** – Variations de la largeur à mi-hauteur des pics  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a),  $\{0002\}_\alpha$  (b) et  $\{200\}_\beta$  (c) pour la microstructure FG lors du chauffage à  $10\text{ °C min}^{-1}$  et  $60\text{ °C min}^{-1}$ .

### III.3.3.2 Cas de la microstructure UFG

La figure III.24 compare l'évolution des FWHMs des pics de diffraction des phases  $\alpha$  et  $\beta$  pour les deux microstructures FG et UFG. Là encore, l'exploitation de cette grandeur est riche d'informations puisque nous observons, de nouveau, des différences notables entre les deux microstructures.



**Figure III.24** – Comparaison des variations de la largeur à mi-hauteur des pics  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a),  $\{0002\}_\alpha$  (b) et  $\{200\}_\beta$  (c) pour les microstructures FG et UFG lors de la montée en température pour une vitesse de chauffage de  $60\text{ °C min}^{-1}$ .

Il peut clairement être observé que les FWHMs des pics de diffraction des deux phases, à l'état initial, sont beaucoup plus élevés dans le cas de la microstructure UFG. Comme montré précédemment, la microstructure UFG possède probablement des tailles de domaines cohérents plus petites (sous-grains et cellules de dislocations) et des distorsions locales d'origine chimique (gradient de concentration dans une même phase) ou mécanique dans les phases (présence de défauts ponctuels, telles que des lacunes). Ces deux contributions peuvent expliquer les forts écarts constatés. Entre l'ambiante et  $400\text{ °C}$  pour la microstructure UFG, la FWHM des pics de diffraction des plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{0002\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  reste quasiment constante. À partir de  $400\text{ °C}$ , pour la microstructure UFG seulement, une forte diminution de la FWHM est observée, quelles que soient la phase et la famille de plans considérées (Fig.III.24). Au vue des éléments de discussion apportés précédemment, seules une diminution des distorsions locales (chimiques ou de déformation) et une augmentation de la taille des cristallites permettent d'expliquer la diminution de la FWHM des pics de diffraction des familles de plans des phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

### III.4 Conclusion

La caractérisation des deux microstructures initiales (FG et UFG) a permis de montrer que la microstructure ainsi que la texture cristallographique sont différentes dans ces deux états. Dans ce chapitre, l'influence du chauffage et du maintien isotherme en température sur les évolutions de la microstructure et de la texture a été étudiée pour ces deux microstructures initiales. L'état microstructural, résultant des traitements thermiques appliqués, a été observé par MEB et analyse d'images afin d'extraire la fraction de phase, la morphologie et la taille des grains  $\alpha$ . La texture cristallographique a été analysée par diffraction de rayons X synchrotron haute énergie au travers de figures de pôles. Cette technique de caractérisation a également permis d'apporter des éléments quant à l'évolution de la microstructure, au travers de l'intensité diffractée intégrée, de la distance interréticulaire et de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction.

L'analyse de la microstructure après traitement thermique et retour à l'ambiante, nous ont permis de montrer que :

- la fraction de phase  $\alpha$  diminue avec l'élévation de la température, à partir de 750 °C pour la microstructure FG et 650 °C pour la microstructure UFG,
- la microstructure FG présente, à l'état initial, une morphologie des grains et une répartition des phases plutôt hétérogènes, qui sont majoritairement conservées à 920 °C, malgré un début de globularisation et une augmentation des domaines de phase  $\beta$  ;
- les figures de pôles mesurées pour la microstructure FG après refroidissement lent depuis 920 °C sont représentatives de la texture présente à haute température (position et intensité des pôles),
- après trempe, seule la position des pôles est représentative de la texture présente à haute température, de par la présence de la martensite  $\alpha'$  (d'après les figures de pôles obtenues après trempe).
- la microstructure UFG présente, à l'état initial, une microstructure (morphologie des grains, une répartition des phases) beaucoup plus hétérogène que pour la microstructure FG, qui est conservée à 650 °C et est majoritairement globularisée à 750 °C.

Le suivi in-situ des paramètres cristallographiques au cours du chauffage, nous a permis d'émettre des hypothèses pertinentes quant aux phénomènes suivants :

- la microstructure FG présente, entre 400 °C et 500 °C, une fine précipitation de phase  $\alpha$ , contrôlée par la diffusion avec la partition des éléments solutés entre les phases, en raison d'une sursaturation probable en éléments solutés dans la phase  $\beta$  ;
- la microstructure UFG subit, à partir de 400 °C, une relaxation des contraintes internes formées suite au traitement de mise en forme initialement appliqué ainsi qu'une partition des éléments solutés entre les phases (initialement répartis de façon hétérogène).

La microstructure et la texture cristallographique sont donc fortement dépendantes de la température ainsi que de l'état initial considéré. Dans le chapitre 4, nous nous servons des états traités thermiquement présentés dans ce chapitre comme point de départ afin de caractériser l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique au cours d'essais de traction à haute température. Au vu des microstructures initiales considérées et des différences d'état microstructural ici constatées, nous pouvons nous attendre à ce que le comportement mécanique du matériau et donc les mécanismes de déformation mis en jeu diffèrent.

# Évolution de la microstructure et de la texture cristallographique issues d'essais de traction à haute température

IV.1	Comportement mécanique en traction	90
IV.1.1	Cas de la microstructure FG	90
IV.1.2	Cas de la microstructure UFG	92
IV.2	Évolution microstructurale en traction à haute température (refroidissement four)	94
IV.2.1	Évolution de la morphologie et de la taille des grains $\alpha$ (FG et UFG)	94
IV.2.2	Joints de grains et sous-structures de déformation dans les grains $\alpha$ : évolution dans la microstructure FG	100
IV.2.3	Texture cristallographique	104
IV.2.4	Synthèse	112
IV.3	Apport de la diffraction des rayons X synchrotron haute énergie (DRX-HE)	114
	Préambule	114
IV.3.1	Évolution in-situ de la microstructure FG à 750 °C	118
IV.3.2	Évolution in-situ de la microstructure FG à 920 °C	127
IV.3.3	Évolution in-situ de la microstructure UFG	134
IV.4	Conclusion	144

Dans une démarche globale de compréhension des mécanismes de déformation à haute température, le comportement mécanique en traction de chaque état initial (FG et UFG) ainsi que les évolutions de la microstructure et de la texture cristallographique résultant de cette sollicitation à haute température sont présentés dans ce chapitre. De plus, une contribution expérimentale originale sera apportée par des mesures in-situ de déformation à haute température combinées à la diffraction synchrotron haute énergie.

## IV.1 Comportement mécanique en traction

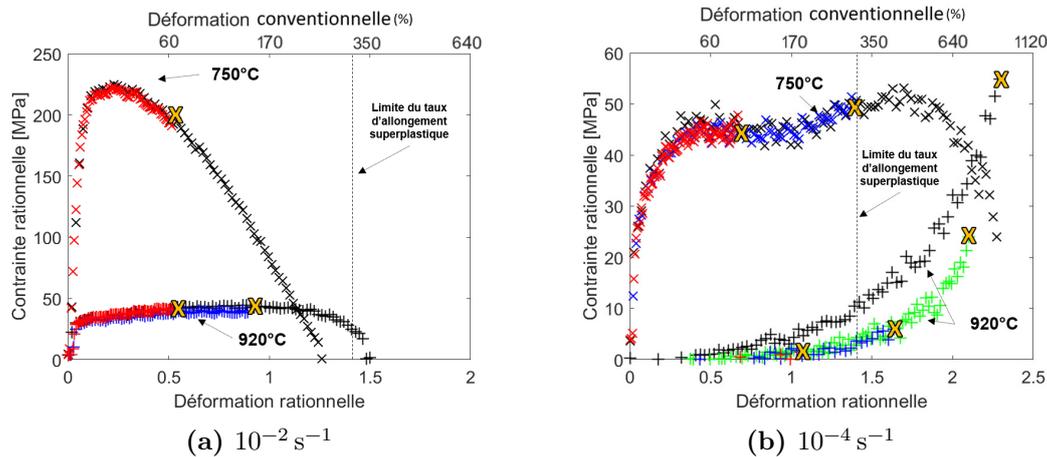
Comme présenté dans le chapitre 2, le comportement mécanique de l'alliage pour les deux états initiaux (FG et UFG) a été étudié par des essais de traction interrompus réalisés à deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et deux températures ( $750^\circ\text{C}$  et  $920^\circ\text{C}$  pour FG ;  $650^\circ\text{C}$  et  $750^\circ\text{C}$  pour UFG). Pour rappel, la direction de sollicitation correspond à la direction de laminage (DL).

### IV.1.1 Cas de la microstructure FG

La figure IV.1 présente les courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues lors des différents essais de traction interrompus réalisés sur la microstructure FG. On note, tout d'abord, que les essais sont reproductibles pour une même condition de température et de vitesse de déformation.

Concernant le comportement mécanique, nous constatons que, mis à part pour la condition de  $920^\circ\text{C}$   $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , montrant un durcissement continu, l'ensemble des courbes présente un domaine d'écrouissage suivi :

- (i) à vitesse de déformation élevée et à basse température, d'un adoucissement continu (Fig.IV.1a) ;
- (ii) à vitesse de déformation élevée et à haute température, d'un domaine stationnaire dans lequel la contrainte d'écoulement reste, malgré un léger durcissement, quasi constante jusqu'à des niveaux de déformation élevés (Fig.IV.1a). Ce régime stationnaire est typique de la superplasticité. On note, en fin d'essai, un adoucissement ;
- (iii) à faible vitesse de déformation et à basse température, d'un domaine quasi stationnaire montrant un léger adoucissement suivi, à partir d'environ 180% de déformation conventionnelle, d'un durcissement (Fig.IV.1b).

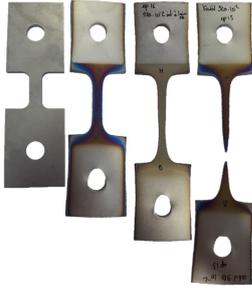
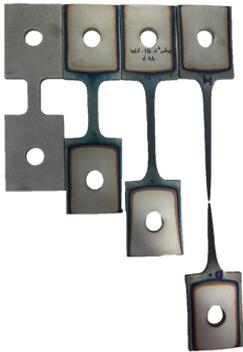
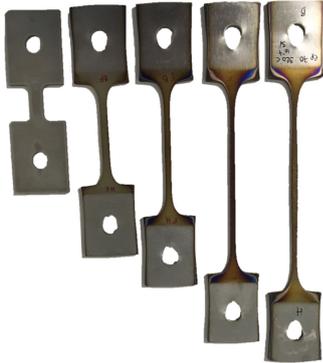


**Figure IV.1** – Courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues par essais de traction interrompus à deux températures ( $750^\circ\text{C}$  et  $920^\circ\text{C}$ ) et deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (a) et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (b)) pour la microstructure FG. Les croix jaunes signalent les essais interrompus.

En complément de ces courbes de traction, le tableau IV.1 montre les éprouvettes obtenues après essais interrompus (et donc pour différents niveaux de déformation). On y constate, en particulier, la formation d'une striction dans certaines conditions pouvant être reliée à l'adoucissement observé en fin d'essai.

Ainsi, cette diminution de la contrainte d'écoulement, observée en fin d'essai pour les conditions (ii) et (iii), serait essentiellement due à une localisation de la déformation. Pour la suite de l'étude, nous avons donc choisi de ne pas discuter cette partie de courbe car les données ne sont plus représentatives du comportement homogène du matériau. On note également que l'éprouvette sollicitée à  $920\text{ °C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  est la seule à ne pas avoir rompue car elle a atteint les limites de déformation de l'équipement utilisé.

**Table IV.1** – Éprouvettes obtenues après essais de traction interrompus à  $750\text{ °C}$  et  $920\text{ °C}$ , pour deux vitesses de déformation ( $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ) pour la microstructure FG. Les éprouvettes sont désignées en fonction de leur taux de déformation conventionnelle et rationnelle.

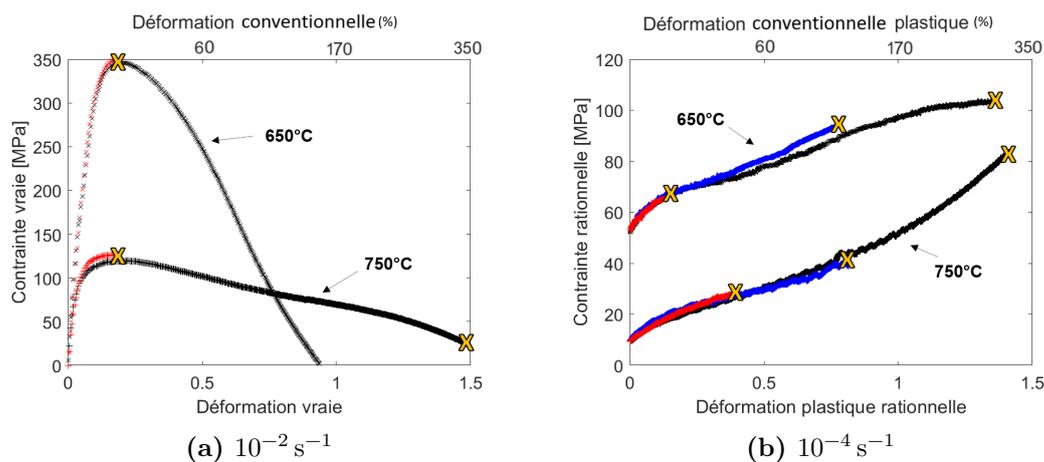
Conditions	$750\text{ °C}$	$920\text{ °C}$
Déformation conventionnelle	0%-70%-250%	0%-80%-190%-330%
Déformation rationnelle	0 - 0,5 - 1,3	0 - 0,5 - 0,9 - 1,5
$10^{-2}\text{ s}^{-1}$		
Déformation conventionnelle	0%-40%-220%-700%	0%-260%-420%-660%-740%
Déformation rationnelle	0 - 0,7 - 1,4 - 2,3	0 - 1,2 - 1,7 - 2,1 - 2,3
$10^{-4}\text{ s}^{-1}$		

Finalement, mis à part pour l'essai réalisé à basse température et vitesse de déformation élevée ( $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ), les niveaux de déformation conventionnelle atteints dépassent la valeur seuil de 300% caractéristique d'une déformation superplastique [Ala+15]. En complément, des essais de relaxation ont été réalisés (présentés en Annexe A), afin de calculer le paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $m$ , qui s'avère être supérieur à 0,3 à partir de  $750\text{ °C}$  pour la microstructure FG. Ainsi, nous pouvons confirmer que le matériau présente les caractéristiques d'un comportement superplastique dans cette gamme de température.

On note également que les faibles vitesses de déformation et hautes températures semblent favoriser l'apparition d'un durcissement (Fig.IV.1). On peut imaginer que des conditions (température/vitesse de déformation) induisant un trop fort durcissement seront évitées industriellement au cours du procédé de formage superplastique car elles nécessitent un ajustement continu de l'effort.

### IV.1.2 Cas de la microstructure UFG

La figure IV.2 montre les courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues lors des essais de traction interrompus réalisés à l'université de Kagawa, sur la microstructure UFG. En complément, le tableau IV.2 rassemble les images des éprouvettes obtenues après ces différents essais.



**Figure IV.2** – Courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues par essais de traction interrompus à deux températures ( $650\text{ °C}$  et  $750\text{ °C}$ ) et deux vitesses de déformation ( $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  (a) et  $10^{-4}\text{ s}^{-1}$  (b)) pour la microstructure UFG. Les croix jaunes signalent les essais interrompus.

Notons tout d'abord, sur la figure IV.2b, que pour une faible vitesse de déformation ( $10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ), seul le comportement plastique du matériau est représenté. En effet, en début de chargement, des soucis de contact "mors-éprouvette" ont rendu difficilement exploitable le début de l'essai.

Par ailleurs, comme noté pour la microstructure FG, on remarque que les essais interrompus réalisés dans des conditions de température et de vitesse de déformation similaires sont reproductibles. De plus, pour la microstructure UFG, on note que le comportement mécanique présente également une forte dépendance à la vitesse de déformation.

Pour une faible vitesse de déformation ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et quelle que soit la température ( $650^\circ\text{C}$  et  $750^\circ\text{C}$ ), les essais ont été interrompus après 9h30 d'essai sans rupture de l'éprouvette. En effet, dans ces conditions, l'éprouvette se déforme continument sans striction apparente de l'éprouvette (Tableau IV.2). Il apparaît également une augmentation continue de la contrainte (Fig.IV.2b) qui rappelle celle constatée pour la microstructure FG à  $920^\circ\text{C}$  et pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

De plus, toujours pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et contrairement au comportement à  $750^\circ\text{C}$ , on note à  $650^\circ\text{C}$  une augmentation de la contrainte moins importante à partir d'une déformation plastique rationnelle d'environ 1.

**Table IV.2** – Forme des éprouvettes obtenues après essais de traction à  $650^\circ\text{C}$  et  $750^\circ\text{C}$  pour des vitesses de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  dans le cas de la microstructure UFG. Les éprouvettes sont désignées en fonction de leur taux de déformation conventionnelle et rationnelle.

Conditions	$650^\circ\text{C}$	$750^\circ\text{C}$
Déformation conventionnelle	0%-20%-190%	0%-20%-340%
Déformation rationnelle	0 - 0,2 - 1,1	0 - 0,2 - 1,5
$10^{-2} \text{ s}^{-1}$		
Déformation conventionnelle	0%-45%-170%-320%	0%-70%-140%-340%
Déformation plastique rationnelle	0 - 0,4 - 1 - 1,5	0 - 0,5 - 0,9 - 1,5
$10^{-4} \text{ s}^{-1}$		

Pour une vitesse de déformation rapide ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), on constate :

(i) à  $650^\circ\text{C}$ , une valeur de contrainte d'écoulement élevée ainsi qu'un taux de déformation maximal faible (contrairement aux autres conditions). Cette observation est associée à une striction visible sur l'éprouvette obtenue à la rupture. On note également un adoucissement important à partir du pic de contrainte ;

(ii) à  $750^\circ\text{C}$ , un adoucissement modéré et progressif avec la présence d'un début de striction sur l'éprouvette avant 340% de déformation.

Finalement, mis à part pour la condition combinant une basse température ( $650^\circ\text{C}$ ) et une vitesse de déformation élevée ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), la microstructure UFG est caractérisée par des taux d'allongement élevés compatibles avec un comportement "superplastique". Or, en comparaison avec la microstructure FG, un durcissement est aussi obtenu pour une vitesse de déformation faible ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), mais cette fois, pour des températures plus basses ( $650^\circ\text{C}$  et  $750^\circ\text{C}$  contre  $920^\circ\text{C}$  pour la microstructure FG).

Ainsi, les différents essais mécaniques réalisés sur les microstructures FG et UFG confirment qu'une diminution de la taille de grains  $\alpha$  initiale, favorise de forts allongements à plus basse température et/ou pour une vitesse de déformation plus élevée [Mat+13b][Zhe+16]. Autrement dit, d'un point de vue industriel, cela peut conduire à une réduction de la température ainsi que du temps de mise en forme superplastique. En effet, nous avons montré que des taux d'allongements caractéristiques d'un comportement superplastique sont obtenus, sans durcissement, à  $750\text{ °C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  et  $920\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  pour la microstructure FG et à  $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  pour la microstructure UFG. De plus, pour une microstructure donnée, nous avons également montré qu'une augmentation de la température et/ou une diminution de la vitesse de déformation favorisent de forts allongements. Toutefois, les faibles vitesses de déformation induisent un fort durcissement, qui pourrait éventuellement être préjudiciable lors de la mise en œuvre industrielle par formage superplastique.

## IV.2 Évolution microstructurale en traction à haute température (refroidissement four)

Dans cette partie, les évolutions de la microstructure et de la texture cristallographique sont introduites, pour les deux états initiaux (FG et UFG), au cours de la déformation par l'intermédiaire d'essais de traction interrompus. À la suite de l'essai, l'éprouvette est refroidie lentement. Lors de ce refroidissement, comme montré dans le chapitre précédent, la vitesse de refroidissement est suffisamment lente pour éviter la germination de phase  $\alpha$  et seuls les grains  $\alpha$  existant croissent (Fig.III.14 Chap.III p.76). On admettra donc que les tendances observées dans cette partie restent représentatives du comportement du matériau.

Les évolutions de la morphologie et de la taille des grains  $\alpha$  ont été étudiées par observations au MEB et analyse d'images. De plus, des mesures EBSD ont permis d'obtenir des données complémentaires sur l'évolution des sous-structures granulaires dans la microstructure FG uniquement. Pour finir, les évolutions de texture cristallographique ont été obtenues par diffraction synchrotron haute énergie.

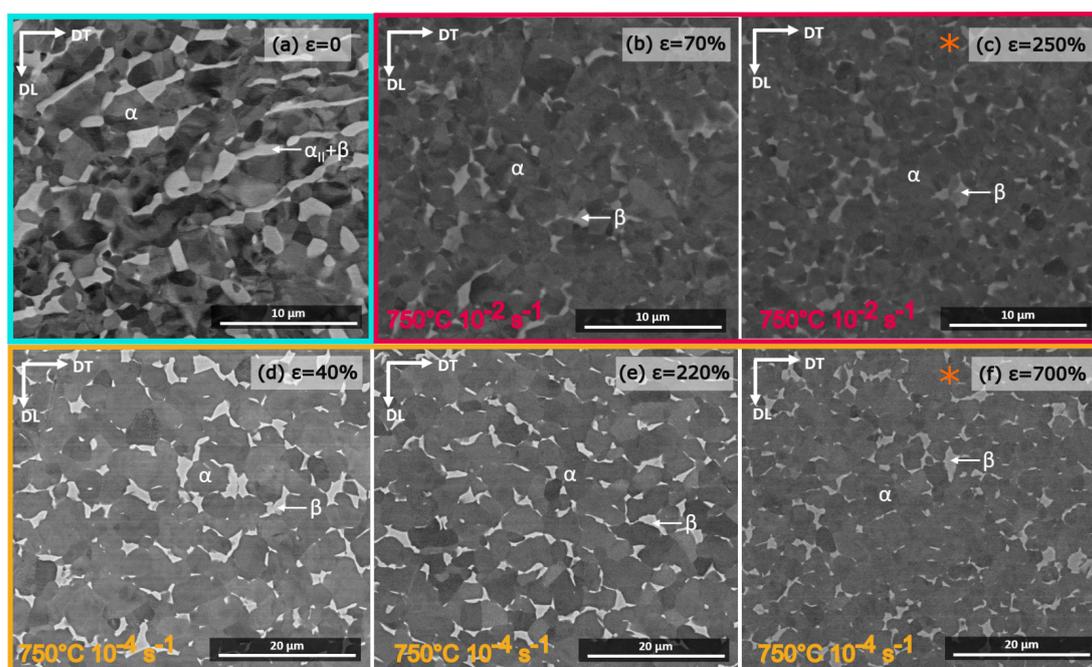
### IV.2.1 Évolution de la morphologie et de la taille des grains $\alpha$ (FG et UFG)

#### IV.2.1.1 Cas de la microstructure FG

Les figures IV.3 et IV.4 présentent les microstructures avant et après essais de traction interrompus, respectivement à  $750\text{ °C}$  et  $920\text{ °C}$ . La phase  $\alpha$  apparaît en sombre et la phase  $\beta$  en clair. Les microstructures "avant essai" (Fig.IV.3a et IV.4a) sont celles obtenues après maintien isotherme de 17,5 min suivi d'une trempe (présentées dans le chapitre 3 Fig.III.7 Chap.III p.70). Ces 17,5 min correspondent approximativement au temps de maintien à la température d'essai avant chargement mécanique. Ces observations au MEB nous permettent de nous rendre compte de la morphologie, de la taille et de la répartition des phases juste avant l'essai mécanique. Au contraire, les microstructures "après essais interrompus" ont été obtenues après refroidissement lent dans le four. Pour rappel, comme montré dans le chapitre 3, la taille de grains  $\alpha$  mesurée après refroidissement lent depuis les hautes températures est plus importante (croissance lors du refroidissement) par rapport à celle présente à haute température.

Après maintien isotherme de 17,5 min à 750 °C, la microstructure conserve une morphologie et une répartition spatiale des phases proche de l'état initial (Fig.III.2.1 Chap.III p.70). À 920 °C (Fig.IV.4a), les grains  $\alpha$  présentent une morphologie également assez hétérogène, même si la globularisation semble avoir débutée. En effet, la haute température appliquée favorise la restauration qui participe au début de globularisation des lamelles  $\alpha$  [Xu+18]. On note que la phase  $\beta$  conserve une distribution spatiale hétérogène aux interfaces. De plus, une légère augmentation de la taille de grains  $\alpha$  à 920 °C est constatée. Comme montré dans le chapitre 3, cette observation est liée à la température appliquée pour laquelle la transformation de phases  $\alpha \rightarrow \beta$  entraîne la dissolution des grains  $\alpha$  de petite taille. Ainsi, juste avant sollicitation mécanique à 920 °C, la microstructure a déjà légèrement évolué.

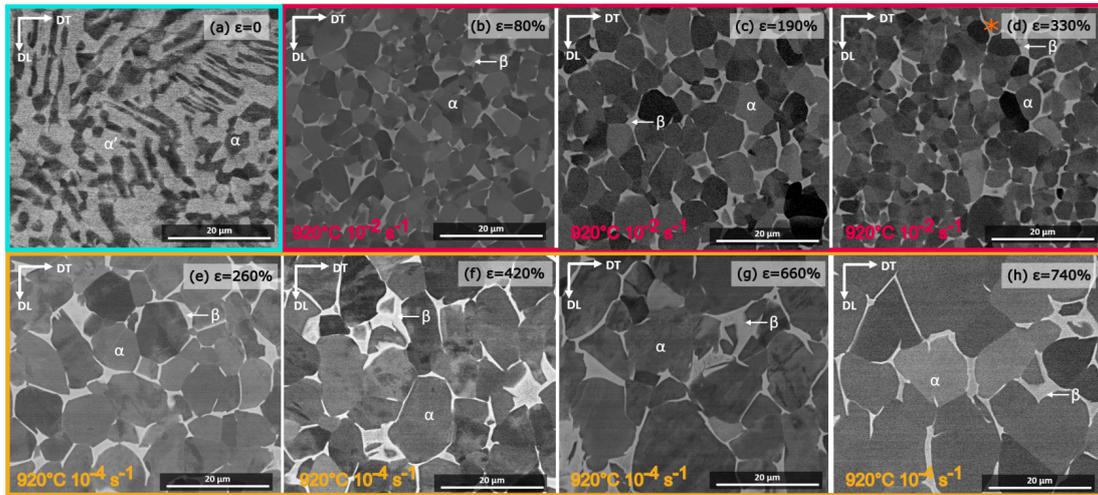
Dès le premier stade de déformation, nous constatons que la microstructure traitée thermiquement à 750 °C (Fig.IV.3a), initialement hétérogène a évolué vers une microstructure avec une morphologie nodulaire de la phase  $\alpha$  et une distribution spatiale plus homogène (Fig.IV.3b et IV.3d). Le mécanisme alors mis en jeu en début d'essai, à cette température, est à rapprocher de ceux reportés dans la littérature à propos du phénomène de "globularisation" (Fig.I.23 Chap.I p.35) [Ses+99][Mot+14a][Zha+16].



**Figure IV.3** – Images MEB de la microstructure FG obtenues après maintien isotherme de 17,5 min à 750 °C, suivi d'une trempe (a) et essais de traction interrompus à différents taux de déformation effectués à 750 °C à deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (b,c) et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (d-f)), suivis d'un refroidissement lent. Les astérisques marquent la rupture.

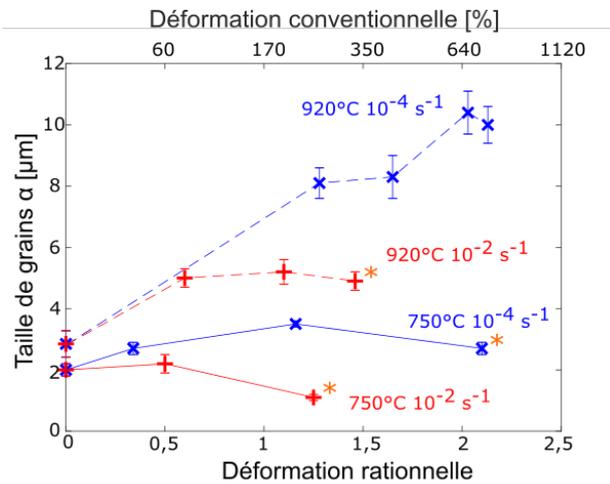
Au cours de la déformation à 920 °C et quelle que soit la vitesse de déformation, la microstructure, initialement caractérisée par des zones résiduelles hétérogènes (en termes de morphologie des grains), apparaît complètement nodulaire dès les premiers stades de déformation. Cette microstructure est par la suite conservée tout au long de la déformation.

Contrairement à 750 °C, on observe une augmentation de la taille des nodules  $\alpha$  en particulier pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .



**Figure IV.4** – Images MEB de la microstructure FG obtenues après maintien isotherme de 17,5 min à 920 °C, suivi d'une trempe (a) et essais de traction interrompus à différents taux de déformation effectués à 920 °C à deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (b-d) et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (e-h)), suivis d'un refroidissement lent. Les astérisques marquent la rupture.

La figure IV.5 présente l'évolution du diamètre équivalent moyen des grains  $\alpha$  au cours de la déformation mesurée par analyse d'images en fonction du taux de déformation pour les deux températures et les deux vitesses de déformation.



**Figure IV.5** – Évolution du diamètre équivalent moyen des grains  $\alpha$  de la microstructure FG après différents taux de déformation pour deux températures (750 °C et 920 °C) et deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Les astérisques oranges marquent la rupture.

On note, tout d'abord, une faible évolution de la taille des grains  $\alpha$  à basse température (750 °C) et pour une vitesse de déformation élevée (c'est-à-dire pour une courte durée d'essai).

Au contraire, l'augmentation de la température et/ou la diminution de la vitesse de déformation favorisent un grossissement des grains  $\alpha$ . Ce résultat n'est pas surprenant car ce phénomène est thermiquement activé et est donc favorisé par des temps de maintien isotherme plus longs, comme montré dans le chapitre 3 (Section III.2.2 p.73). Nous pouvons également constater que le grossissement observé à 920 °C est rapidement limité pour une vitesse de déformation élevée. Ainsi, un grossissement continu notable des grains est seulement constaté à 920 °C et pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

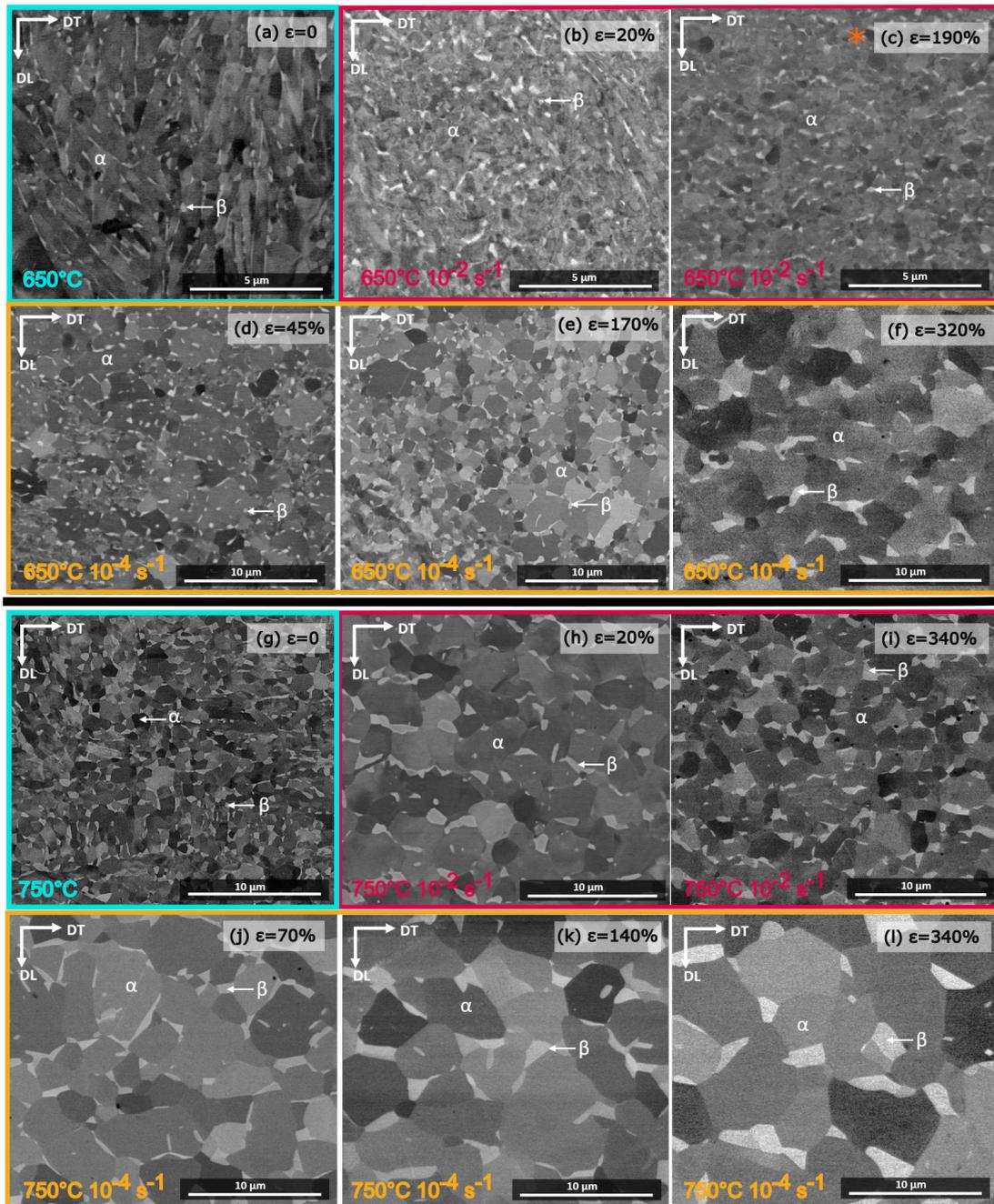
De plus, les éprouvettes observées après rupture sont caractérisées par une légère diminution de la taille des grains  $\alpha$ . La localisation de la déformation a certainement favorisé cette diminution de taille par l'activation d'un mécanisme de recristallisation dynamique continue dans les zones observées (comme décrit dans la littérature [Yan+02]). Ainsi, les échantillons rompus ne seront pas discutés par la suite.

#### IV.2.1.2 Cas de la microstructure UFG

La même démarche a été appliquée dans le cas de la microstructure UFG. Sur la figure IV.6 sont présentées les images MEB obtenues avant et après essais de traction interrompus à deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et deux températures (650 °C et 750 °C). Les figures IV.6a et IV.6g montrent les microstructures obtenues après 17,5 min de maintien isotherme et trempe, respectivement à 650 °C et 750 °C. Elles mettent ainsi clairement en évidence que la répartition spatiale et la morphologie des phases ont déjà évolué au cours du chauffage et du temps de maintien à haute température, et donc avant chargement mécanique. À 650 °C la microstructure est toujours hétérogène avec des grains  $\alpha$  plutôt lamellaires alors qu'à 750 °C, la microstructure apparaît moins hétérogène avec une proportion importante de grains  $\alpha$  nodulaires même s'il persiste des zones "lamellaires".

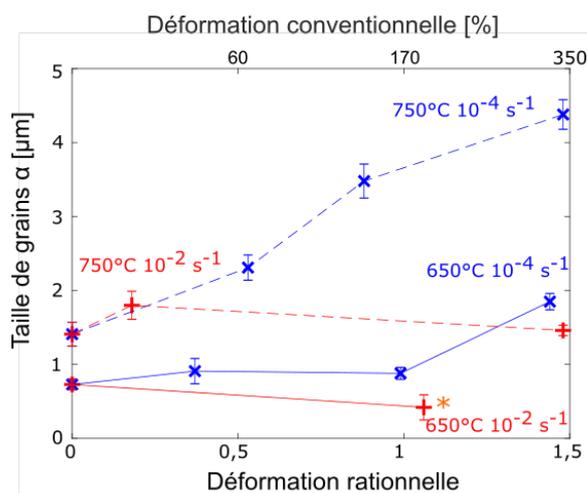
À 650 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , même si des zones "lamellaires" persistent après 20% de déformation, les figures IV.6b et c montrent que l'application d'une sollicitation mécanique favorise la globularisation des lamelles  $\alpha$  et tend à homogénéiser la microstructure (microstructure fine et répartition homogène de la phase  $\beta$ ). Par contre, pour une vitesse de déformation lente ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), on note une homogénéisation progressive avec un changement de la morphologie des grains  $\alpha$  et de la répartition de la phase  $\beta$  aux interfaces (Fig.IV.6d-f). Cette analyse issue des observations peut être rapprochée du phénomène de mouillage que l'on retrouve dans l'étude de Zherebstov et al. pour une microstructure UFG d'un alliage Ti-6Al-4V [Zhe+16]. En effet, Zherebstov et al. supposent un phénomène de "mouillage" (wetting), décrit par Lopez et al. et par Curiotto et al. sur d'autres types d'alliage [Lóp+04][Cur+09], afin d'expliquer la répartition spatiale de la phase  $\beta$  au cours de la déformation à 550 °C. Ainsi, ce phénomène favorise la "formation" de phase  $\beta$  aux interfaces  $\alpha/\alpha$  en raison de la ségrégation du vanadium à ces interfaces. Or, comme indiqué dans le chapitre 3, la phase  $\alpha$  de la microstructure UFG possédant une composition chimique hors équilibre à 650 °C, ce phénomène est certainement favorisé. On trouve également des similitudes avec l'effet "solute drag" qui correspond au drainage des éléments solutés lors de la croissance de grains  $\alpha$ , de par le mouvement de l'interface  $\alpha/\beta$  provoqué par une accumulation des solutés aux interfaces. Ce mécanisme se rapproche de la globularisation favorisée par la diffusion en éléments solutés, lors de l'application de faibles vitesses de déformation.

À l'inverse, à 750 °C, la microstructure étant plus homogène juste avant essai, les grains  $\alpha$  sont entièrement nodulaires dès le premier stade de déformation. De plus, au cours de ces essais, comme pour la microstructure FG, la morphologie nodulaire, une fois présente, est conservée quelle que soit la condition considérée.



**Figure IV.6** – Images MEB de la microstructure UFG obtenues après maintien isotherme de 17,5 min à deux températures (650 °C (a) et 750 °C (g)) et après essais de traction interrompus à différents taux de déformation effectués à 650 °C (b-f) et à 750 °C (h-l) pour deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (b,c) et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (d-f)). Les astérisques oranges marquent la rupture.

Ainsi, à partir de ces micrographies, il est également possible de mettre en évidence des modifications de taille de grains  $\alpha$  selon la température et la vitesse de déformation considérées. De façon plus détaillée, les diamètres équivalents moyens des grains  $\alpha$  déterminés par analyse d'images sont reportés sur la figure IV.7. À basse température (650 °C), la taille de grains  $\alpha$  évolue peu au cours de la déformation, mise à part vers 320% de déformation pour une faible vitesse, où la taille de grains  $\alpha$  augmente. Pour une température de 750 °C, la taille de grains  $\alpha$  a tendance à augmenter avec le taux de déformation, surtout pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .



**Figure IV.7** – Évolution du diamètre équivalent moyen des grains  $\alpha$  de la microstructure UFG après différents taux de déformation pour deux températures (650 °C et 750 °C) et deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Les astérisques oranges marquent la rupture.

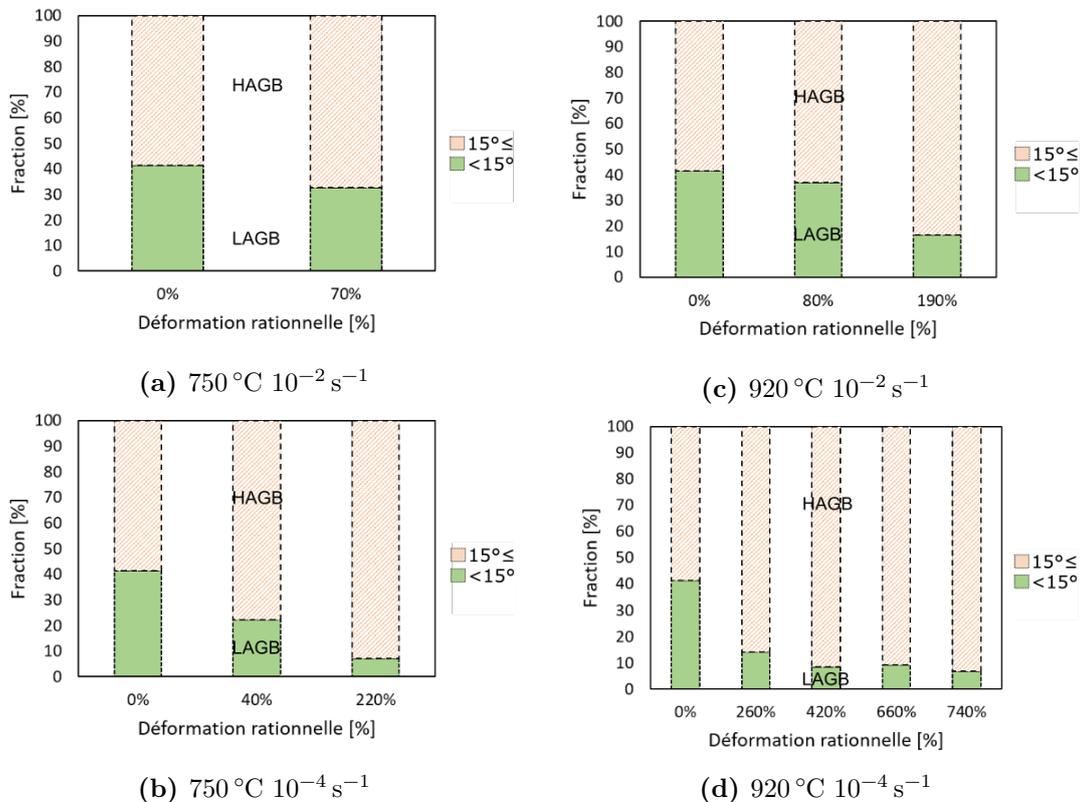
À la lumière des observations précédentes, juste avant essai, selon la température appliquée, la microstructure est différente. Un chauffage et un maintien isotherme de 17,5 min aux températures les plus élevées (920 °C pour FG et 750 °C pour UFG) suffisent pour initier la globularisation de la microstructure, qui en tout début d'essai apparaît déjà moins hétérogène avec une proportion importante de grains nodulaires (avec encore quelques zones lamellaires). Au contraire, aux plus basses températures (750 °C pour FG et 650 °C pour UFG), la microstructure initialement hétérogène évolue vers une morphologie nodulaire dès le début de l'essai et de façon plus ou moins marquée selon la vitesse de déformation appliquée. Dans le cas d'une microstructure davantage nodulaire (920 °C pour FG et 750 °C pour UFG), cette morphologie s'homogénéise et devient complètement nodulaire dès le début de l'essai mécanique et est conservée au cours de l'essai. Des similitudes sont ainsi constatées entre la microstructure FG à haute température et des conditions à plus basses températures pour la microstructure UFG. De plus, une forte augmentation de la taille des grains  $\alpha$  est favorisée à haute température et/ou faible vitesse de déformation. Par ailleurs, la cinétique de grossissement des nodules de phase  $\alpha$  est d'autant plus rapide que la microstructure est fine. Ainsi, un durcissement "précoce" apparaît pour la microstructure UFG. Notons que dans le cas où le mécanisme de glissement aux joints de grain contribuerait à la déformation plastique, au moins une partie de ce durcissement important pourrait être attribuée à l'augmentation de la taille de grains  $\alpha$  [Wat+71][Gho+79][Che+01][Ala+15][Guo+16].

D'autre part, on peut aussi supposer que le durcissement sera favorisé pour des conditions pour lesquelles la proportion et/ou la distribution de phase  $\beta$  sont modifiées (et donc interfaces moins adaptées au GBS).

## IV.2.2 Joints de grains et sous-structures de déformation dans les grains $\alpha$ : évolution dans la microstructure FG

Comme présenté dans le chapitre 2, à partir de cartographies EBSD, nous avons estimé : (i) la fraction de joints de grains de faibles désorientations (LAGB = Low Angle Grain Boundaries) et de fortes désorientations (HAGB = High Angle Grain Boundaries) et (ii) l'angle de désorientation moyen local de chaque pixel par rapport à ses voisins sous la forme de cartographies "KAM". Comme proposé dans la littérature [Cal+10], ces dernières permettent également d'obtenir une estimation de la densité des dislocations géométriquement nécessaires (GNDs). Pour rappel, les GNDs permettent d'accommoder une courbure du réseau cristallin induite par une déformation à l'échelle du cristal. Par la suite, les évolutions de ces différents paramètres sont présentées pour la microstructure FG au cours de la déformation à haute température. Seuls les résultats obtenus à partir des éprouvettes "non rompues" sont ici considérés.

La figure IV.8 montre les évolutions des fractions de LAGB ( $<15^\circ$ ) et HAGB ( $\geq 15^\circ$ ) obtenues pour différents taux de déformation lors des essais de traction interrompus.



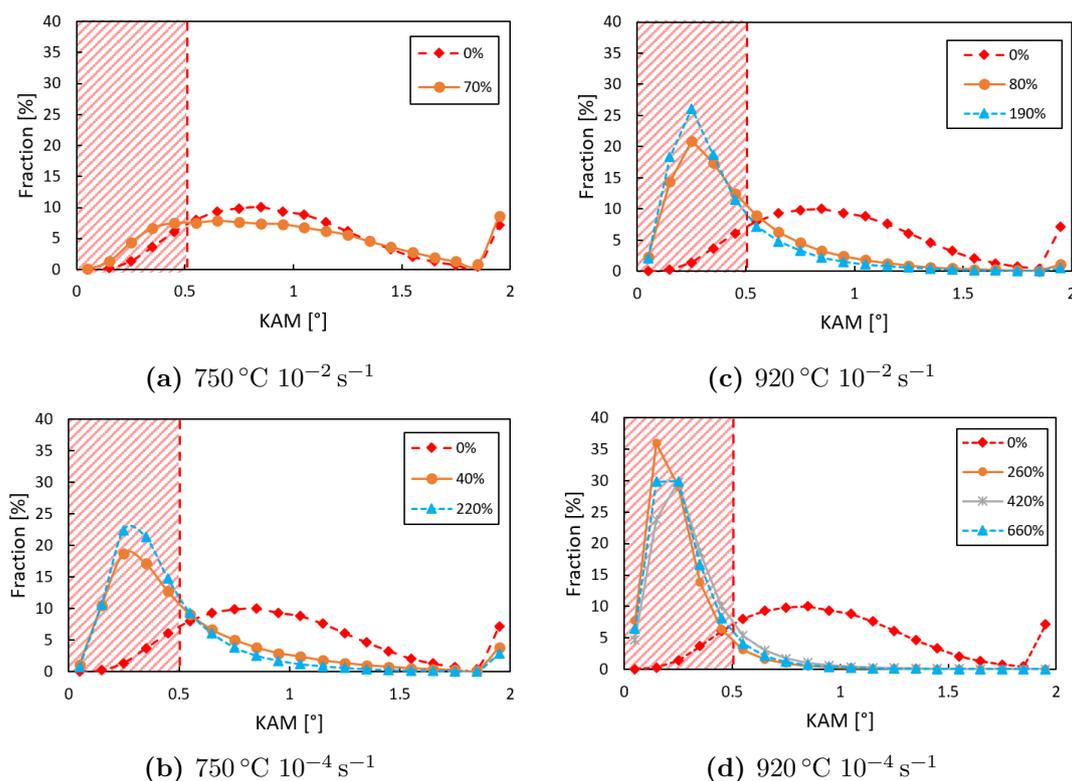
**Figure IV.8** – Fraction de LAGB et HAGB selon la condition de sollicitation considérée et le taux de déformation appliqués pour la microstructure FG.

On constate tout d'abord que, quelles que soient les conditions de traction en température, la fraction de LAGB diminue au cours de la déformation, au profit des angles de fortes désorientations (HAGB).

Par ailleurs, plus la vitesse de déformation est lente, plus la diminution de la fraction de LAGB est marquée pour des taux d'allongement faibles. En effet, à 750 °C, pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (Fig.IV.8b), la fraction de LAGB est inférieure à 30% pour une déformation de 40%. À la même température mais pour une vitesse de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , la fraction de HAGB reste légèrement supérieure à 30%, malgré le fait que le taux d'allongement soit de 70% (Fig.IV.8a).

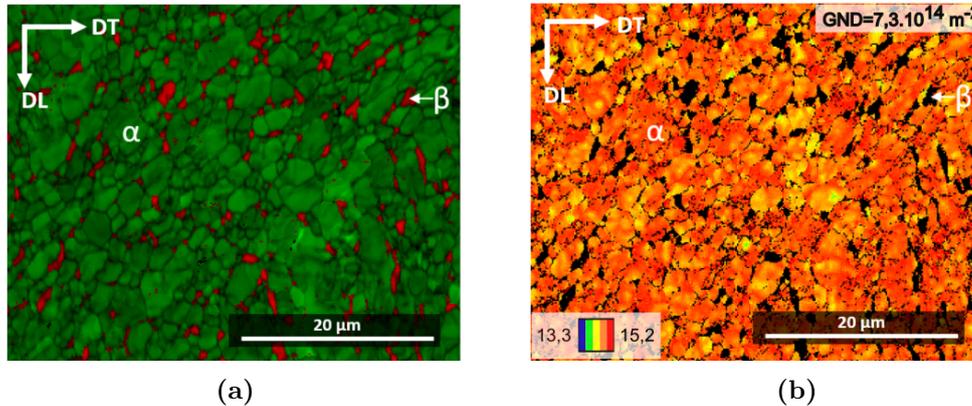
Également, on peut remarquer que pour une même vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et un même taux de déformation de 220%, selon la température appliquée (750 °C et 920 °C), la fraction de LAGB est, respectivement inférieure à 10% (Fig.IV.8b) et supérieure à 10% (Fig.IV.8d). Finalement, les hautes températures, mais surtout, les faibles vitesses de déformation favorisent la formation de HAGB au cours de la déformation.

En complément, les évolutions de la distribution des désorientations intragranulaires (exprimées par le KAM) au cours des différents essais de traction sont présentées sur la figure IV.9. Notons que la zone hachurée en rouge sur chaque figure correspond à la limite de résolution angulaire de la technique EBSD dans laquelle la précision de mesure est moindre [Leh+00].



**Figure IV.9** – Évolution de la distribution du KAM en fonction de la condition de sollicitation considérée (750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (a), 750 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (b), 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (c) et 920 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (d)) et du taux de déformation appliqué à la microstructure FG.

À l'état initial, la distribution du KAM couvre une large gamme de désorientations intragranulaires avec une valeur moyenne de  $0,9^\circ$ . Ceci traduit la présence d'une forte densité de dislocations [Léa12], comme vérifié sur la cartographie GNDs (Fig.IV.10). Notons aussi que cette distribution semble répartie de façon globalement homogène à l'intérieur des grains en dépit de quelques uns présentant des gradients de densité de GNDs au sein des grains  $\alpha$ .



**Figure IV.10** – Cartographies des phases en présence ( $\alpha$ , en vert et  $\beta$ , en rouge) (a) et de la distribution des GNDs dans la phase  $\alpha$  à l'état initial.

Lors des essais de traction, alors qu'à basse température et vitesse de déformation élevées ( $750^\circ\text{C } 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), la distribution du KAM évolue peu, pour les autres conditions, cette dernière se décale et se resserre vers des valeurs plus faibles (Fig.IV.9). De plus, la distribution apparaît d'autant plus resserrée (valeur de la fréquence maximale augmente) que la température est élevée et que la vitesse de déformation diminue.

La figure IV.11 donne des informations complémentaires quant à l'évolution de la densité et de la distribution de ces GNDs. Ainsi, la distribution du KAM et des valeurs moyennes de densité de GNDs diminuent fortement avec la déformation, par rapport à l'état initial, dès les premiers stades de déformation (Fig.IV.11a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>, b<sub>1</sub>). Cela laisse supposer un réarrangement local et/ou l'annihilation de dislocations, au moins en début d'essai, assistant peut être la globularisation des grains  $\alpha$ , comme observé au MEB par l'obtention d'une microstructure nodulaire dès les premiers instants de déformation.

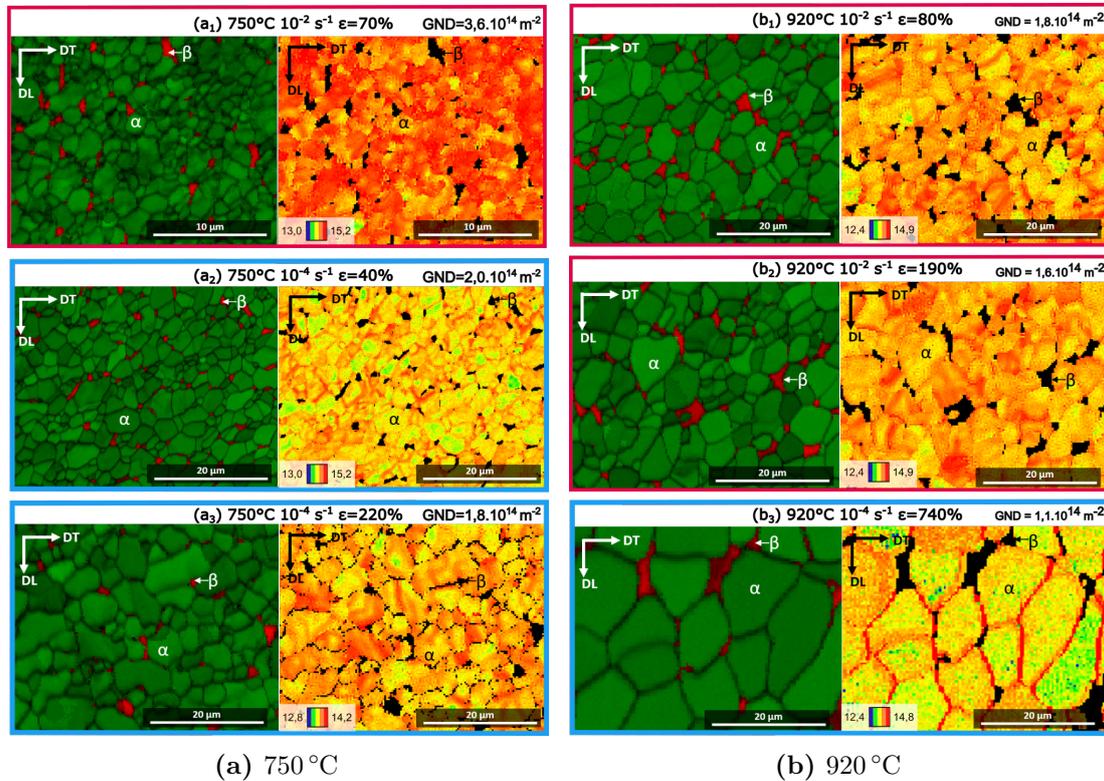
À  $750^\circ\text{C}$ , un effet de la vitesse de déformation sur la répartition des GNDs est mis en évidence. Ainsi, pour une vitesse de déformation rapide ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), en plus d'une légère diminution de leur densité, les GNDs sont essentiellement réparties au sein des grains  $\alpha$  (Fig.IV.11a<sub>1</sub>). Ceci révèle que des mécanismes de déformation principalement intragranulaires (via le mouvement des dislocations) sont favorisés pour cette condition. Au contraire, pour une vitesse de déformation plus lente ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), en plus d'une diminution plus importante de leur densité, les GNDs ont une répartition plus hétérogène. En effet, en début de déformation, elle sont à la fois localisées au sein des grains  $\alpha$ , mais surtout proche des interfaces  $\alpha/\alpha$  et  $\alpha/\beta$  (Fig.IV.11a<sub>2</sub>). Avec l'augmentation du taux de déformation (Fig.IV.11a<sub>3</sub>), la densité de GNDs diminue légèrement et leur répartition évolue : elles se situent essentiellement au sein des grains  $\alpha$  mais de façon assez hétérogène. Des bandes de fortes et faible densité de GNDs sont ainsi visibles dans certains grains  $\alpha$ . Ainsi pour cette condition ( $750^\circ\text{C } 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), des mécanismes de déformation à la fois intra et intergranulaires semblent contribuer à la déformation.

Pour une température plus élevée (920 °C), on observe également un effet de la vitesse de déformation sur la densité et la répartition des GNDs (Fig.IV.11b). Comme à plus basse température, la densité des GNDs diminue d'autant plus que la vitesse de déformation est lente.

Concernant leur distribution, à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et quel que soit le taux de déformation, les GNDs sont situées à la fois aux joints de grains et également dans les grains  $\alpha$ , au sein desquels, elles sont soit réparties de façon homogène, soit sous forme de bandes (Fig.IV.11b<sub>2</sub> et IV.11b<sub>3</sub>).

Au contraire pour une vitesse plus lente ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et quel que soit le niveau de déformation, les GNDs sont clairement localisées principalement aux joints de grains  $\alpha$  (seule l'image obtenue sur l'éprouvette interrompue au niveau de déformation maximal est présentée sur la figure IV.11b<sub>3</sub>).

Ainsi, à plus haute température (920 °C), des mécanismes de déformation à la fois inter et intragranulaires semblent intervenir avec, pour les vitesses de déformation les plus lentes, une contribution favorisée de mécanismes aux joints de grains.



**Figure IV.11** – Cartographies des phases ( $\alpha$ , en vert et  $\beta$ , en rouge) en présence et de la distribution de GNDs dans la phase  $\alpha$  à 750 °C (a) et 920 °C (b) pour différents taux de déformation de la microstructure FG.

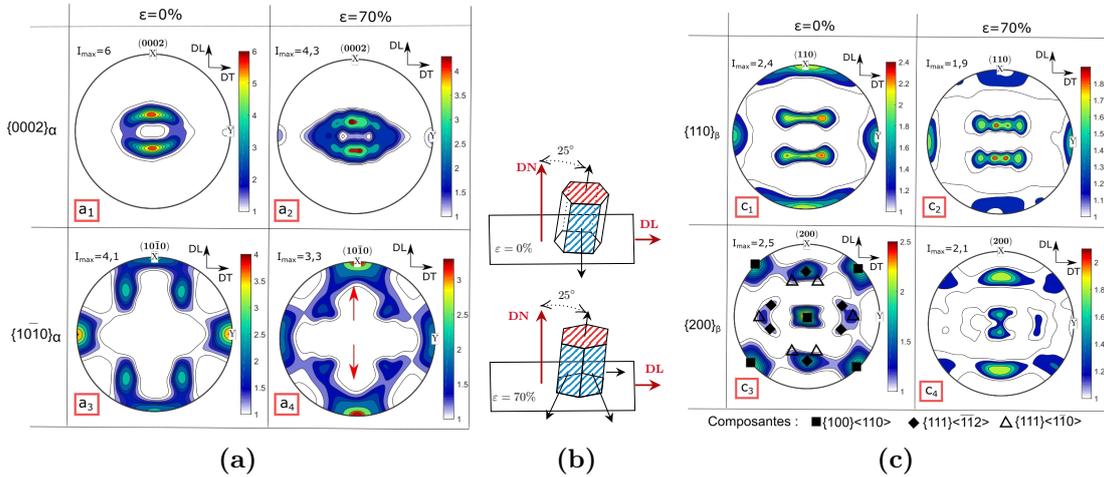
Ces analyses EBSD ont permis d'étudier les évolutions de densité et de distribution des GNDs pour différentes conditions de déformation à chaud de la microstructure FG. Une activité des dislocations à la fois au sein mais aussi aux joints de grains a été mise en évidence. Plus spécifiquement, l'augmentation de la température et la diminution des vitesses de déformation favoriserait la contribution de mécanismes de déformation intergranulaires.

### IV.2.3 Texture cristallographique

Les analyses microstructurales présentées dans les parties précédentes étant réalisées après refroidissement lent, peu d'informations sur l'évolution de la phase  $\beta$  ont pu être obtenues. Il a donc été choisi de mesurer la texture cristallographique des deux microstructures, pour les différents niveaux de déformation et conditions étudiées, par DRX-HE (synchrotron PETRA III). Ces mesures sont réalisées pour les deux phases, quelle que soit leur fraction dans le matériau. En effet, comme mentionné dans le chapitre 3, les figures de pôles calculées à température ambiante après refroidissement lent depuis les hautes températures sont considérées comme étant représentatives de la texture à haute température (Section III.2.3 Chap.III p.74). Les figures de pôles considérées sont les suivantes :  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{0002\}$  pour la phase  $\alpha$  et  $\{110\}$  et  $\{200\}$  pour la phase  $\beta$ . Comme mentionné précédemment, les éprouvettes rompues ne sont pas étudiées ici mais sont données en Annexe B.

#### IV.2.3.1 Cas de la microstructure FG

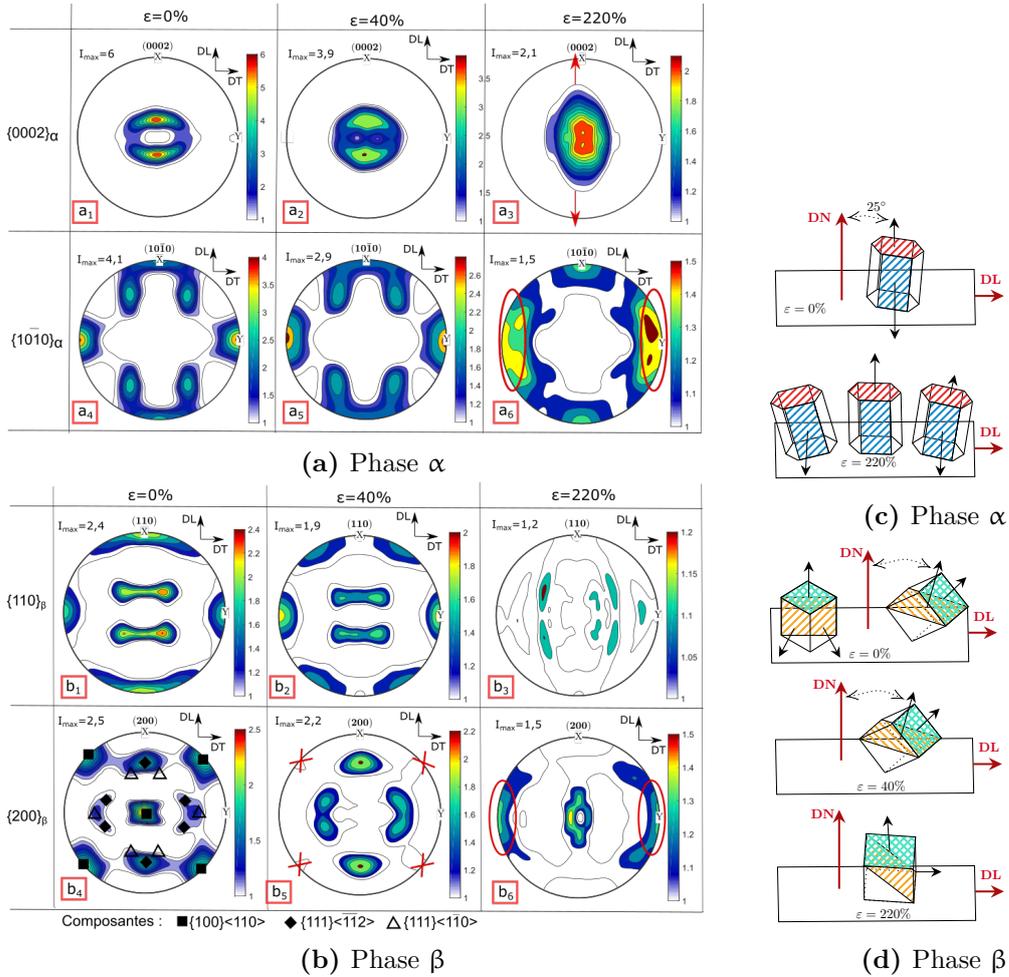
La figure IV.12 montre les figures de pôles calculées pour la phase  $\alpha$  avant et après essai de traction à  $750^\circ\text{C}$   $10^{-2}\text{s}^{-1}$  interrompu à 70% de déformation. Nous constatons une modification de la texture cristallographique à 70% de déformation conventionnelle. En effet, on observe une rotation autour de l'axe  $c$  d'environ  $90^\circ$  de telle façon que la normale aux plans prismatiques  $\{10\bar{1}0\}$  devient parallèle à la direction de sollicitation (selon DL). On note, également, une diminution de l'intensité maximale de texture de la phase  $\alpha$ , associée à une dispersion d'environ  $15^\circ$  autour des pôles. La phase  $\beta$  (Fig.IV.12c), quant à elle, ne présente pas de modification majeure, mise à part une légère diminution de l'intensité maximale et le début de la disparition des composantes  $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  et  $\{100\} \langle 110 \rangle$ .



**Figure IV.12** – Figures de pôles de la phase  $\alpha$  ( $\{0002\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$ ) (a) et  $\beta$  ( $\{110\}_\beta$  et  $\{200\}_\beta$ ) (c) de la microstructure FG obtenues après traitement thermique de 17,5 min à  $750^\circ\text{C}$  (a<sub>1</sub>, a<sub>3</sub>, c<sub>1</sub>, c<sub>3</sub>) et essai de traction à  $750^\circ\text{C}$   $10^{-2}\text{s}^{-1}$  interrompu (a<sub>2</sub>, a<sub>4</sub>, c<sub>2</sub>, c<sub>4</sub>) et suivis d'un refroidissement lent. Schéma représentatif de l'évolution de texture de la phase  $\alpha$  (b).

À la même température ( $750^\circ\text{C}$ ) mais pour une vitesse de déformation plus faible ( $10^{-4}\text{s}^{-1}$ ), la texture cristallographique de la phase  $\alpha$  évolue peu (Fig.IV.13a).

Toutefois, au cours de la déformation, on note une diminution continue des maxima des pôles, associée à une augmentation importante de la dispersion autour de ces pôles initiaux. Ainsi, l'axe  $c$  s'incline progressivement avec la déformation, de part et d'autre de son orientation initiale, selon la direction de traction (dans le plan DLDN) (Fig.IV.13c). De la même façon, les pôles  $\{10\bar{1}0\}$ , initialement orientés perpendiculairement à DT, se dispersent de part et d'autre de DT selon la direction de traction d'un angle d'environ  $15^\circ$  (dans le plan DLDT).

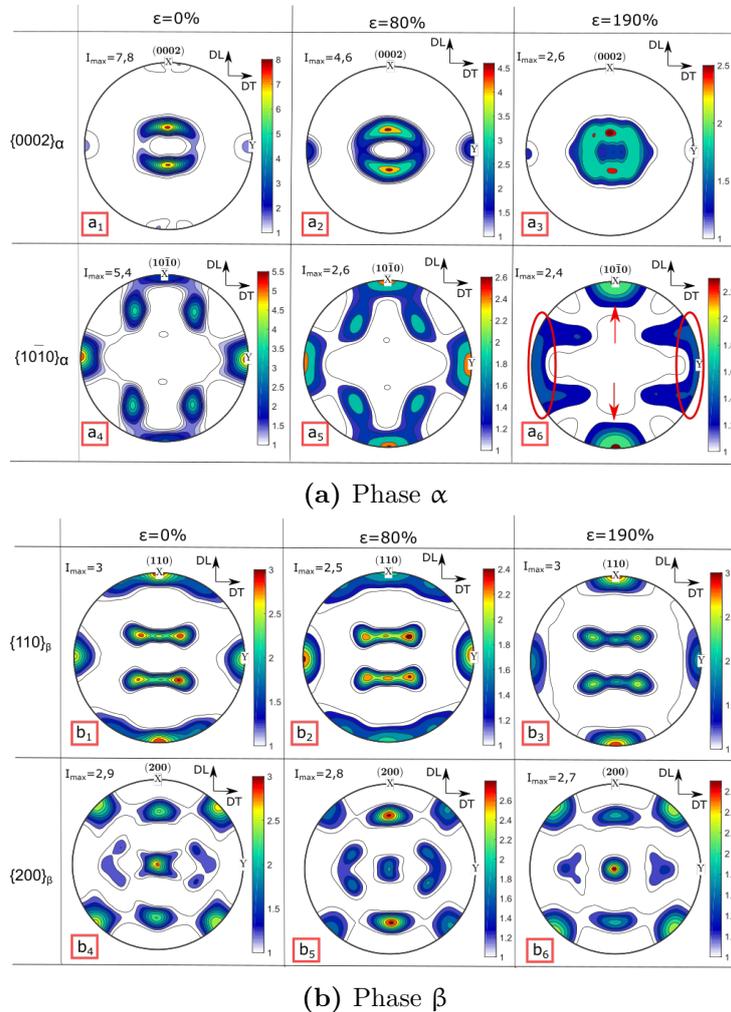


**Figure IV.13** – Figures de pôles des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) de la microstructure FG obtenues après traitement thermique de 17,5 min à  $750^\circ\text{C}$  et essais de traction à  $750^\circ\text{C}$   $10^{-4}\text{s}^{-1}$  interrompus à différents taux de déformation et suivis d'un refroidissement lent. Schémas représentatifs de l'évolution de texture des phases  $\alpha$  (c) et  $\beta$  (d).

Par contre, pour cette même condition, la phase  $\beta$  présente, en plus d'une diminution des maxima des pôles, des modifications de la texture cristallographique en fonction du taux de déformation (Fig.IV.13b). Tout d'abord, à 40% de déformation conventionnelle, on note la disparition complète des composantes  $\{100\}\langle 110\rangle$  et  $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$  initialement présentes pour la phase  $\beta$  et la conservation de la composante  $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ .

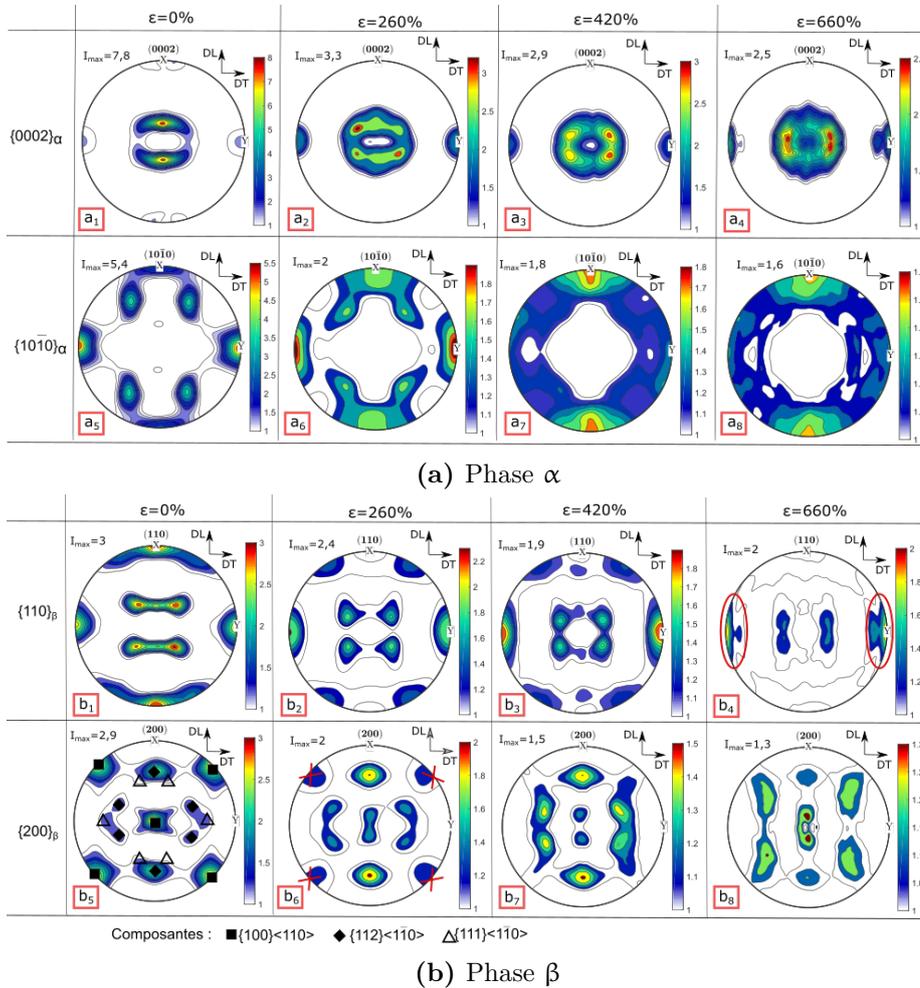
En poursuivant la déformation (220%), les valeurs d'intensité maximale deviennent très faibles, traduisant ainsi une texture cristallographique moins marquée. De plus, on observe une modification progressive de la texture avec un étalement de la composante  $\{100\} < 110 >$  de la famille de plans  $\{200\}$  de part et d'autre de DT (Fig.IV.13d).

À plus haute température (920 °C) et pour une vitesse de déformation élevée ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) (Fig.IV.14), l'évolution de l'orientation cristallographique des grains  $\alpha$  est comparable, mais de façon plus progressive, à celle observée à 750 °C à la même vitesse de déformation. En particulier, on retrouve la rotation autour de l'axe c d'environ 90°, telle que la normale à certains plans  $\{10\bar{1}0\}$  devienne parallèle à la direction de sollicitation (DL) (Fig.IV.14a). On note également une diminution des valeurs d'intensité maximale associée à une plus grande dispersion de l'orientation des grains  $\alpha$  selon DL. La phase  $\beta$ , quant à elle, conserve sa texture cristallographique (orientation et intensité maximale), comprenant les composantes  $\{111\} < 1\bar{1}0 >$ ,  $\{100\} < 110 >$  et  $\{111\} < \bar{1}\bar{1}2 >$ , au cours de la déformation (Fig.IV.14b).



**Figure IV.14** – Figures de pôles des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) de la microstructure FG obtenues avant et après essais de traction à 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  interrompus à différents taux de déformation et suivis d'un refroidissement lent.

À 920 °C, mais pour une vitesse de déformation plus lente, la figure IV.15 met en évidence les évolutions d'orientation des grains  $\alpha$  et  $\beta$ . Pour les grains  $\alpha$ , on remarque tout d'abord une diminution de la valeur des intensités maximales au cours de la déformation, également associée à une augmentation importante de la dispersion des orientations (Fig.IV.15a). Plus particulièrement, l'axe  $c$  des cristallites tend à s'orienter selon la direction DN de la tôle en gardant une forte dispersion autour de cette orientation. On note également, comme observé pour la vitesse  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , un léger renforcement des pôles  $\{10\bar{1}0\}$  selon DL (à 420% de déformation conventionnelle) avant de présenter une texture moins marquée. Ainsi, à 740% de déformation, les grains  $\alpha$  ont une orientation cristallographique dispersée autour de la composante basale. Comme observé pour une faible vitesse de déformation à basse température, la phase  $\beta$ , quant à elle, change d'orientation cristallographique au cours de la déformation et présente également une diminution des maxima des pôles (Fig.IV.15b). Ainsi, après 420% de déformation, seule la composante  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  est conservée. De plus, après 660% de déformation conventionnelle, on observe une dispersion de cette composante selon la direction de sollicitation.



**Figure IV.15** – Figures de pôles des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) de la microstructure FG obtenues après traitement thermique et essais de traction à 920 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  interrompus à différents taux de déformation et suivis d'un refroidissement lent.

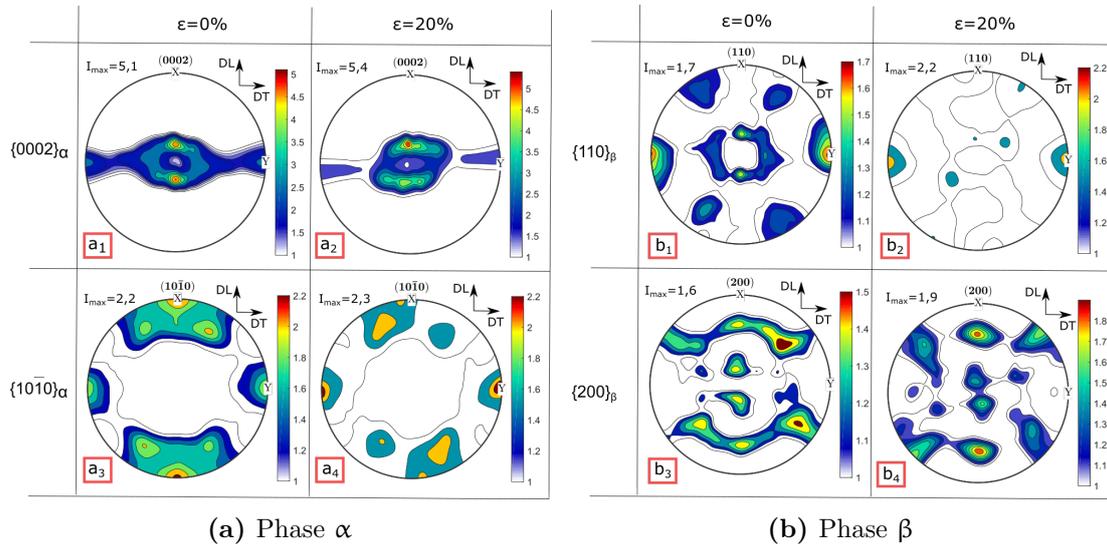
Pour résumer, une différence de comportement notable a ici été mise en évidence selon la vitesse de déformation appliquée. Ainsi, une vitesse de déformation lente favorise une perte d'intensité de la texture des phases  $\alpha$  et  $\beta$  et un changement d'orientation cristallographique plus particulièrement de la phase  $\beta$ .

Pour une vitesse de déformation rapide, seule la phase  $\alpha$  change légèrement d'orientation selon la direction de sollicitation avec une diminution des intensités maximales. La phase  $\beta$  est, à l'inverse, peu voire pas impactée par la déformation.

#### IV.2.3.2 Cas de la microstructure UFG

Par comparaison avec la microstructure FG, la microstructure UFG présente, d'une part, une intensité de texture plus faible et une orientation cristallographique préférentielle beaucoup plus hétérogène (composante basale-transverse pour  $\alpha$  et composante  $\{111\} < \bar{1}\bar{1}2 >$  et une composante non connue pour  $\beta$ ).

La figure IV.16 présente les figures de pôles calculées pour les phases  $\alpha$  et  $\beta$  avant et après essai de traction à  $650\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  interrompu à 20% de déformation.

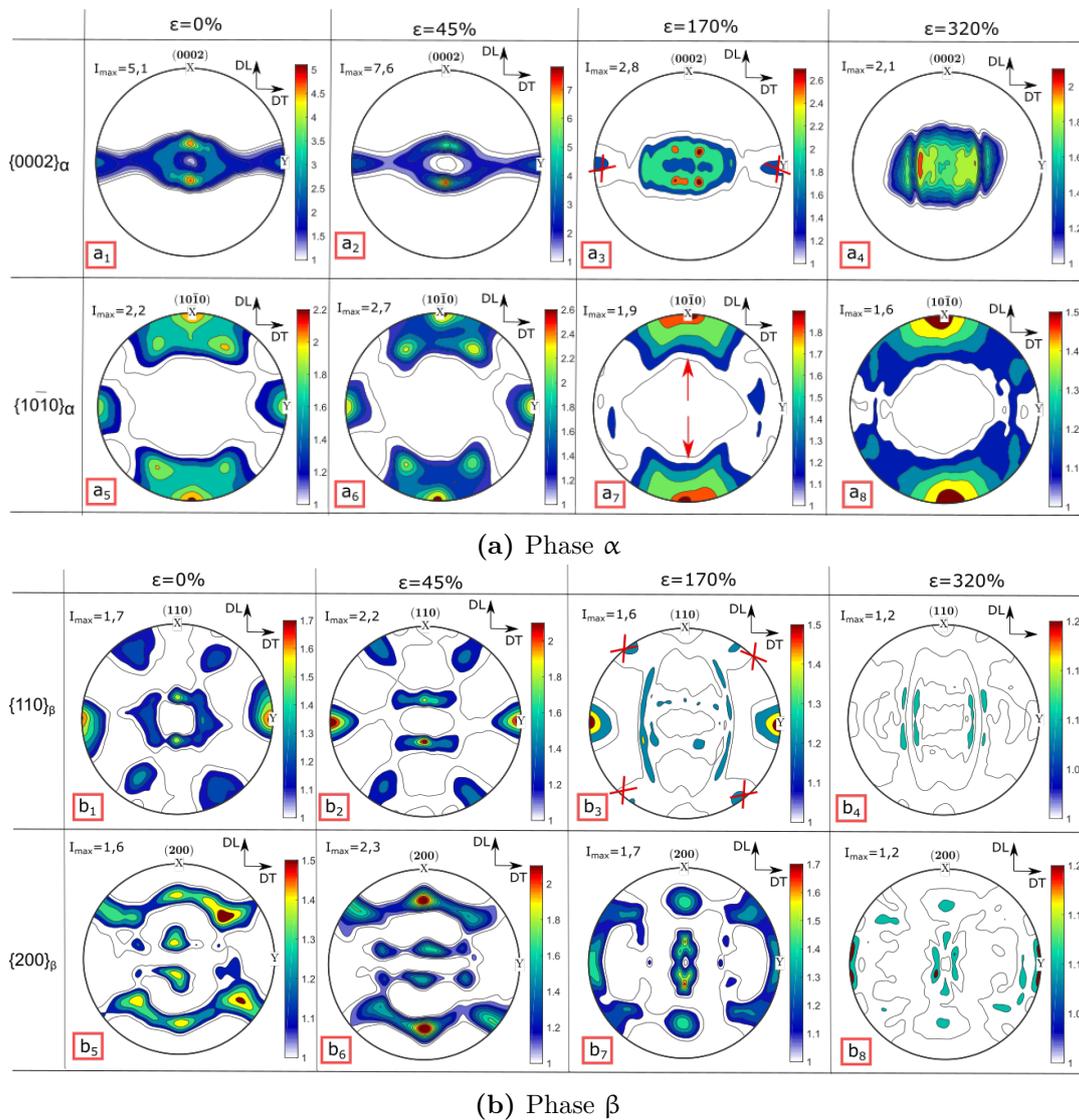


**Figure IV.16** – Figures de pôles des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) de la microstructure UFG obtenues avant et après essai de traction interrompu à  $650\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  et suivis d'un refroidissement lent.

Après 20% de déformation, nous constatons une légère intensification de la texture dans la phase  $\alpha$  mais surtout dans la phase  $\beta$ . Plus particulièrement, nous observons un renforcement de la composante basale et la présence de plans  $\{10\bar{1}0\}$  parallèles à DL pour la phase  $\alpha$  et un renforcement des composantes  $\{111\} < \bar{1}\bar{1}2 >$  et  $\{100\} < 110 >$  pour la phase  $\beta$ . On note également que ces composantes sont les mêmes que celles observées pour la microstructure FG. Finalement, on remarque que ce renforcement d'intensité de texture, se fait simultanément au début de modification de la morphologie des grains  $\alpha$  (devenant nodulaire) et de la répartition de la phase  $\beta$ .

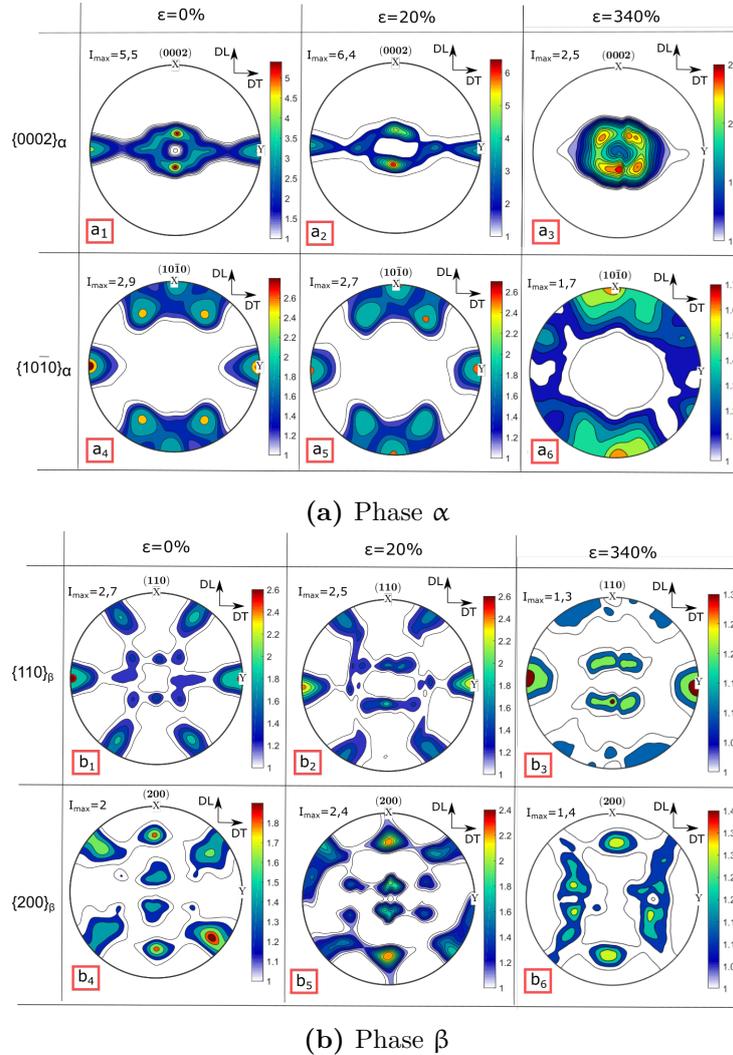
À la même température (650 °C) et pour une vitesse de déformation plus lente ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), de fortes modifications d'orientation cristallographique sont observées dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$  (Fig.IV.17). Comme pour la condition précédente, nous constatons une augmentation notable de l'intensité de texture pour une déformation conventionnelle de 45%, qui concerne cette fois les plans  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$ . Au-delà de ce taux de déformation, l'intensité maximale des pôles diminue continuellement. Une nouvelle dispersion des pôles est alors effective. On note que la phase  $\alpha$  présente une orientation cristallographique de plus en plus dispersée autour de la composante basale avec les pôles  $\{10\bar{1}0\}$  orientés perpendiculairement à la direction de sollicitation (DL) (Fig.IV.17a).

Pour la phase  $\beta$ , cette dispersion est visible pour la composante  $\{100\} < 110 >$  autour de la direction transverse vers la direction de sollicitation, tout en conservant la composante  $\{111\} < \bar{1}\bar{1}2 >$  (Fig.IV.17b).



**Figure IV.17** – Figures de pôles des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) de la microstructure UFG obtenues avant et après essais de traction à 650 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  interrompus à différents taux de déformation et suivis d'un refroidissement lent.

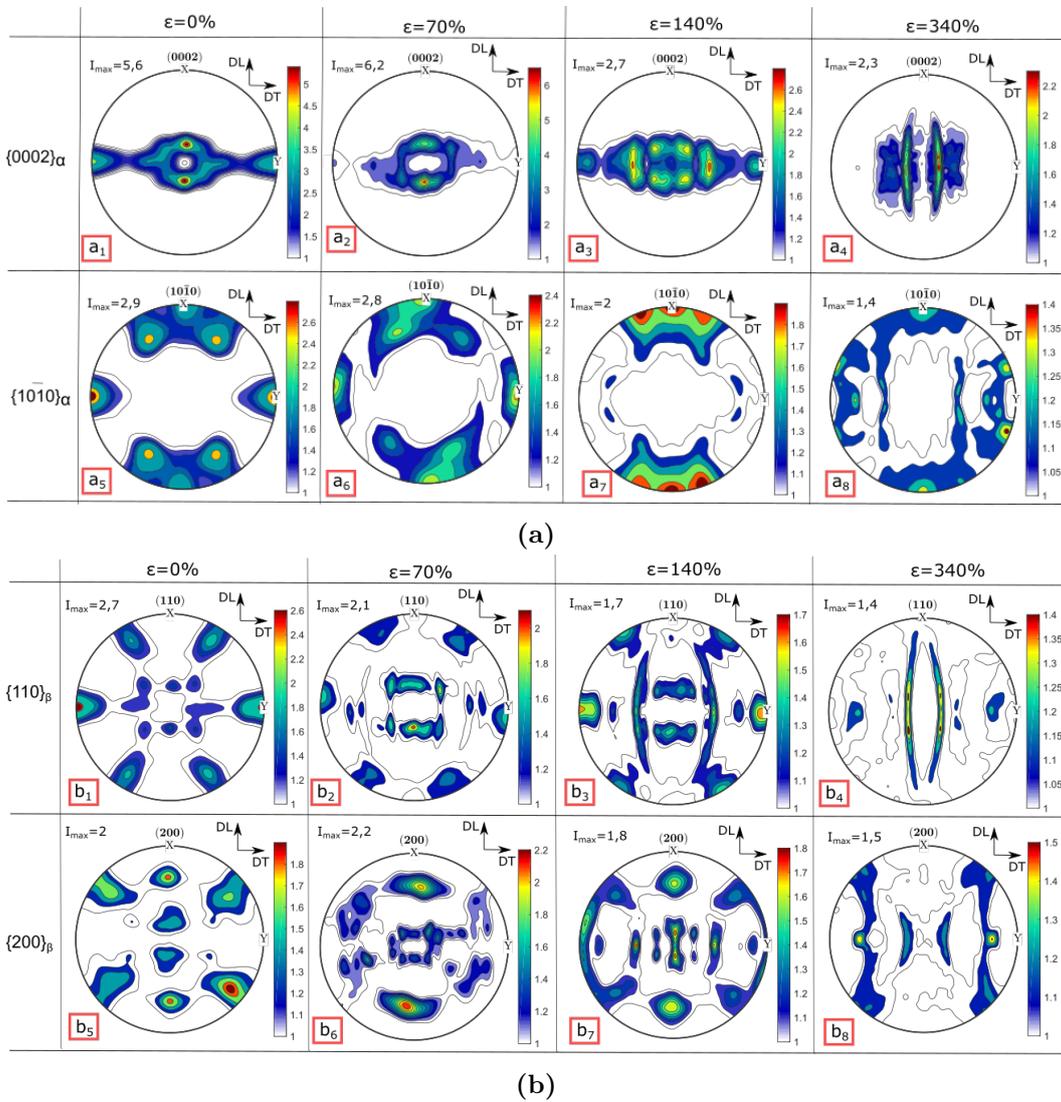
À 750 °C, pour une forte vitesse de déformation et un taux de déformation conventionnelle de 20% (Fig.IV.18), l'orientation cristallographique des phases est conservée comparativement à l'état traité thermiquement. Toutefois, comme déjà observé à 650 °C, on note une augmentation de l'intensité de texture des plans  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$ , qui se fait simultanément avec le changement de morphologie de la phase  $\alpha$  ("lamelles" en nodules).



**Figure IV.18** – Figures de pôles des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) de la microstructure UFG obtenues avant et après essais de traction à 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  interrompus à différents taux de déformation et suivis d'un refroidissement lent.

Toutefois, après 340% de déformation conventionnelle, la phase  $\alpha$  présente une forte diminution de l'intensité de texture. En effet, l'axe  $c$  des cristallites tend à s'orienter selon la direction DN de la tôle en gardant une forte dispersion autour de cette orientation. La phase  $\beta$  présente également une forte diminution de l'intensité de texture et change d'orientation cristallographique. Une forte ressemblance, avec l'évolution de l'orientation cristallographique des phases  $\alpha$  et  $\beta$  de la conditions de 920 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à 420% de déformation conventionnelle pour la microstructure FG, est ici constatée.

À la même température (750 °C) mais pour une vitesse de déformation plus lente (Fig.IV.19), nous constatons, comme pour la condition précédente, une augmentation de l'intensité de texture des plans  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  avec, respectivement, un renforcement de la composante basale de la phase  $\alpha$  et  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  de la phase  $\beta$ . Toutefois, la texture cristallographique commence à évoluer à partir de 70% de déformation conventionnelle. À 140% de déformation, on observe que l'axe  $c$  s'incline dans le plan DNDT de part et d'autre de son orientation initiale. Les plans  $\{10\bar{1}0\}$  s'orientent principalement perpendiculairement à la direction de sollicitation. De la même façon, à 140% de déformation conventionnelle, la phase  $\beta$  présente de nouveau les deux composantes  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  et  $\{100\} \langle 110 \rangle$  avec un étalement de cette dernière selon la direction de sollicitation (Fig.IV.19b<sub>7</sub>). Ainsi, à 340% de déformation, la texture des phases  $\alpha$  et  $\beta$  est très faible et l'orientation cristallographique des différents plans se disperse selon la direction de laminage (Fig.IV.19a<sub>4</sub>, a<sub>8</sub>, b<sub>4</sub>, b<sub>8</sub>).



**Figure IV.19** – Figures de pôles des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) de la microstructure UFG obtenues avant et après essais de traction interrompus à 750 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et suivis d'un refroidissement lent.

Pour résumer, comme pour la microstructure FG, une différence de comportement notable, selon la vitesse de déformation appliquée, a ici été mise en évidence. Ainsi, une vitesse de déformation lente favorise l'obtention d'une texture beaucoup moins marquée dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$  ainsi qu'une forte modification de l'orientation cristallographique de la phase  $\beta$  au cours de la déformation. De plus, la particularité de cette microstructure UFG est de présenter systématiquement une augmentation de l'intensité de texture dans la phase  $\alpha$  mais aussi dans la phase  $\beta$  (à 650 °C seulement) lors du premier stade de déformation. Il est intéressant de noter que ce phénomène semble être fortement relié aux modifications microstructurales observées simultanément (évolution des grains  $\alpha$  vers une morphologie nodulaire et modification de la répartition de la phase  $\beta$ ).

## IV.2.4 Synthèse

Dans cette partie, afin de comprendre les mécanismes de déformation associés à chaque condition de sollicitation, nous nous sommes appuyés sur des essais de traction interrompus à différents niveaux de déformation et refroidis lentement.

Les résultats des évolutions microstructurales (taille et morphologie des phases, densité et répartition des GNDs) et de la texture cristallographique pour différents niveaux de déformation sont synthétisés dans les tableaux IV.3 et IV.4, respectivement pour les microstructures FG et UFG.

**Table IV.3** – Synthèse des évolutions de la microstructure FG au cours de la déformation à 750 °C et 920 °C pour deux vitesses de déformation.

Avant déformation	Microstructure	750 °C		920 °C	
		Hétérogène (morphologie+ répartition phases)		Quasi-hétérogène (morphologie+ répartition phases)	
Au cours essai traction	Vitesses de déformation	$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$
	Microstructure	Nodulaire dès 1er interrompu	Nodulaire +conservation taille grains $\alpha$	Nodulaire +conservation taille grains $\alpha$	Nodulaire + ↗ taille grains $\alpha$
	%LAGB	Faible ↘	↘ continue	Faible ↘	↘ continue
	Localisation densité GNDs (inter ou intragranulaire)	Intra	Inter puis Intra	Inter + Intra	Inter
	Texture cristallographique $\alpha$	Intensité ↘ + modification composante	I ↘ ↘ + dispersion selon DL	I ↘ + dispersion progressive selon DL	I ↘ ↘ +modification composante puis dispersion autour axe c
	Texture cristallographique $\beta$	Intensité ↘ + perte 2 composantes	I ↘ ↘ + perte 2 composantes puis nouvelle composante avec dispersion selon DL	Conservation de I + de la texture	I ↘ ↘ + perte 2 composantes

Pour la microstructure FG, on peut noter, plus particulièrement que quelle que soit la température et la vitesse de déformation, la globularisation de la microstructure peut-être considérée comme complète dès le premier niveau de déformation.

Les résultats obtenus lors de la déformation à 750 °C et pour une vitesse de déformation rapide ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) suggèrent plutôt une contribution importante de mécanismes de déformation intragranulaire (mouvement et réarrangement des dislocations essentiellement au sein des grains  $\alpha$ ). Au contraire, de faibles vitesses de déformation et/ou de hautes températures favorisent de forts allongements, la présence de GNDs aux joints de grains/phases ainsi que l'obtention d'une distribution de plus en plus aléatoire de l'orientation cristallographique des grains (diminution des intensité de texture). Ainsi ces résultats suggèrent, en particulier pour les essais réalisés à 750 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , la contribution de mécanismes à la fois intra et intergranulaires (tel que le glissement aux joints de grain associé à un mécanisme d'accommodation dans  $\beta$ ). Notons également que pour la condition à 920 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , le durcissement observé pourrait être relié à la fois au grossissement des grains  $\alpha$  mais aussi à une fraction de phase  $\beta$  importante associée à une modification du type et du nombre d'interfaces.

**Table IV.4** – Synthèse des évolutions de la microstructure UFG au cours de la déformation à 650 °C et 750 °C pour deux vitesses de déformation.

Avant déformation	Microstructure	650 °C		750 °C	
		Hétérogène (morphologie+ répartition phases)		Quasi-nodulaire + répartition phases hétérogène	
	Vitesses de déformation	$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$
Au cours essai traction	Microstructure	Hétérogène	Globularisation + modification répartition phases + $\nearrow d_\alpha$	Nodulaire + $\nearrow$ tdg $\alpha$	Nodulaire + $\nearrow$ tdg $\alpha$ + $\nearrow$ tdg $\alpha$ + $\nearrow$ tdg $\alpha$
	Texture cristallographique $\alpha$	$I \nearrow$ + renforcement composante basale	$I \nearrow$ + renforcement composante basale puis $I \searrow$ + modification composante puis dispersion autour axe c	$I \nearrow$ + conservation texture puis $I \searrow$ + dispersion autour axe c	$I \nearrow$ + renforcement composante basale puis $I \searrow$ + modification composante puis dispersion autour axe c
	Texture cristallographique $\beta$	$I \nearrow$ + renforcement 2 composantes	$I \nearrow$ + renforcement 2 composantes puis $I \searrow$ + modification composante puis dispersion selon DL	$I \nearrow$ + conservation texture puis $I \searrow$ + perte texture	$I \nearrow$ + renforcement 1 composante puis $I \searrow$ + dispersion selon DL puis $I \searrow$ + perte texture

Concernant la microstructure UFG, même si les données obtenues sont moins riches, ces premiers résultats confirment que l'affinement de la microstructure favorise un comportement de type superplastique à plus basse température (650 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , 750 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ). Contrairement à la microstructure FG, la microstructure UFG n'est pas toujours considérée comme nodulaire et homogène dès les premiers stades de déformation (en particulier à 650 °C).

Ainsi, il semblerait que les premiers stades de déformation soient essentiellement caractérisés par une évolution de la microstructure vers un état proche de la microstructure FG (en terme de morphologie et d'orientation cristallographique des phases) tout en gardant une faible taille des grains.

Pour des niveaux de déformation plus importants, les figures de pôles obtenues (en particulier à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) montrent des modifications et des diminutions d'intensité de texture, à la fois dans  $\alpha$  et  $\beta$ . On peut ainsi faire l'hypothèse que cette microstructure UFG, en raison d'un nombre important d'interfaces, pourrait donc favoriser la contribution de mécanismes intergranulaire, tel que le glissement aux joints de grains en plus de mécanismes intragranulaires. En effet, en comparaison avec la microstructure FG, les interfaces (joints de grains) de la microstructure UFG ont une différence de géométrie et de surface mais aussi probablement de chimie. Ces différences d'état initial peuvent ainsi favoriser d'autant plus un rôle important des joints de grains dans les mécanismes de déformation. Cette microstructure est donc capable de supporter des niveaux de déformation importants même à  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $750 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Finalement, au vue de ces premiers résultats, il semble difficile de vraiment statuer sur les mécanismes mis en jeu en particulier dans les deux phases ainsi que l'évolution de leur contribution au cours de la déformation. Ainsi dans la suite, nous proposons d'utiliser des essais de déformation à haute température combinés à la diffraction synchrotron haute énergie afin d'obtenir des données originales et complémentaires à ces premiers résultats.

## IV.3 Apport de la diffraction des rayons X synchrotron haute énergie (DRX-HE)

Dans cette partie, des essais de traction interrompus, combinés à la mesure in-situ de diffraction de rayons X synchrotron haute énergie, sont utilisés afin d'apporter des informations complémentaires aux évolutions de la microstructure mises en évidence après les essais de traction interrompus et un refroidissement lent (Section IV.2 p.94). Ainsi, au cours de différents essais de traction à haute température, nous avons suivi continument l'évolution de la position angulaire, de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction et de l'intensité diffractée avec l'angle azimutal pour les deux microstructures FG et UFG.

### Préambule

#### (i) Présentation des essais de traction en température

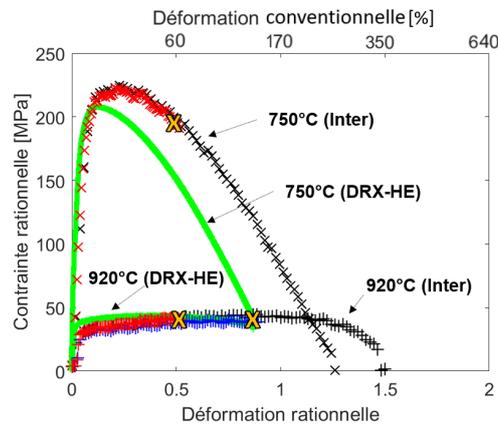
Les conditions d'essai de traction en température appliquées, lors de la campagne synchrotron sur la ligne P07 de PETRA III (Section II.2.3.2 Chap.II p.46), sont les suivantes :

- une vitesse de chauffage de  $60 \text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  suivi d'un maintien isotherme de 10 min avant déformation et d'une trempe à l'hélium après déformation ;
- des températures identiques à celles de l'étude précédente (essais de traction interrompus suivis d'un refroidissement four) : (i)  $750 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $920 \text{ }^\circ\text{C}$  pour la microstructure FG, (ii)  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $750 \text{ }^\circ\text{C}$  pour la microstructure UFG ;
- deux vitesses de déformation :  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (identique aux conditions adoptées dans la partie IV.1 p.90) et  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Il est à noter que cette deuxième vitesse est plus rapide que celle retenue pour la partie précédente (Section IV.1 p.90) car le simulateur thermomécanique (dilatomètre DIL 805) ne permet pas d'atteindre des vitesses plus lentes.

- une déformation rationnelle maximale imposée par le dilatomètre de 0,9 (déplacement maximal de 9 mm) pour toutes les éprouvettes, ne permettant donc pas d'atteindre la rupture.

Rappelons au préalable, que seuls les essais "in-situ" réalisés à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  pourront être confrontés directement aux données obtenues et discutées précédemment lors des essais interrompus. La vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  servira d'intermédiaire entre les conditions de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

La figure IV.20 compare les courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues par essais de traction réalisés à Albi (croix) et à PETRA III (courbes vertes) à 750 °C et 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .



**Figure IV.20** – Courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues par essais de traction interrompus à 750 °C et 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , réalisés à Albi (désignés par Inter) et à la plateforme PETRA III (désignés par DRX-HE).

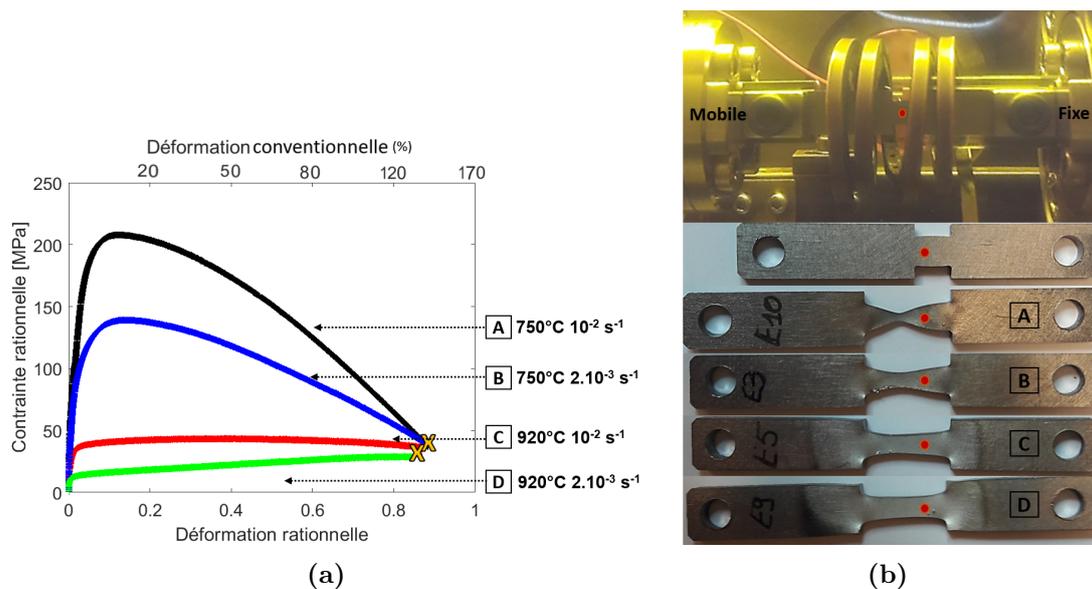
Nous observons, tout d'abord, que les niveaux de contrainte et le comportement mécanique en traction sont comparables à ceux décrits précédemment (Section IV.2 p.94). On note cependant que les niveaux de déformation à 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  sont plus faibles pour les essais issus de l'étude in-situ.

Par ailleurs, toujours pour cette condition, la déformation maximale de l'éprouvette est proche de la rupture. Au contraire à 920 °C, la déformation maximale de l'éprouvette correspond à un niveau de déformation intermédiaire au premier et second essais interrompus.

La figure IV.21 présente les courbes de contrainte-déformation rationnelles (Fig.IV.21a) ainsi que la forme des éprouvettes à l'issue des essais de traction pour la microstructure FG (Fig.IV.21b).

Tout d'abord, nous constatons que l'ensemble des courbes présente un domaine d'écrouissage suivi :

- (i) à basse température, d'un adoucissement ;
- (ii) à haute température, d'un état stationnaire, voire pour une faible vitesse de déformation (ici  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) d'un durcissement.



**Figure IV.21** – Courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues par essais de traction à 750 °C et 920 °C et pour deux vitesses de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) (a). Les croix jaunes marquent l'interruption de l'essai. Photographies montrant la position des éprouvettes dans le simulateur thermomécanique DIL 805 et la forme des éprouvettes avant et après essais de traction interrompus (b).

De plus, la figure IV.21b montre la présence d'une striction sur les éprouvettes A et B. En raison de cette localisation de la déformation favorisée à basse température (750 °C) et pour une vitesse de déformation rapide, nous considérons par la suite que la déformation des éprouvettes A et B est homogène seulement dans la première partie de l'essai (déformation rationnelle de 0,5). En effet, nous avons pu constater précédemment que pour une déformation rationnelle d'au moins 0,5, l'éprouvette ne présente pas de striction.

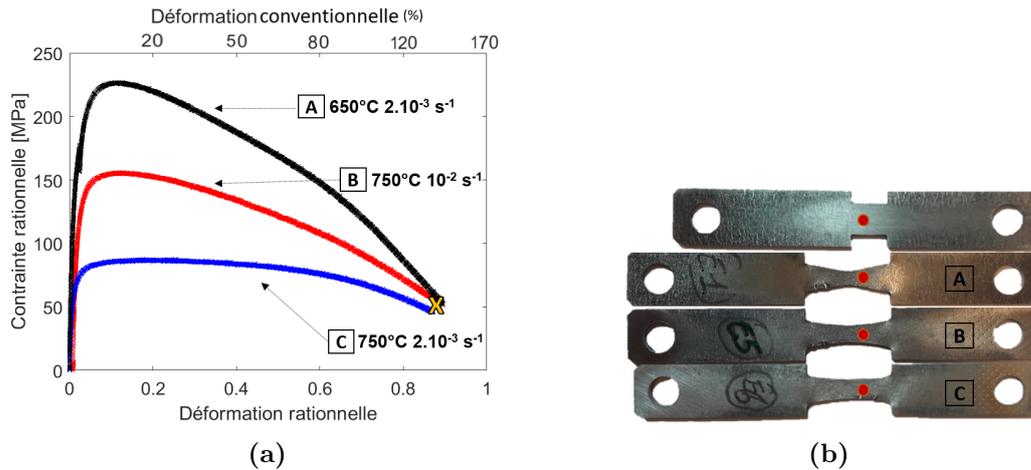
À l'inverse, à haute température, nous n'observons pas de striction jusqu'à la fin de l'essai. Nous pouvons donc considérer que les données obtenues sont représentatives du comportement homogène du matériau dans ces conditions (c'est-à-dire que la zone analysée par DRX, malgré le fait qu'elle évolue au cours de l'essai, reste dans une zone représentative du comportement global de l'éprouvette).

En effet, il est important de noter que la zone d'analyse, signalée par un point rouge sur chaque éprouvette (Fig.IV.21b) évolue au cours de l'essai d'où l'importance de s'assurer que la déformation de l'éprouvette reste bien homogène pour pouvoir comparer les données traitées entre elles.

De la même façon, pour la microstructure UFG, la figure IV.22 présente les courbes de contrainte-déformation rationnelles (Fig.IV.22a) ainsi que les éprouvettes résultant des essais de traction interrompus (Fig.IV.22b).

La figure IV.22a montre un écrouissage en début d'essai suivi de :

- (i) à 650 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (éprouvette A), d'un adoucissement ;
  - (ii) à 750 °C, d'un état stationnaire plus ou moins marqué suivi par un adoucissement.
- En particulier, la stabilisation de la contrainte d'écoulement prédomine surtout pour la vitesse de déformation lente ( $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).



**Figure IV.22** – Courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues par essais de traction sous vide à  $650\text{ °C}-2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ ,  $750\text{ °C}-2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  et  $750\text{ °C}-10^{-2}\text{ s}^{-1}$ . Les croix jaunes marquent l'interruption de l'essai. Photographie montrant la forme des éprouvettes avant et après essais de traction interrompus (b).

On note également qu'une striction est présente à  $650\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  (éprouvette A) et ne fait que débiter pour les conditions de  $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  (éprouvette B) et  $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  (éprouvette C) (Fig.IV.22b). Les données en fin d'essai pour ces conditions seront donc discutées avec précaution.

## (ii) Rappel des données expérimentales extraites et de leur analyse

La combinaison des essais de traction à la diffraction de rayons X synchrotron nous permet de suivre au cours de la déformation :

- l'évolution des déformations élastiques du réseau cristallin, calculées à partir de la position angulaire des pics  $\varepsilon_{hkl} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_0}$ , pour deux familles de plans des phases  $\alpha$  et  $\beta$  parallèlement ( $\varepsilon_{\parallel}^{hkl}$ ) et perpendiculairement ( $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$ ) à l'axe de traction. Ce paramètre permet d'appréhender la répartition de la déformation et les possibles transferts de charge entre les deux phases au cours de l'essai. Il est ici décrit uniquement pour la condition à  $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  car, contrairement aux autres conditions, elle présente un nombre suffisant de mesures avant le domaine élasto-plastique. Les données obtenues pour les autres conditions d'essai sont néanmoins présentées en Annexe C.
- l'évolution des distorsions non uniformes du réseau cristallin (variations locales des distances interréticulaires), évaluées par la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de diffraction. Dans cette étude, nous considérons que les variations de la FWHM sont liées essentiellement à celles de la densité de défauts et, plus particulièrement, à une contribution significative des dislocations au vue de la sollicitation mécanique appliquée [Ji+90][Ung04][Bin+14]. Notons que la taille des cristallites peut aussi contribuer à l'évolution de ce paramètre. Cependant, sachant que la taille des cristallites est globalement supérieure à  $0,1\text{ }\mu\text{m}$ , il peut être admis qu'elle n'aura pas d'influence sur l'évolution de la FWHM (Section II.2.3.3 Chap.II p.46).
- l'évolution au cours de l'essai mécanique de l'intensité diffractée selon l'angle azimutal  $\Psi$  pour les famille de plans  $\{10\bar{1}0\}_{\alpha}$  et  $\{200\}_{\beta}$ .

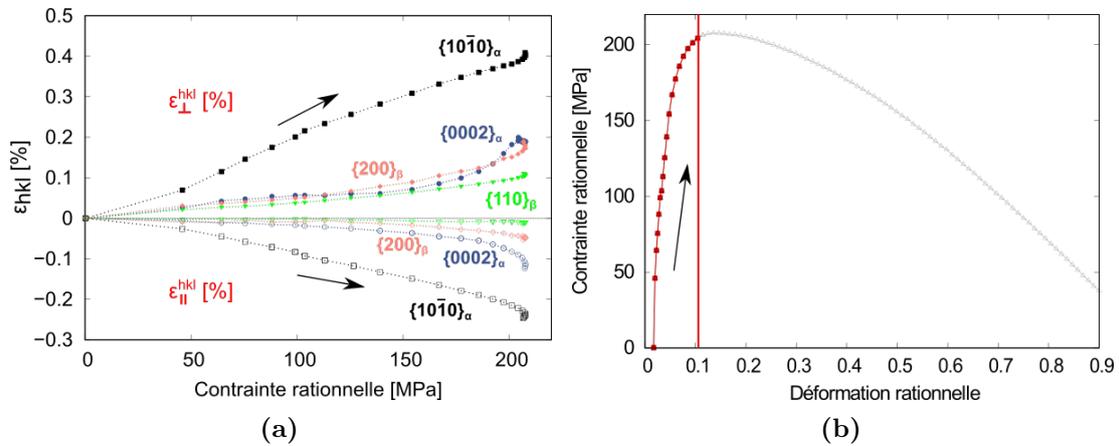
Les données associées aux familles de plans  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{100\}_\beta$  sont exposées en Annexe D. Dans cette étude,  $\Psi = 0$  et  $180^\circ$  correspondent à la direction de sollicitation, notée DL car elle correspond également à la direction initiale de laminage, et  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  à la direction transverse de la tôle. Les variations en intensité peuvent être associées à la formation de désorientations intragranulaires (c'est-à-dire à la formation de sous-structures de dislocations), à la rotation des grains, à l'augmentation de la taille de grains (augmentation de la taille des spots d'intensité diffractée) et à la perte de texture cristallographique.

### IV.3.1 Évolution in-situ de la microstructure FG à $750^\circ\text{C}$

#### IV.3.1.1 Présentation des résultats obtenus à $750^\circ\text{C}$ $10^{-2}\text{ s}^{-1}$

##### (i) Évolution de la déformation élastique des plans cristallographiques

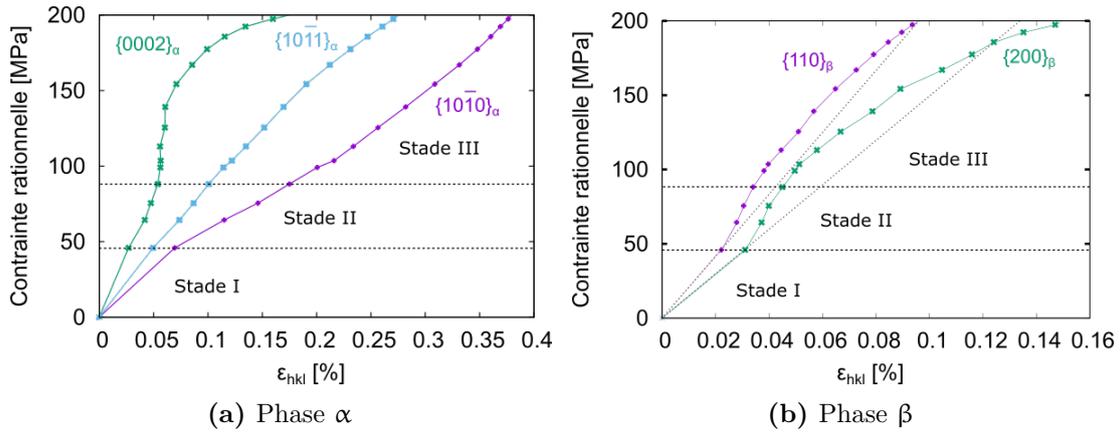
La figure IV.23a présente l'évolution de la déformation élastique des familles de plans  $\{0002\}_\alpha$ ,  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$ ,  $\{110\}_\beta$  et  $\{200\}_\beta$  parallèles et perpendiculaires à la direction de sollicitation (direction de laminage), respectivement notées  $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$  et  $\varepsilon_{\parallel}^{hkl}$  en fonction de la contrainte rationnelle macroscopique pour une température de  $750^\circ\text{C}$  et une vitesse de déformation de  $10^{-2}\text{ s}^{-1}$ . Nous considérons ici uniquement les données obtenues en début d'essai ( $\sigma_{\max}$ ), comme présenté sur la figure IV.23b. On note que les déformations déterminées dans les plans parallèles et perpendiculaires à l'axe de traction sont respectivement négatives et positives.



**Figure IV.23** – Évolution de la déformation élastique des familles de plans des phases  $\alpha$  et  $\beta$  de la microstructure FG perpendiculaires  $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$  (déformation positive) et parallèles à la direction de sollicitation  $\varepsilon_{\parallel}^{hkl}$  (déformation négative) en fonction de la contrainte rationnelle (jusqu'au niveau de contrainte maximal) lors de l'essai de traction à  $750^\circ\text{C}$ - $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  (a). Représentation du niveau de  $\sigma - \varepsilon$  concerné par ces données (b).

Pour la suite de la discussion, seules les données correspondant à la direction de traction seront considérées ( $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$ ).

Pour de faibles contraintes macroscopiques, des différences de pente pour chaque famille de plans sont constatées. En effet, l'anisotropie élastique des phases  $\alpha$  et  $\beta$ , liée aux valeurs des constantes d'élasticité différent d'une direction à l'autre. Ainsi, comme représenté sur la figure IV.24 (stade I), nous obtenons les mêmes tendances que celles décrites dans la littérature pour les modules d'élasticité de la phase  $\alpha$ , à savoir  $E_{0002} > E_{10\bar{1}1} > E_{10\bar{1}0}$  [Gon+10], et de la phase  $\beta$ ,  $E_{110} > E_{200}$  [Bed+20]. Nous ne considérons ici que la tendance car nous ne disposons que d'un seul point de mesure dans le domaine supposé élastique (stade I).



**Figure IV.24** – Contrainte rationnelle (jusqu’au niveau de contrainte maximal) en fonction de la déformation élastique de différentes familles de plans ( $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$ ) des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) obtenues pour la microstructure FG au cours de l’essai de traction à  $750^{\circ}\text{C } 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Proche de 50 MPa, nous constatons un premier changement de pente pour les deux phases. La pente devient ainsi plus faible dans le cas de la phase  $\alpha$  et inversement pour la phase  $\beta$ . Ceci indique que la phase  $\beta$  commence à se déformer plastiquement alors que la phase  $\alpha$  continue à se déformer élastiquement (Stade II). Ce stade II correspond donc au début de la zone de déformation élastoplastique.

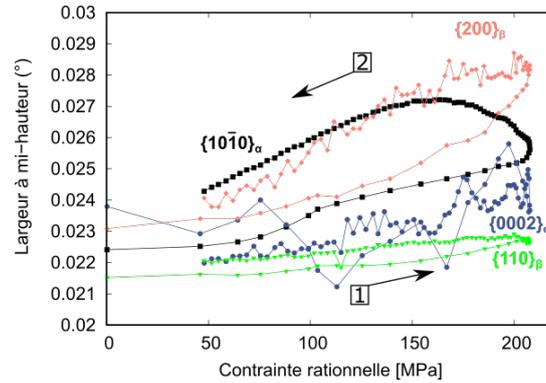
Au voisinage de 75 MPa, une stabilisation de la déformation élastique débute aussi dans la phase  $\alpha$  mais essentiellement pour les plans basaux ( $\{0002\}_{\alpha}$ ). La phase  $\alpha$  commence donc à plastifier également (stade III). Simultanément, on observe un transfert de charge progressif, cette fois-ci, de la phase  $\alpha$  vers la phase  $\beta$  (déformation élastique s’intensifie). Notons qu’en raison d’un faible nombre de données disponibles dans ces stades I et II, nous pouvons essentiellement conclure que la déformation plastique débute localement pour une contrainte macroscopique entre 50 MPa et 75 MPa. De plus, les différents changements de pente suggèrent une évolution de la répartition des déformations dans chacune des deux phases (interactions et transfert de charge entre les deux phases). Au-delà de 150 MPa, on note une intensification des déformations élastiques dans les deux phases.

## (ii) Évolution de la largeur à mi-hauteur

La figure IV.25 présente l'évolution de la FWHM des pics de diffraction des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{0002\}$  de la phase  $\alpha$  ainsi que des plans  $\{200\}$  et  $\{110\}$  de la phase  $\beta$  en fonction de la contrainte rationnelle. Les flèches noires représentent le sens du chargement mécanique.

Quelle que soit la famille de plans considérée, la FWHM reste relativement constante jusqu'à une valeur de contrainte macroscopique de 50 MPa (Stade I en référence à la figure IV.24). Au-delà de cette valeur de contrainte macroscopique, on assiste à une augmentation de la FWHM dont l'amplitude est fonction de la famille de plans considérée. Ainsi, l'amplitude est minimale pour les plans denses de chaque phase (le plan basal de la phase  $\alpha$  et le plan  $\{110\}$  de la phase  $\beta$ ). Cette augmentation est globalement respectée pendant la période d'écroutissage (Stade III en référence à la figure IV.24).

Lors de la phase d'adoucissement, la FWHM diminue dans les plans  $\{200\}$  de la phase  $\beta$  alors que dans la phase  $\alpha$ , cette diminution ne débute qu'à partir d'une valeur de contrainte proche de 160 MPa.



**Figure IV.25** – Évolution de la largeur à mi-hauteur de différentes familles de plans des phases  $\alpha$  ( $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{0002\}$ ) et  $\beta$  ( $\{200\}$  et  $\{110\}$ ) en fonction de la contrainte rationnelle lors de l'essai de traction à  $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  pour la microstructure FG. Les flèches noires représentent le sens du chargement mécanique.

Si l'on considère que la contribution principale à l'évolution de la FWHM est la densité de dislocations, ces évolutions confortent les observations faites par EBSD dans la phase  $\alpha$ , concernant la présence d'une grande quantité de GNDs intragranulaires pour un niveau de déformation rationnelle de 0,5, ce qui correspond à une contrainte d'environ 150 MPa, (Fig.IV.11a1). En complément, nous montrons également que la phase  $\beta$  participe à l'écroutissage par une augmentation de la densité de défauts cristallins.

## (iii) Évolution azimutale de l'intensité diffractée

Sur la figure IV.26, nous présentons l'évolution de l'intensité diffractée des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{200\}$  selon l'angle  $\Psi$ . En parallèle, nous comparons ces évolutions avec les figures de pôles obtenues sans déformation à  $750\text{ °C}$  ( $\varepsilon_{rat} = 0$ ) et après déformation plastique ( $\varepsilon_{rat} = 0,9$ ).

Pour la famille de plans prismatiques  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (Fig.IV.26a), plusieurs constats peuvent être listés :

(i) pour une déformation rationnelle allant de 0 à 0,15, nous observons une intensité diffractée importante des plans prismatiques perpendiculaires à DT (donc parallèles à DL), c'est-à-dire à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$ , et une intensité moindre autour de DL (direction de sollicitation), c'est-à-dire pour  $\Psi = 0^\circ$  et  $180^\circ$ . La figure de pôles obtenue après chauffage est donc cohérente avec la position de l'intensité diffractée sur l'azimut pour  $\varepsilon_{rat} = 0$  (Fig.IV.26c).

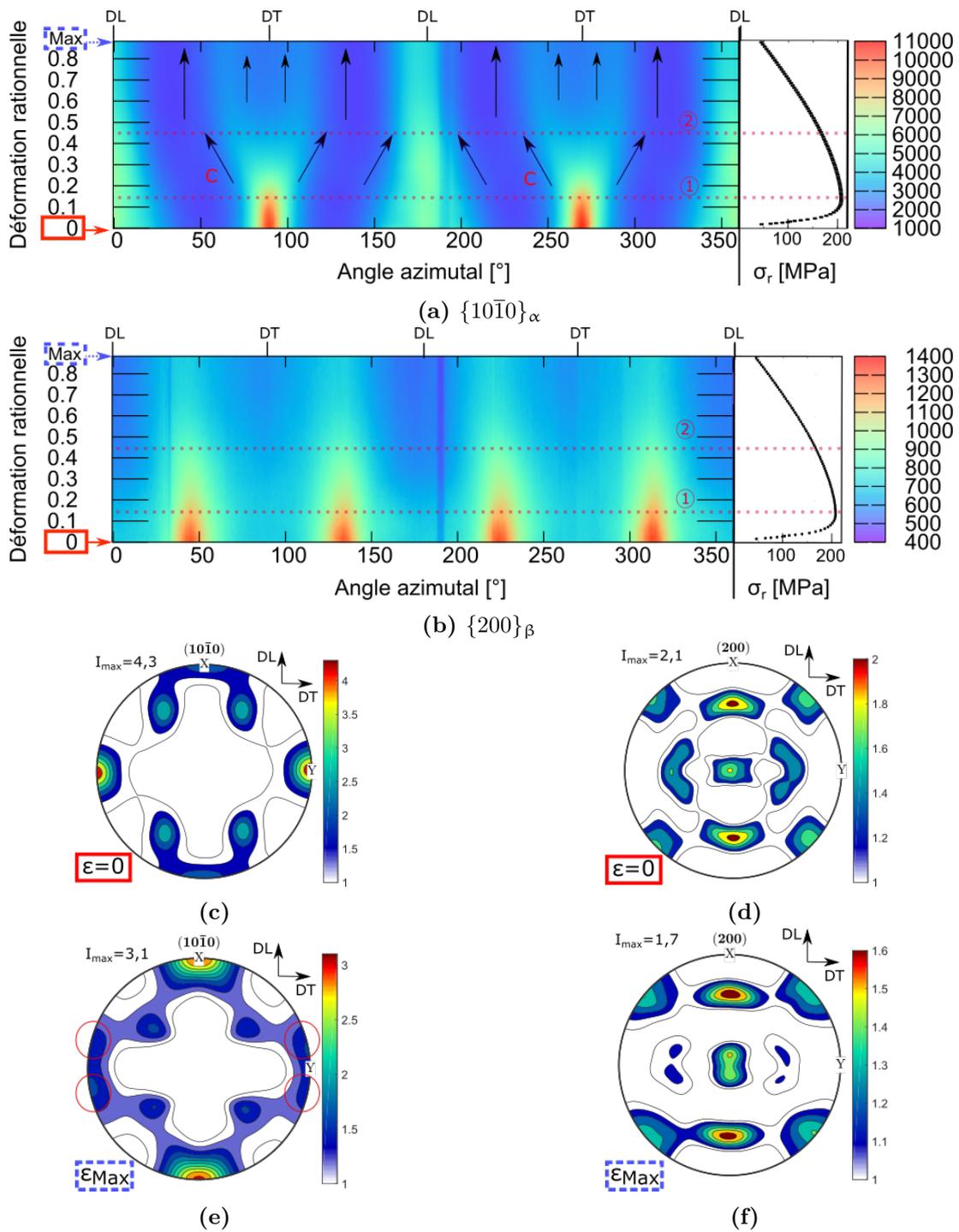
(ii) Au-delà d'une déformation rationnelle de 0,15 ( $\sigma = 205$  MPa), c'est-à-dire au début de l'adoucissement (Fig.IV.21a), les bandes d'intensité diffractée situées à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  s'étalent autour de la position azimutale initiale pour couvrir progressivement un domaine angulaire d'environ  $40^\circ$  (cône noté C) jusqu'à une déformation rationnelle de 0,45. En parallèle, les bandes d'intensité diffractée situées à  $\Psi = 0^\circ$  et  $180^\circ$  semblent au contraire moins étalées.

Dans la littérature, l'augmentation des désorientations cristallographiques, visible par l'étalement angulaire de l'intensité diffractée (observé à  $\Psi = 90^\circ$  pour la phase  $\alpha$ ) [Lis+10] suppose la formation de sous-structures et de sous-joints de grains avec la multiplication de dislocations [Yan+09][Yan+10]. L'augmentation de la FWHM, observée dans cette même gamme de déformation, nous permet effectivement de penser que le mouvement de dislocations intragranulaire pourrait être la contribution majoritaire à la déformation.

(iii) À partir d'une déformation rationnelle d'environ 0,45 ( $\sigma = 150$  MPa), cet élargissement se scinde en deux nouvelles bandes (orientations cristallographiques) confirmées par la figure de pôles mesurée après essai (Fig.IV.12a<sub>4</sub>). Ces observations nous permettent donc de confirmer que la texture de la phase  $\alpha$  est modifiée avec un étalement de la bande d'intensité diffractée autour de la direction DT et avec une intensité plus marquée pour les bandes selon DL, comme montré avec les figures de pôles issues des essais interrompus et refroidis lentement (Fig.IV.12a).

Rappelons cependant que cette condition présente une striction importante de l'éprouvette en fin d'essai et par conséquent, il est possible qu'à partir d'une déformation rationnelle de 0,45-0,5 (Fig.IV.26), la localisation de la déformation soit à l'origine de ces dernières évolutions.

En parallèle dans la phase  $\beta$ , l'évolution de l'intensité diffractée des plans  $\{200\}_\beta$  selon l'angle azimutal (Fig.IV.26b) montre des bandes d'intensité diffractée aux positions angulaires situées avant déformation à environ  $\Psi = 45^\circ, 135^\circ, 225^\circ$  et  $315^\circ$ . Au cours de la déformation, on assiste à une diminution progressive des maxima en intensité, conduisant ainsi à une distribution plus homogène de l'intensité diffractée selon l'azimut. Ces changements marqués en distribution traduisent une diminution importante de l'intensité de texture cristallographique. Ceci étant, la figure de pôles de la phase  $\beta$  après essai permet de montrer que les composantes  $\{100\} < 110 >$  et  $\{111\} < \bar{1}\bar{1}2 >$  sont conservées alors que la composante  $\{111\} < \bar{1}\bar{1}0 >$  commence à disparaître (Fig.IV.26f), ce qui montre que malgré une baisse d'intensité des pôles, l'orientation cristallographique des grains de la phase  $\beta$  évolue peu au cours de la déformation plastique.

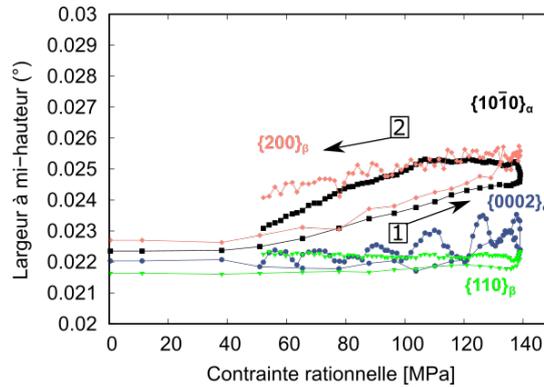


**Figure IV.26** – Évolution de l'intensité diffractée des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) selon l'angle azimutal au cours de la déformation à  $750^\circ\text{C}$   $10^{-2}\text{s}^{-1}$  pour la microstructure FG. Figures de pôles mesurées sans déformation à  $750^\circ\text{C}$  (c,d) et après essai de traction interrompu (e,f) et suivis d'une trempe.

### IV.3.1.2 Présentation des résultats obtenus à $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$

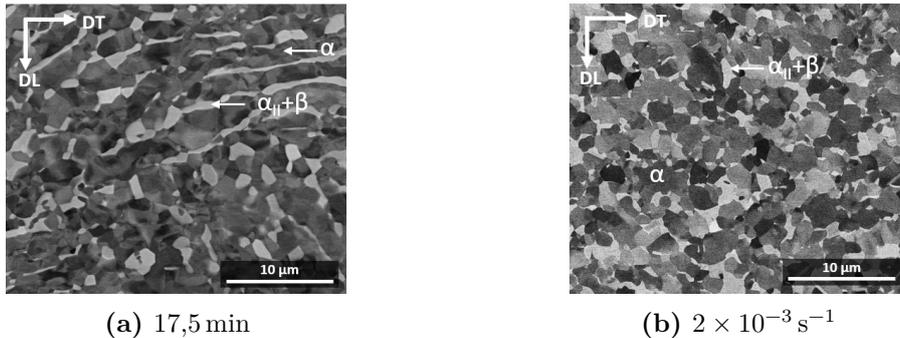
#### (i) Largeur à mi-hauteur (FWHM) et morphologie des phases

À  $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ , la FWHM évolue de façon comparable à la condition précédente mais avec des amplitudes de variation moins prononcées (Fig.IV.27). Ces variations moindres sont probablement la conséquence de la compétition entre la cinétique d'annihilation et de multiplication des dislocations.



**Figure IV.27** – Évolution de la largeur à mi-hauteur de différentes familles de plans des phases  $\alpha$  ( $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{0002\}$ ) et  $\beta$  ( $\{200\}$  et  $\{110\}$ ) en fonction de la contrainte rationnelle à  $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  pour la microstructure FG. Les flèches noires représentent le sens de chargement mécanique.

La figure IV.28 présente les microstructures obtenues par trempe à l'hélium après traitement thermique de 17,5 min à  $750\text{ °C}$  et après interruption de l'essai de traction réalisé à  $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ .



**Figure IV.28** – Microstructures obtenues par MEB (mode BSE) après traitement thermique de 17,5 min à  $750\text{ °C}$  (a) et essais de traction à  $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  (b), suivis d'une trempe pour la microstructure FG. La phase  $\alpha$  apparaît en foncé et le mélange  $\alpha_{II} + \beta$  apparaît en clair.

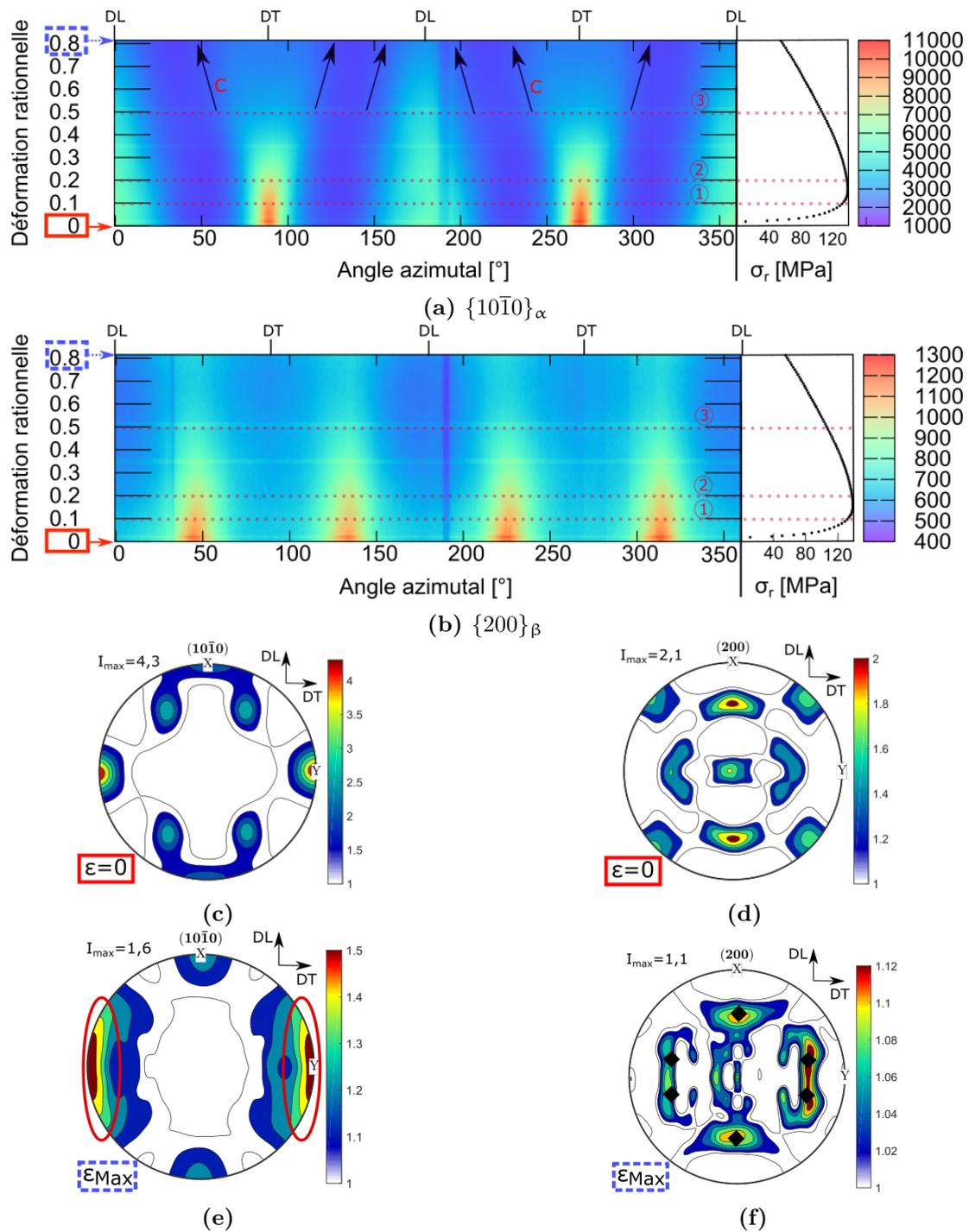
La microstructure après essai de traction possède une morphologie de la phase  $\alpha$  nodulaire ainsi qu'une répartition plus homogène de la phase  $\beta$ . Il apparaît également que la taille des grains  $\alpha$  a légèrement diminué au cours de l'essai.

## (ii) Évolution azimutale de l'intensité diffractée

Sur la figure IV.29, si l'on regarde l'évolution de l'intensité diffractée des plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  selon  $\Psi$ , nous observons :

- comme dans le cas de la vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , à  $\varepsilon_{rat}=0$ , les intensités diffractées ont la même position sur l'azimut. Cette observation est également en accord avec la figure de pôles obtenue avant déformation à cette température (Fig.IV.29c).
- pour la phase  $\alpha$  : essentiellement une diminution de l'intensité diffractée selon  $\Psi$  et un élargissement des bandes situées à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  en particulier à partir d'une déformation égale à 0,5. Sur la figure de pôles, cela traduit une texture moins marquée avec la modification de l'orientation de certains plans prismatiques, initialement perpendiculaires à la direction de traction, qui vont avoir tendance à s'incliner de  $15^\circ$  en direction de DL (comme entouré sur la figure IV.29e).  
On note également que contrairement à la vitesse de déformation rapide, le pôle situé selon DL (Fig.IV.29e) est beaucoup moins intense et les bandes situées à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  ne présentent pas de "partage" de l'intensité diffractée.
- pour la phase  $\beta$  : essentiellement une intensité diffractée selon  $\Psi$  qui baisse dès le maximum de contrainte atteint et qui devient de plus en plus homogène.

Attention, toutefois, car sur la figure IV.29b, seule la composante  $\{100\} \langle 110 \rangle$  est ici visible. Or, la figure de pôles correspondant à l'essai interrompu (trempé) (Fig.IV.29f) montre que la texture de la phase  $\beta$  a changé au cours de la déformation, pour ne conserver que la composante  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ , contrairement à ce qui a pu être observé pour une vitesse de déformation rapide. De plus, on peut remarquer des similitudes avec les figures de pôles des phases  $\alpha$  et  $\beta$  présentées avant rupture dans la partie précédente (essais interrompus et refroidis lentement) pour la condition à  $750^\circ\text{C } 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (Fig.IV.13a<sub>6</sub> et IV.13b<sub>5</sub>).



**Figure IV.29** – Évolution de l'intensité diffractée des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) selon l'angle azimutal au cours de la déformation à  $750\text{ °C}$   $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  pour la microstructure FG. Figures de pôles obtenues sans déformation à  $750\text{ °C}$  (c,d) et après essai de traction interrompu (e, f) et suivis d'une trempe.

### IV.3.1.3 Discussion des mécanismes de déformation pour la microstructure FG à 750 °C

La réalisation d'essais de traction à cette température a permis de montrer des comportements mécaniques et des évolutions microstructurales différents selon la vitesse de déformation considérée. Ainsi, nous discutons dans cette section les mécanismes contribuant à la déformation selon la vitesse de déformation appliquée ainsi que le séquençement de leur contribution selon le niveau de déformation considéré.

Pour rappel, à 750 °C avant essai de traction, la microstructure FG présente une fraction de phase  $\alpha$  majoritaire (86%), une morphologie de grains  $\alpha$  à la fois nodulaire et lamellaire ainsi qu'une répartition hétérogène de la phase  $\beta$  aux interfaces.

À 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , la microstructure FG présente un faible allongement à rupture (non adapté au formage superplastique) et un adoucissement continu une fois le pic de contrainte atteint. La grande quantité de GNDs intragranulaires et l'augmentation de la FWHM au cours de l'érouissage et jusqu'à 160 MPa dans la phase  $\alpha$ , nous amènent à penser que **l'activité (multiplication, mouvement et réarrangement) de dislocations** dans la phase  $\alpha$  puisse être l'un des mécanismes de déformation majoritaires pour cette condition. De plus, il apparaît sur la micrographie obtenue après essai de traction interrompu à 70% de déformation (Fig.IV.3b) que la morphologie des grains  $\alpha$  devient nodulaire au début de l'essai. Ainsi, l'activité de dislocations intragranulaires favoriserait la **globularisation** de la phase  $\alpha$  au début de l'essai. Cette condition présente alors un comportement mécanique et des modifications microstructurales désignant un mécanisme classique de déformation plastique par le mouvement de dislocations dans la phase  $\alpha$ . Toutefois, comme constaté avec les essais menés à rupture, l'allongement final s'avère très important (déformation conventionnelle de 250%,  $\varepsilon_{rat} = 1,3$ ) contrairement à ce qui est habituellement observé pour des essais "classiques" de déformation plastique. Ainsi, nous ne pouvons donc pas écarter **une contribution du GBS** à la déformation, qui plus est, lorsque l'on s'aperçoit que l'intensité de texture diminue fortement dans les deux phases pour une déformation rationnelle allant de 0,1 et 0,45. De même que, au vue de la modification de la texture de  $\beta$ , il est possible que des mécanismes d'accommodation interviennent dans la phase  $\beta$ .

En diminuant la vitesse de déformation (à 750 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ), on constate également l'obtention d'une microstructure plus fine et nodulaire. Une fois le maximum de contrainte atteint, nous avons pu mettre en évidence, une forte diminution de l'intensité de texture et la conservation à une valeur constante de la FWHM au cours de l'essai. L'hypothèse la plus convaincante ici est une contribution du **glissement aux joints de grains  $\alpha$**  à la déformation, d'autant plus favorisée par l'obtention d'une microstructure nodulaire et fine à l'issue de la globularisation constatées en début d'essai. En ce qui concerne la phase  $\beta$ , elle présente des modifications de texture plus marquées que pour la condition précédente, avec la perte de composantes de texture et une forte diminution de l'intensité diffractée selon  $\Psi$  à partir du même niveau de déformation que pour la phase  $\alpha$  (déformation rationnelle de 0,2). Ainsi, comme précédemment (vitesse de déformation plus rapide), cela suggère que la phase  $\beta$  participe à l'accommodation du glissement aux joints de grains préférentiellement par le mouvement de dislocations dans celle-ci, permettant ainsi d'expliquer la modification d'orientation cristallographique constatée. Ce type de mécanisme a d'ailleurs été observé par Alabort et al. à plus haute température pour une microstructure caractérisée par des tailles de nodules  $\alpha$  plus élevées (6  $\mu\text{m}$ ) [Ala+16].

Nous avons également pu constater que les modifications microstructurales intervenant à  $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  (élargissement intensité diffractée sur l'azimut) se retrouvent pour la condition de  $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ , mais décalés vers des niveaux de déformation plus importants. Ce constat est d'ailleurs valable pour les deux phases. En effet, en diminuant la vitesse de déformation, la contribution de la phase  $\beta$  dans la déformation semble augmenter (modification de texture importante). Un **effet dit cinétique** est donc induit par la diminution de la vitesse de déformation sur les modifications de la microstructure au cours de l'essai.

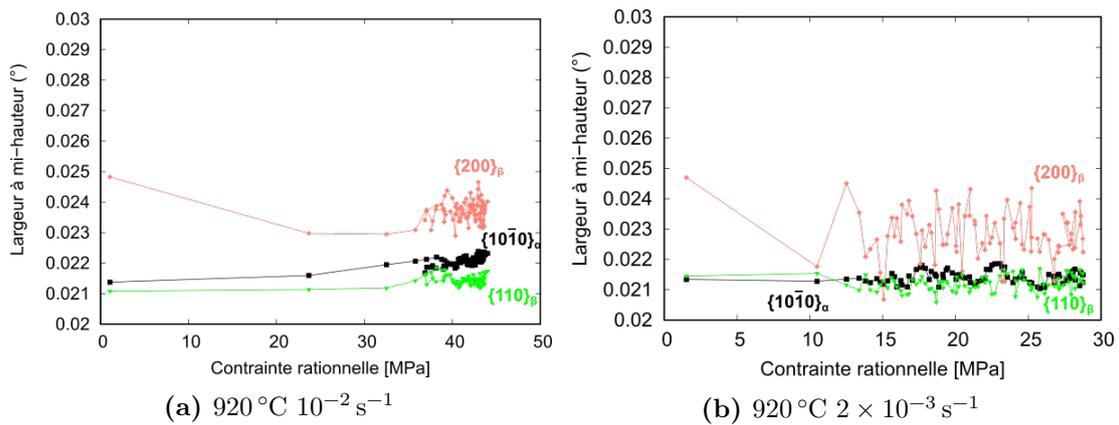
Par ailleurs, à  $750\text{ °C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ , en tout début de déformation (en particulier dans la phase d'érouissage) et, comme décrit pour les autres conditions, une activité de dislocations accompagne la fin de la globularisation. De plus, en complément des évolutions de la microstructure observées, la vitesse de déformation et la température semblent adaptées pour la contribution de mécanismes, à la fois, intergranulaires et intragranulaires (comme suggéré par la distribution des GNDs) dont, plus particulièrement, le GBS. En effet, cette contribution du GBS est aussi suggérée par un comportement mécanique stationnaire, une valeur de  $m > 0,3$  (Annexe A) ainsi qu'une augmentation de la dispersion de l'orientation cristallographie des grains  $\alpha$  autour de la composante de texture initiale. Concernant la phase  $\beta$ , les évolutions de texture (perte de deux composantes au profit d'une nouvelle puis dispersion) suggèrent que la phase  $\beta$  pourrait accommoder une partie du GBS (préférentiellement par des dislocations mais peut-être aussi par des mécanismes diffusionnels). Notons également une légère augmentation de la taille des nodules  $\alpha$  qui, pour des niveaux de déformation élevés, tendrait à diminuer la contribution du GBS au profit de mécanismes intragranulaires (Fig.IV.11a<sub>3</sub>).

### IV.3.2 Évolution in-situ de la microstructure FG à $920\text{ °C}$

À haute température, la phase  $\beta$  est présente en plus grande quantité qu'à  $750\text{ °C}$  (12% à  $750\text{ °C}$  et 59% à  $920\text{ °C}$ ). Nous pouvons donc nous attendre à ce que son rôle dans la déformation soit plus important qu'à  $750\text{ °C}$ . De plus, les proportions d'interfaces/joints de grains ( $\alpha/\alpha$ ,  $\alpha/\beta$  et  $\beta/\beta$ ) sont également modifiées par rapport à  $750\text{ °C}$ .

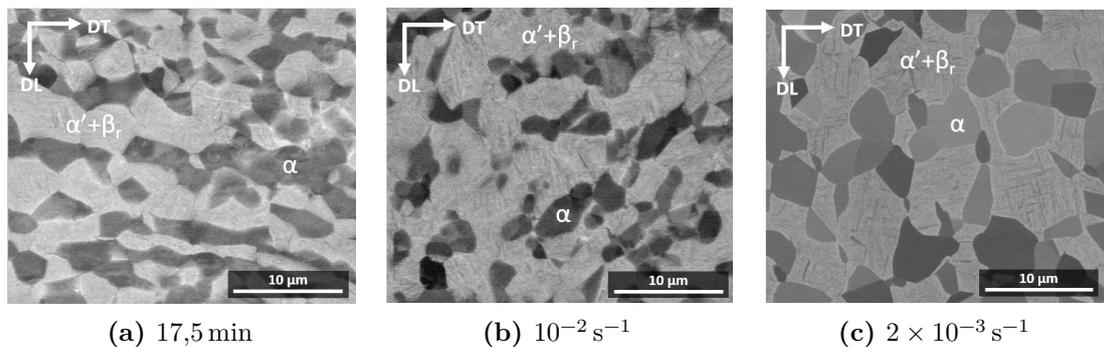
#### IV.3.2.1 Largeur à mi-hauteur et morphologie des phases

Notons, tout d'abord, que contrairement aux conditions précédentes, à haute température, quelle que soit la vitesse de déformation considérée ( $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  et  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ ), la largeur à mi-hauteur reste globalement constante (Fig.IV.30). Ce phénomène peut être attribué au fait que les hautes températures facilitent le mouvement de dislocations via les mécanismes de glissement dévié ou de montée, conduisant ainsi à un certain équilibre entre la création et l'annihilation de dislocations.



**Figure IV.30** – Évolution de la FWHM de différentes familles de plans des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) en fonction de la contrainte rationnelle au cours des essais à  $920\text{ °C}$   $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  et  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  pour la microstructure FG.

Les figures IV.31a, IV.31b et IV.31c présentent les microstructures obtenues par trempe à l'hélium, respectivement, après traitement thermique de 17,5 min à  $920\text{ °C}$  (a) et après interruption des essais de traction à  $920\text{ °C}$   $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  (b) et  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  (c). À la différence des essais de traction interrompus suivis d'un refroidissement lent (Fig.IV.4), la trempe à l'hélium permet de figer la microstructure haute température. Nous conservons ainsi les tailles caractéristiques des grains  $\alpha$  et la trace des domaines de phase  $\beta$  présents à haute température. Les tailles des grains  $\alpha$  et des domaines de phase  $\beta$  déterminées par analyse d'images, après traitement thermique seul et après essais de traction en température, sont données dans le tableau IV.5. À l'issue du maintien isotherme de 17,5 min à  $920\text{ °C}$ , la phase  $\alpha$  apparaît majoritairement sous la forme de nodules et dans une moindre mesure sous la forme de lamelles.



**Figure IV.31** – Microstructures obtenues pour la microstructure FG par MEB (mode BSE) après traitement thermique de 17,5 min à  $920\text{ °C}$  (a) et essais de traction à  $920\text{ °C}$   $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  (b) et  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  (c), suivis d'une trempe. La phase  $\alpha$  apparaît en foncé et le mélange ( $\alpha' + \beta_r$ ) apparaît en clair.

Pour une vitesse de déformation rapide (Fig.IV.31b), on observe que les grains  $\alpha$  sont essentiellement sous forme de nodules, de plus petite taille qu'après traitement thermique seul, et distribués de façon hétérogène, car parfois "agglomérés". Ils se situent aux interfaces  $\beta$ . De plus, on constate la présence de domaines de phase  $\beta$  plus larges qu'après maintien isotherme et donc d'interfaces principalement de type  $\alpha/\beta$  et  $\beta/\beta$ .

Nous observons enfin très peu d'interfaces  $\alpha/\alpha$ , davantage présentes juste avant déformation.

Pour une vitesse de déformation plus lente, on note une taille de grains  $\alpha$  et des domaines de phase  $\beta$  plus importants (Tableau IV.5). À la différence de la condition précédente, les interfaces  $\alpha/\beta$  et  $\alpha/\alpha$  sont celles principalement observées.

**Table IV.5** – Taille des grains  $\alpha$  et des domaines de phases  $\beta$  mesurés par analyse d'images MEB après traitement thermique de 17,5 min à 920 °C (a), essai de traction à 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (b) et  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (c), suivis d'une trempe à l'hélium.

Conditions	TTh 920 °C	920 °C $10^{-2} \text{ s}^{-1}$	920 °C $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
Taille de grains $\alpha$ ( $\mu\text{m}$ )	$2,7 \pm 0,1$	$2,3 \pm 0,1$	$2,9 \pm 0,1$
Taille de domaine de phase $\beta$ ( $\mu\text{m}$ )	$2,9 \pm 1,2$	$4,4 \pm 1,7$	$4,7 \pm 1,6$

### IV.3.2.2 Évolution azimutale de l'intensité diffractée

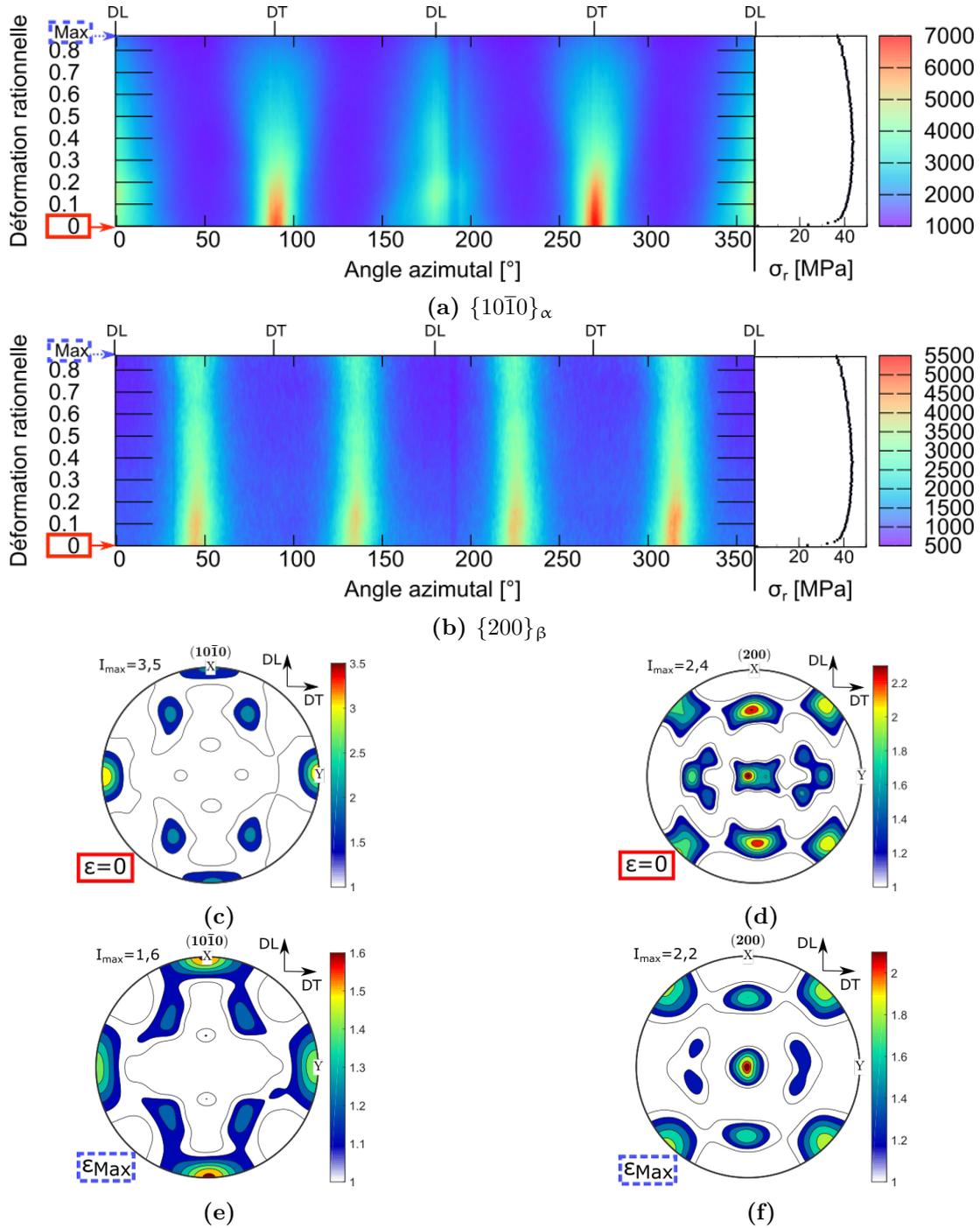
Les figures IV.32 et IV.33 présente respectivement, pour les conditions de 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , l'évolution de l'intensité diffractée des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  en fonction de l'angle azimutal au cours de la déformation et les figures de pôles associées.

Pour la condition de 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , nous pouvons constater que :

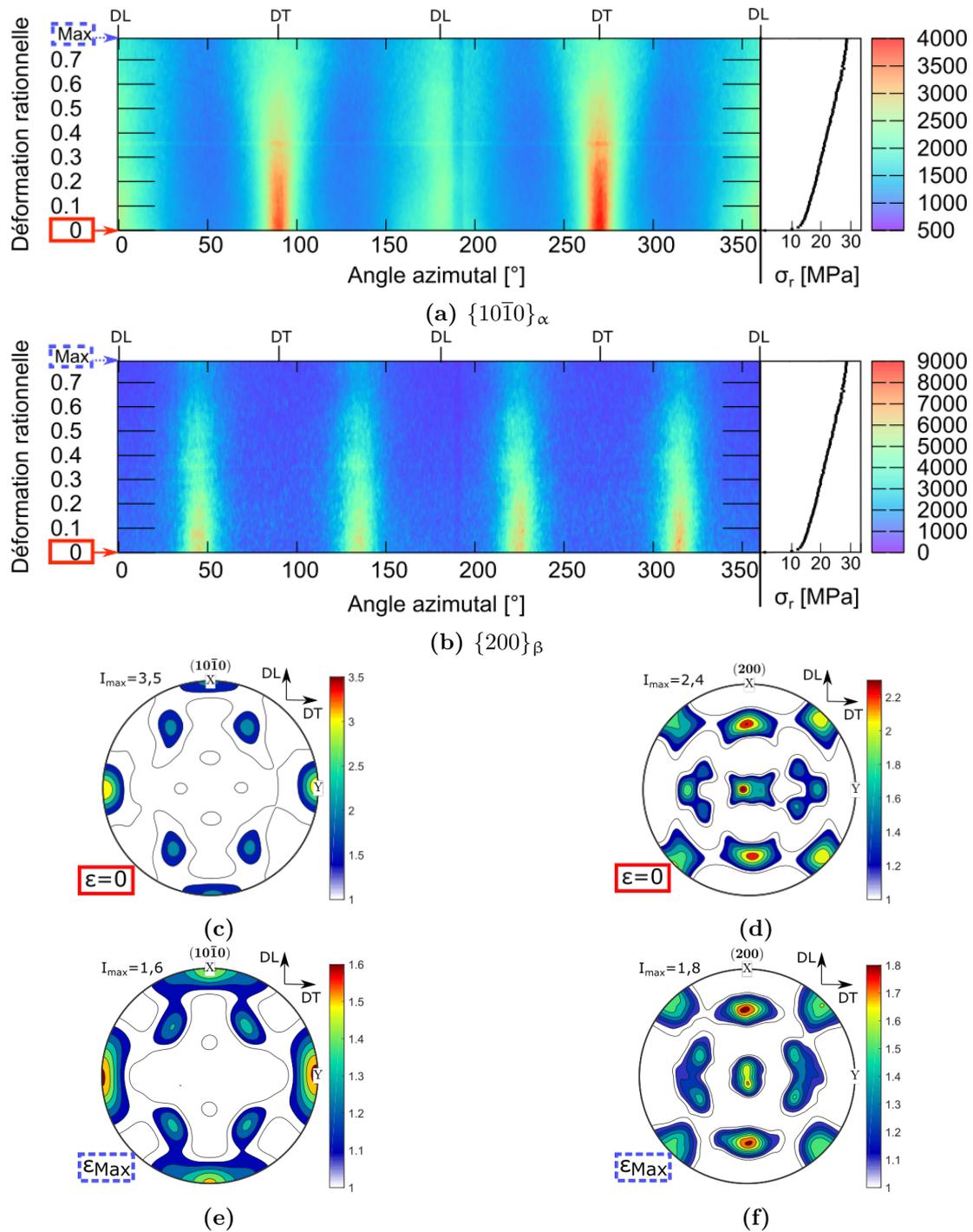
- pour la phase  $\alpha$  : les bandes d'intensité diffractée initialement présentes après chauffage restent inchangées jusqu'à une déformation rationnelle de 0,3 (contrainte macroscopique maximale). L'intensité des bandes à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  diminue fortement jusqu'à une déformation d'environ 0,4, puis ces bandes s'élargissent continument. Nous obtenons des évolutions comparables à celles observées à 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  mais décalées vers des niveaux de déformation plus importants. La figure de pôles de la figure IV.32e confirme cette évolution avec des pôles plus marqués selon DL et moins marqués, mais également présents, selon DT.
- pour la phase  $\beta$  : on constate une déviation progressive des bandes d'intensité diffractée pour une déformation allant de 0,15 à 0,3. Puis, l'intensité diffractée diminue légèrement à partir d'une déformation rationnelle de 0,25. En complément, la figure de pôles (Fig.IV.32f), nous indique que la composante  $\{100\} < 110 >$  a été majoritairement "renforcée" au cours de l'essai de traction. La phase  $\beta$  conserve donc globalement son intensité de texture mais présente de petites modifications de composante de texture au cours de la déformation.

Au même titre que précédemment, ces mêmes observations se retrouvent pour la condition de 920 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  mais décalées vers des niveaux de déformation plus importants (Fig.IV.33). Ainsi, à partir de la représentation de l'intensité diffractée selon  $\Psi$ , nous pouvons nous apercevoir que la forte diminution de l'intensité de texture de la phase  $\alpha$  constatée à l'interruption de l'essai ne débute qu'à partir d'une déformation rationnelle de 0,4. De plus, entre les conditions de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , quelques différences peuvent être mises en lumière. Pour la phase  $\alpha$ , il s'avère que les pôles les plus intenses de la famille de plans  $\{10\bar{1}0\}$  conservent leur position d'intensité maximale selon DT pour le niveau de déformation considéré. De plus, la phase  $\alpha$  présente une augmentation de la taille des spots d'intensité diffractée selon  $\Psi$  vers une déformation rationnelle de 0,4, qui suggère une augmentation de la taille de grains  $\alpha$  au cours de la déformation.

En ce qui concerne la phase  $\beta$ , l'orientation cristallographique des pôles est conservée. Cependant, l'intensité de texture de cette phase diminue fortement dès le début de l'essai.



**Figure IV.32** – Évolution de l'intensité diffractée des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) pour la microstructure FG selon l'angle azimutal au cours de la déformation à  $920^\circ\text{C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ , suivis d'une trempe. Figures de pôles obtenues sans déformation à  $920^\circ\text{C}$  (c,d) et après essai de traction interrompu (e,f).



**Figure IV.33** – Évolution de l'intensité diffractée des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) pour la microstructure FG selon l'angle azimutal au cours de la déformation à  $920^\circ\text{C}$   $2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ , suivis d'une trempe. Figures de pôles obtenues sans déformation à  $920^\circ\text{C}$  (c,d) et après essai de traction interrompu (e,f).

### IV.3.2.3 Discussion des mécanismes de déformation pour la microstructure FG à 920 °C

De la même façon qu'à 750 °C, selon la vitesse de déformation appliquée et les niveaux de déformation considérés, différents mécanismes de déformation interviennent. Dans cette section, nous discutons ces mécanismes de déformation activés à haute température pour la microstructure FG.

Lorsque l'on étudie la température de 920 °C, la transformation de phases  $\alpha \rightarrow \beta$  ayant eu lieu, la phase  $\alpha$  ne représente plus qu'une fraction de 48% et possède une morphologie de grains légèrement plus homogène qu'à 750 °C avec une répartition de  $\beta$  aux interfaces quelque peu hétérogène. Ainsi, à cette température, il apparaît d'autant plus important de s'intéresser aux joints de grains et, plus particulièrement, à l'évolution de leur distribution, répartition spatiale, nombre et forme.

À 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , la microstructure FG présente un état stationnaire et un fort allongement (déformation conventionnelle de 330%,  $\varepsilon_{rat} = 1,5$ ) caractéristiques d'une déformation superplastique. Les micrographies obtenues après essai de traction interrompus indiquent que la microstructure FG est nodulaire dès le début de l'essai. Comme pour les conditions précédentes, un réarrangement des dislocations et la diffusion de solutés contribuent à la globularisation de la microstructure en début d'essai. De plus, comme suggéré dans la synthèse intermédiaire (Section IV.2.4 p.112), la présence de GNDs localisées aux joints de grains et dans les grains  $\alpha$ , la forte diminution de l'intensité de texture de la phase  $\alpha$  et la légère modification d'orientation ainsi que la conservation d'une morphologie nodulaire et d'une taille de grains  $\alpha$  constante au cours de l'essai appuient la contribution probable de mécanismes intra et intergranulaires. Or, compte tenu de la proportion de phase  $\beta$  (52%) il est important à cette température de tenir compte également des évolutions au sein de cette phase  $\beta$ . Ainsi, il a été observé essentiellement au cours de la déformation, une conservation globale de la texture cristallographique de  $\beta$ . De plus, au cours de la déformation, il semblerait que les différents joints de grains  $\alpha/\alpha$ ,  $\alpha/\beta$  et  $\beta/\beta$  ne se distribuent pas de façon aléatoire au sein de la microstructure (avec un déplacement favorisé des interfaces  $\alpha/\beta$  suggérant une résistance plus faible au GBS de cet interface [Par+85][Kim+99]). En particulier, les grains  $\alpha$  se retrouvent essentiellement alignés localement le long de la phase  $\beta$ . Toutes ces observations suggèrent que la déformation plastique impliquerait une contribution réduite des dislocations (au sein des grains  $\alpha$ ), mais plus importante du glissement aux joints de grains  $\alpha$  (tendant à modérer l'intensité de texture dans cette phase). En complément, et pour permettre la cohésion intergranulaire (au niveau des joints de phase), c'est à dire éviter l'apparition de cavités ou fissures malgré le fait que de forts taux d'allongement soient atteints, des mécanismes d'accommodation de la déformation dans la phase  $\beta$  sont nécessaires. La conservation de sa texture cristallographique pourrait aller en faveur de mécanismes essentiellement de diffusion dans le volume et/ou aux joints de grains  $\beta$ . Des observations complémentaires seraient ici nécessaires pour apporter plus d'éléments concernant le rôle des deux phases et surtout du rôle des interfaces.

À  $920\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ , en début d'essai (jusqu'à une déformation rationnelle de 0,4), seuls les grains  $\beta$  tendent cette fois vers une orientation aléatoire, suggérant une contribution importante du **glissement aux joints de grains  $\beta$** . À en juger par le maintien à une valeur constante de la FWHM, nous pouvons penser que ce glissement aux joints de grains  $\beta$  puisse être, en partie, accommodé par la **diffusion de solutés dans le volume des grains  $\beta$  et/ou  $\alpha$** . De plus, au vue de la fraction de phases  $\alpha$  présente à cette température, il est très probable que la phase  $\alpha$  contribue également à la déformation. Ainsi, ces observations pourraient être rapprochées du **mécanisme de GBS accommodé par le fluage diffusion (extension du fluage Nabarro-Herring aux déformations importantes)**. En effet, ce mécanisme se caractérise par une augmentation du nombre d'interfaces de la phase possédant la plus grande diffusivité, en l'occurrence la phase  $\beta$ , et donc les interfaces  $\beta/\beta$ , au détriment des interfaces  $\alpha/\alpha$ . Il se caractérise également par une forte diminution de l'intensité de texture et est favorisé lorsque les phases en présence ne possèdent pas la même taille de grains, comme c'est le cas pour cette condition (Fig.IV.31c). De plus, à partir d'un certain niveau de déformation ( $\varepsilon_{rat} = 0,4$ ), la phase  $\alpha$  présente, d'une part, une diminution de son intensité de texture et une augmentation de la taille de ses grains. Ainsi, dans l'hypothèse où le GBS  $\beta$  accommodé par la diffusion de solutés dans le volume des grains  $\beta$  et/ou  $\alpha$  contribue à la déformation en début d'essai, il est probable que cette diffusion participe à la coalescence des grains  $\alpha$ . Puis, à partir d'un certain niveau de déformation ( $\varepsilon = 0,4$ ), la phase  $\alpha$  présente, d'une part, une diminution de son intensité de texture et une augmentation de sa taille de grains. Ainsi, la différence de taille de grains entre les deux phases étant peu à peu réduite au cours de l'essai, il est possible que le GBS  $\beta$  devienne moins favorable au profit de la contribution d'un autre mécanisme.

Le mécanisme permettant de décrire une diminution de l'intensité de texture de la phase  $\alpha$  pourrait être le GBS  $\alpha/\beta$  potentiellement accommodé par la diffusion de solutés aux interfaces, facilitée à ces températures. Ainsi, la limitation du GBS  $\beta$  puis du GBS  $\alpha/\beta$  au cours de l'augmentation de la taille de grains  $\alpha$  pourrait expliquer l'élévation progressive de la contrainte constatée.

À  $920\text{ °C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ , la microstructure FG présente un fort allongement ainsi qu'un faible niveau de contrainte, jusqu'à 300% de déformation conventionnelle, qui augmente fortement au cours de la déformation. La température et la vitesse de déformation appliquées ainsi que le fort durcissement obtenus rendent cette condition couteuse et peu efficace pour une mise en forme SPF. Comme décrit dans la littérature, le durcissement est expliqué, dans le cas d'un GBS  $\alpha$ , par l'augmentation de la taille de grains  $\alpha$ , or dans notre cas, cette augmentation n'est visible que lors du premier stade de déformation alors que la contrainte augmente fortement après 420% de déformation conventionnelle. De plus, à cette température, les fractions de phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont équivalentes. Il est donc possible que d'autres modifications microstructurales soient à l'origine de ce phénomène. Ainsi, les domaines de phase  $\beta$  sont de taille plus importante et entraînent des changements au niveau du nombre et du type d'interfaces ( $\alpha/\alpha$ ,  $\alpha/\beta$ ,  $\beta/\beta$ ).

Pour cette condition, la principale localisation des dislocations aux joints de grains indique la contribution d'un mécanisme de déformation intergranulaire. De plus, comme constaté pour les conditions précédentes avec l'évolution de l'intensité diffractée en fonction de  $\Psi$  au cours de la déformation, la diminution de la texture de la phase  $\alpha$  est décalée vers des niveaux de déformation plus importants lorsque l'on diminue la vitesse de déformation.

Ainsi, pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , le GBS  $\alpha$  est possiblement activé entre 260% et 420% de déformation conventionnelle (comme constaté sur les figures de pôles des essais interrompus) qui s'avère être, comme pour la condition de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , le niveau de déformation correspondant au début du durcissement. De ce fait, nous pouvons donc penser que le mécanisme de déformations principalement activé en début d'essai est certainement le **glissement aux joints de grains ( $\beta/\beta$ ) accommodé par la diffusion de solutés (peu de GNDs intergranulaires) dans les deux phases conduisant à une forte augmentation de la taille des grains. Puis, un second mécanisme serait induit par la modification des interfaces en présence qui impliquerait la forte dispersion des grains  $\alpha$ , tel quel le GBS de phase ( $\alpha/\beta$ ) également accommodés par la diffusion en éléments solutés dans le volume des deux phases**, au vue des hautes températures et de la faible vitesse de déformation.

Finalement, la diminution de la vitesse de déformation favorise la contribution de mécanismes diffusifs dans la déformation, induisant, au cours de la déformation des modifications du nombre et du type d'interfaces (associé au grossissement des grains  $\alpha$  et certainement  $\beta$ ), qui limitent les mécanismes de déformation actifs au profit d'autres contributions et conduisent ainsi au durcissement progressif observé sur les courbes de contrainte-déformation rationnelles.

### IV.3.3 Évolution in-situ de la microstructure UFG

Pour la microstructure UFG, nous allons scinder en trois parties les résultats expérimentaux issus des essais de traction interrompus combinés à la mesure in-situ de diffraction de rayons X synchrotron haute énergie réalisés à 650 °C et 750 °C.

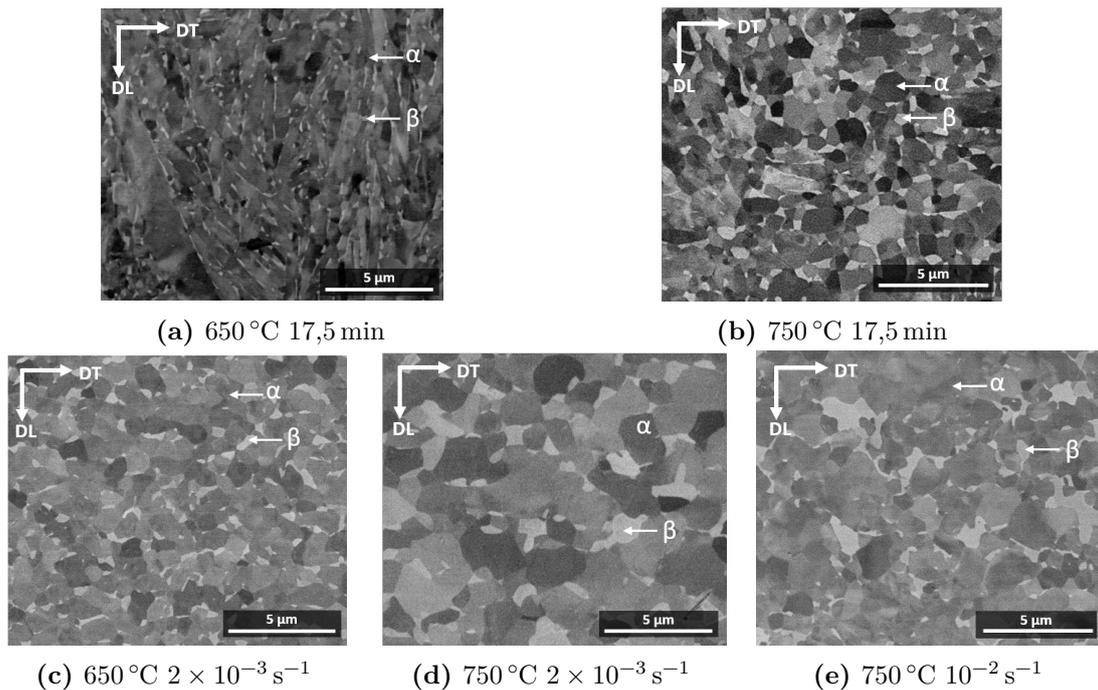
#### IV.3.3.1 Morphologie des phases

La figure IV.34 compare les microstructures des états non déformés et déformés à 650 °C et 750 °C. Pour rappel, comme présenté dans le chapitre 3 à ces deux températures, les microstructures avant essai sont très différentes (Fig.IV.6a et IV.6g).

À 650 °C, la microstructure présente, à la fois, une répartition spatiale de phase  $\beta$  et une morphologie de grains  $\alpha$  (grains allongés et nodulaires) très hétérogènes. Nous pouvons constater, qu'à cette température, l'apport d'une déformation plastique, quelle que soit la vitesse de déformation, conduit à une morphologie nodulaire (phénomène de globularisation) de la phase  $\alpha$  et à une répartition spatiale plus homogène de la phase  $\beta$  aux interfaces des nodules  $\alpha$ .

À 750 °C, la phase  $\alpha$  apparaît majoritairement globularisée (et donc nodulaire) juste avant le début de la déformation plastique (Fig.IV.34b). Pour une vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (Fig.IV.34d), nous observons une augmentation de la taille des grains  $\alpha$  et une répartition spatiale plus homogène de la phase  $\beta$ .

Pour une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (Fig.IV.34e), nous pouvons constater une répartition spatiale des phases très hétérogène : la phase  $\alpha$  présente une grande dispersion en taille de grains alors que la phase  $\beta$  apparaît sous forme de larges domaines.



**Figure IV.34** – Microstructures obtenues par MEB (mode BSE) après un maintien isotherme de 17,5 min à 650 °C (a) et 750 °C (b) et essais de traction interrompus à 650 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (c), 750 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (d) et 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (e) pour la microstructure UFG, suivis d’une trempe. La phase  $\alpha$  apparaît en foncé et la phase  $\beta$  en clair.

#### IV.3.3.2 Largeur à mi-hauteur (FWHM)

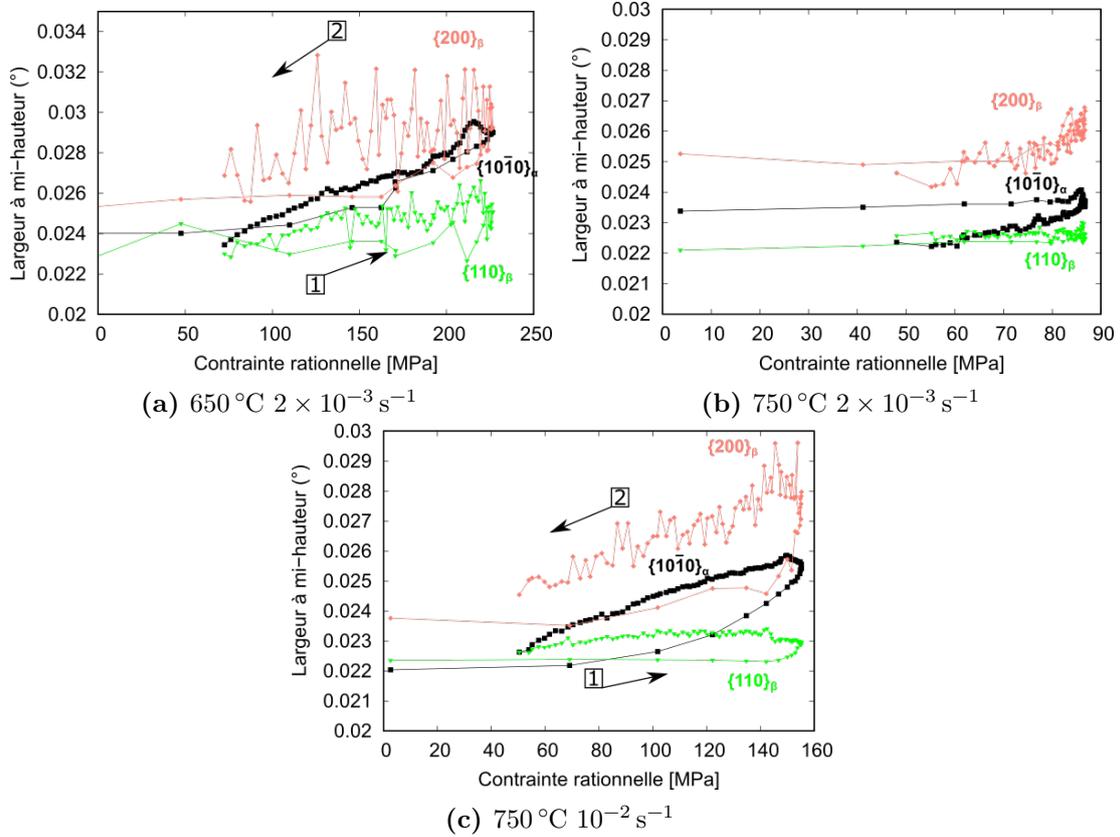
La figure IV.35 donne l’évolution de la largeur à mi-hauteur des plans  $\{200\}_\beta$ ,  $\{110\}_\beta$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  au cours de la déformation à 650 °C et 750 °C pour deux vitesses de déformation. Contrairement à la microstructure FG, nous ne considérons pas la famille de plans  $\{0002\}_\alpha$  car les pics de diffraction sont difficiles à isoler sur toute la durée des essais, de par sa proximité avec le pic de la famille de plans  $\{110\}_\beta$  et par sa faible intensité diffractée.

À 650 °C (Fig.IV.35a), nous pouvons constater une augmentation de la FWHM, en début d’essai jusqu’au maximum de contrainte, puis une diminution continue dans les deux phases à l’exception de la famille de plans denses de la phase  $\beta$  ( $\{110\}_\beta$ ). Cette augmentation suggère une activité des dislocations en début d’essai, à la fois, dans la phase  $\alpha$  et dans  $\beta$ , assistant certainement la globularisation de la phase  $\alpha$ .

Avec l’augmentation de la température (750 °C) et pour une même vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (Fig.IV.35b), la FWHM reste constante dans la gamme de déformation considérée. Ce résultat est à mettre en regard avec l’état stationnaire sur la courbe de contrainte-déformation macroscopique. L’augmentation de la température semble favoriser soit un équilibre entre multiplication et annihilation des dislocations et/ou la contribution de mécanismes "diffusionnels".

Au contraire, une augmentation de la vitesse de déformation à 750 °C (Fig.IV.35c), entraîne des évolutions de la FWHM comparables à celles obtenues pour une déformation à 650 °C et une vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

En effet, la FWHM des plans  $\{200\}_\beta$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  augmente dans les deux phases pour une déformation comprise entre 0,1 et 0,3 puis diminue pendant la période d'adoucissement observée macroscopiquement. Là encore, nous attribuons cette augmentation à la multiplication des dislocations sous réserve d'une contribution négligeable de l'évolution des domaines de cohérence.



**Figure IV.35** – Évolution de la largeur à mi-hauteur de différentes familles de plans des phases  $\alpha$  et  $\beta$  en fonction de la contrainte rationnelle à 650 °C- $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (a), 750 °C- $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (b) et 750 °C- $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (c) pour la microstructure UFG. Les flèches noires représentent le sens de chargement mécanique.

### IV.3.3.3 Évolution azimutale de l'intensité diffractée

Les figures IV.36, IV.37 et IV.38 présentent respectivement l'évolution de l'intensité diffractée dans le cas des conditions d'essais de traction : à 650 °C- $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , 750 °C- $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et 750 °C- $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Il est également reporté sur ces figures les figures de pôles des familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$  obtenues avant (à 650 °C et 750 °C) et après déformation pour chaque condition d'essai.

Sans chargement mécanique à 650 °C ( $\varepsilon_{rat} = 0$ ), nous observons les mêmes bandes que pour la microstructure FG situées à 90°, 180°, 270° et 360° pour la phase  $\alpha$ , avec en plus des bandes d'intensité diffractée peu intenses positionnées à  $\Psi = 30^\circ, 150^\circ, 210^\circ$  et  $330^\circ$  (Fig.IV.36).

À 750 °C, pour la phase  $\alpha$ , nous obtenons des bandes aux mêmes angles  $\Psi$  qu'à 650 °C, à l'exception des angles  $\Psi = 180^\circ$  et  $360^\circ$  pour lesquels l'intensité diffractée est plus forte (Fig.IV.37). Nous confirmons ici que la texture de la phase  $\alpha$  a effectivement légèrement évolué avec l'augmentation de la température, comme montré dans le chapitre 3 (Section III.2.3 Chap.III p.74). Pour la phase  $\beta$ , la figure de pôles obtenue avant déformation (Fig.IV.37d) permet de montrer que certains pôles ont également changé de position (d'orientation) lors du chauffage pour favoriser les composantes de texture  $\{100\} \langle 110 \rangle$  et  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ . **La texture des deux phases reste toutefois différente de celle de la microstructure FG juste avant l'essai mécanique.**

Au cours de la déformation, dans le cas de la condition à 650 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , nous pouvons observer que :

(i) à partir de la contrainte maximale et jusqu'à une déformation rationnelle de 0,25, c'est-à-dire au début de l'adoucissement, la phase  $\alpha$  présente un élargissement des bandes initialement situées à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  ainsi qu'une diminution de l'intensité diffractée. Dans le même domaine de déformation, la phase  $\beta$  présente elle un petit déplacement des bandes d'intensité les plus importantes vers des angles  $\Psi$  plus élevés. L'intensité diffractée de cette phase n'évolue que très peu par la suite. La figure de pôles de la phase  $\beta$  après essai de traction nous permet de visualiser la modification de la position de certains pôles pour former une composante  $\{100\} \langle 110 \rangle$  mieux définie. Ainsi, certains grains changent d'orientation pour former les composantes  $\{100\} \langle 110 \rangle$  et  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ .

(ii) à partir d'une déformation rationnelle de 0,25, les familles de plans de la phase  $\alpha$  initialement perpendiculaires à DT tendent à s'orienter perpendiculairement à DL. De plus, les bandes situées à  $\Psi = 30^\circ, 150^\circ, 210^\circ$  et  $330^\circ$  tendent à disparaître au profit de la composante située à  $0^\circ$  et  $180^\circ$ . Ainsi, la normale aux plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  s'oriente parallèlement à la direction de sollicitation (Fig.IV.36e). Toutes ces modifications de l'intensité diffractée selon l'angle azimutal en fonction de la déformation démontrent **le changement d'orientation cristallographique de certains grains  $\alpha$  et  $\beta$ .**

Avec l'augmentation de la température (750 °C) pour une même vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , nous notons quelques différences d'évolution. Ainsi, dans le cas de la phase  $\alpha$ , nous observons :

(i) une modification de la position des bandes situées à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  et une augmentation de l'intensité diffractée jusqu'au pic de contrainte maximale. Cela signifie que des grains  $\alpha$  modifient légèrement leur orientation pour se retrouver avec la famille de plans  $\{10\bar{1}0\}$  parallèle à la direction de sollicitation. En complément, nous montrons en Annexe D que l'intensité diffractée des plans  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{110\}_\beta$  est plus forte pour un déformation rationnelle de 0,2.

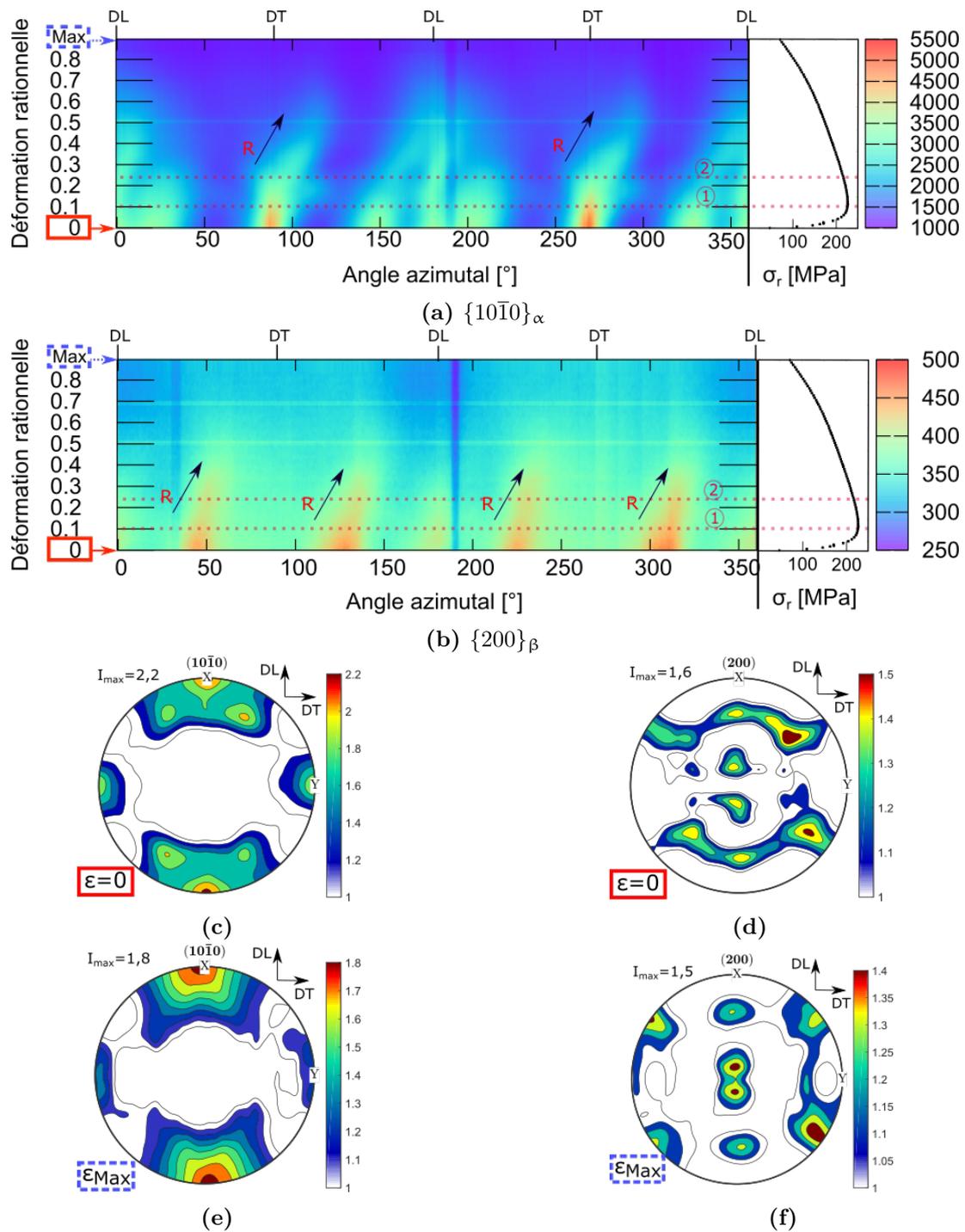
(ii) à partir d'une déformation rationnelle de 0,25, les bandes positionnées à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  s'élargissent et diminuent fortement en intensité. Les bandes situées selon DL conservent globalement leur position et présentent une diminution progressive de l'intensité. Ainsi, sur la figure de pôles après essai (Fig.IV.37e), nous obtenons **une forte diminution de l'intensité de texture avec les pôles les plus intenses positionnés selon DL.**

Dans le cas de la phase  $\beta$ , l'intensité diffractée des bandes principales ne commence à évoluer qu'à partir d'une déformation rationnelle de 0,25. L'intensité diffractée selon  $\Psi$  diminue et tend vers une distribution de plus en plus homogène.

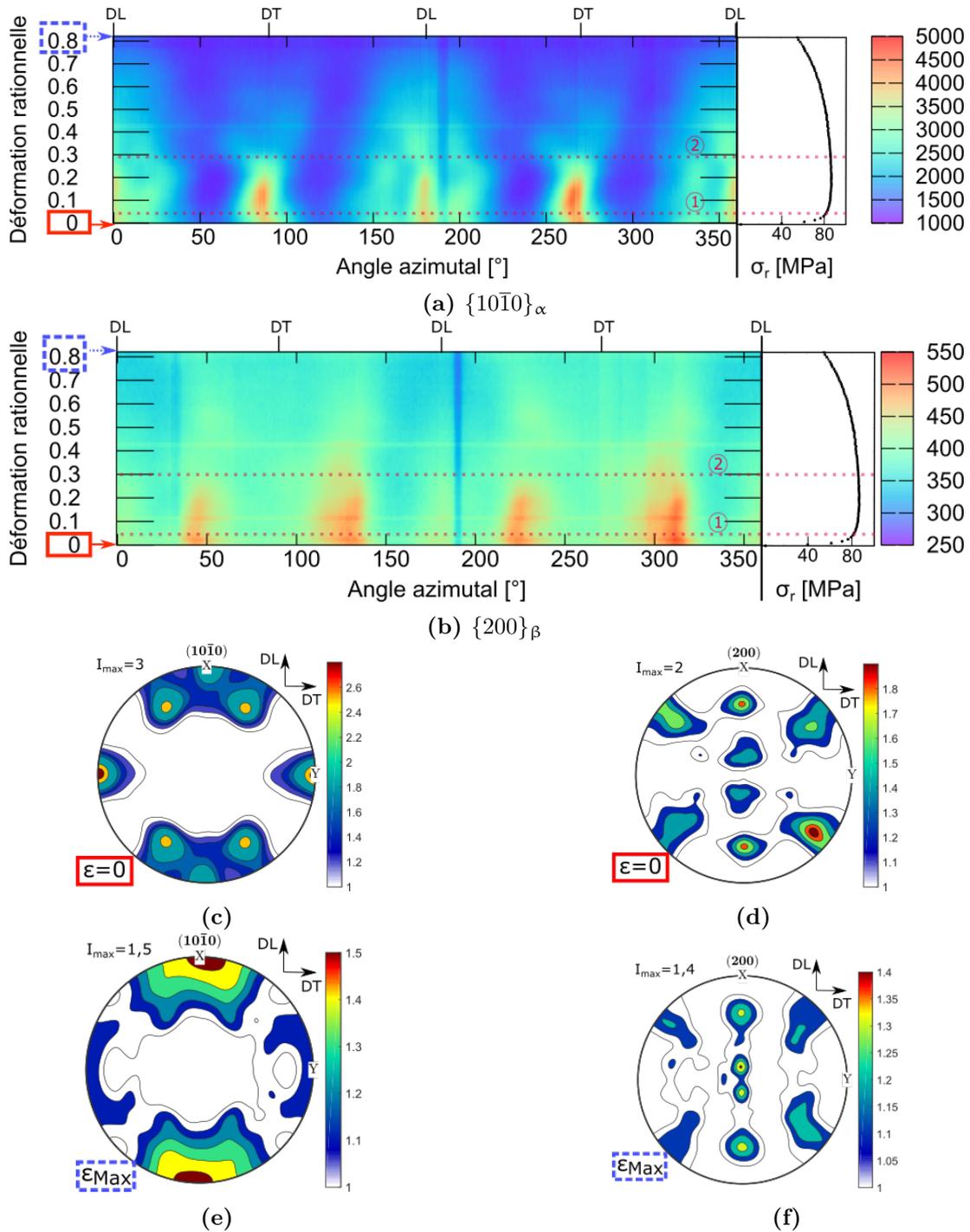
Avec l'augmentation de la vitesse de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) pour une température de maintien isotherme de  $750 \text{ °C}$  (Fig.IV.38), nous constatons, de nouveau, des différences notables :

- (i) pour la phase  $\alpha$ , les bandes initialement présentes **conservent leur intensité diffractée jusqu'à une déformation d'environ 0,3** mais commencent à légèrement se décaler vers de plus faibles angles  $\Psi$ . Entre 0,3 et 0,45, l'intensité diffractée diminue avec un déplacement légèrement plus important vers les faibles valeurs de  $\Psi$ . Enfin, à partir d'une déformation rationnelle de 0,45, on observe un élargissement des bandes à  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  et, à l'inverse, un rétrécissement des bandes situées autour de DL. La figure de pôles  $\alpha$  obtenue après essai (Fig.IV.38e) nous permet de confirmer cette **modification de texture, associée également à une forte diminution de l'intensité**. On retrouve ici un comportement similaire, de l'évolution de l'intensité diffractée selon  $\Psi$ , à celui observé pour la condition de  $750 \text{ °C } 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  de la microstructure FG.
- (ii) pour la phase  $\beta$ , les bandes situées à  $\Psi = 45^\circ$  et  $225^\circ$  s'élargissent vers DT jusqu'à une déformation rationnelle de 0,2. Nous pouvons ici penser que la phase  $\beta$  subit une légère modification de l'orientation de certains grains en début d'essai, probablement en lien avec la légère modification de la morphologie des grains  $\alpha$  observée en début d'essai. Entre 0,3 et 0,45, la phase  $\beta$  présente également une diminution de l'intensité diffractée sans modification d'angle  $\Psi$ . À partir de 0,45, l'intensité diffractée est distribuée de façon de plus en plus homogène selon  $\Psi$ . De plus, la figure de pôles de la phase  $\beta$  obtenue après essai (Fig.IV.38f) montre que **l'intensité de la texture dans la phase  $\beta$  est supérieure à celle de  $\alpha$**  (contrairement à toutes les conditions étudiées précédemment) ainsi qu'un renforcement clair de la composante de texture principale ( $\{100\} < 110 >$ ).

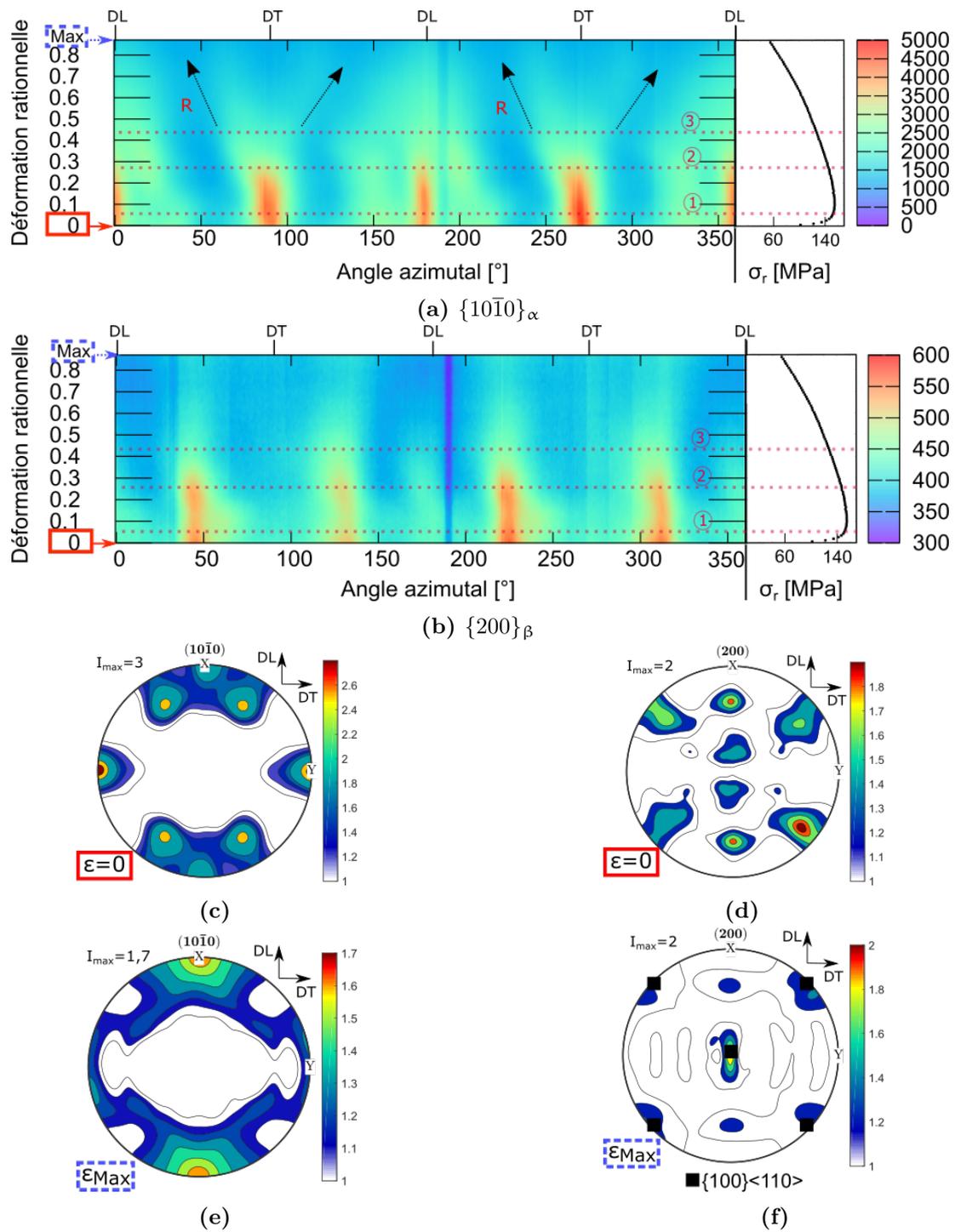
Finalement, on peut noter que l'observation d'un renforcement de la relation de Burgers est commune aux trois conditions de sollicitation pour une déformation rationnelle d'environ 0,25 (Annexe D p.161). Ainsi, ces données nous permettent d'appuyer le fait que la texture cristallographique de la microstructure UFG, initialement hétérogène, évolue en début d'essai vers une orientation cristallographique plus homogène, dans le même temps que les modifications constatées de la morphologie des phases.



**Figure IV.36** – Évolution de l'intensité diffractée de la famille de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) selon l'angle azimutal au cours de la déformation à  $650^\circ\text{C}$   $2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  pour la microstructure UFG. Figures de pôles obtenues sans déformation à  $650^\circ\text{C}$  (c,d) et après essai de traction interrompu (e,f).



**Figure IV.37** – Évolution de l'intensité diffractée des plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) selon l'angle azimutal au cours de la déformation à  $750^\circ\text{C}$   $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour la microstructure UFG. Figures de pôles obtenues sans déformation à  $750^\circ\text{C}$  (c,d) et après essai de traction interrompu (e,f).



**Figure IV.38** – Évolution de l'intensité diffractée de la famille de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  (a) et  $\{200\}_\beta$  (b) selon l'angle azimutal au cours de la déformation à  $750^\circ\text{C}$   $10^{-2}\text{s}^{-1}$  pour la microstructure UFG. Figures de pôles obtenues sans déformation à  $750^\circ\text{C}$  (c,d) et après essais (e,f).

#### IV.3.3.4 Discussion des mécanismes de déformation pour la microstructure UFG

Les analyses faites sur les éprouvettes après essais interrompus (Section IV.3) ainsi que les données complémentaires issues des essais in-situ de traction sous rayonnement synchrotron, nous permettent d'émettre des hypothèses concernant les mécanismes de déformation mis en jeu lors de la déformation de la microstructure UFG.

Tout d'abord, à basse température (650 °C), comme montré dans le chapitre 3, la microstructure UFG est encore hétérogène juste avant essai (les joints de grains étant sûrement dans un état "hors équilibre") et présente une fraction de phase  $\alpha$  de 96%, alors qu'à 750 °C, la microstructure a, en grande partie, globularisé et la fraction de phase  $\alpha$  est de 90%.

À 650 °C et pour une vitesse rapide de déformation ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), les lamelles  $\alpha$  apparaissent partiellement globularisées après 20% de déformation et complètement globularisées à la rupture de l'éprouvette (déformation conventionnelle de 190%,  $\varepsilon_{rat} = 1,5$ ). En parallèle une augmentation de l'intensité de la texture des phases  $\alpha$  et  $\beta$  est constatée suggérant essentiellement une activité des dislocations au sein de ces deux phases. Pour des vitesses de déformation plus lentes ( $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), les mêmes évolutions sont constatées en début d'essai (et jusqu'aux environs du pic de contrainte), avec une intensification des composantes de texture des phases  $\alpha$  et  $\beta$  simultanément avec la globularisation de la microstructure ainsi qu'une augmentation de la FWHM (pour la vitesse  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , figure IV.35a). Cependant, avec l'accumulation de la déformation au delà du pic de contrainte, une baisse de l'intensité de la texture des deux phases avec une dispersion de l'orientation des grains autour des composantes de texture initiales s'opère et est d'autant plus marquée que la vitesse de déformation est lente. Rappelons par ailleurs que des forts taux d'allongement ont été obtenus.

Ainsi ces observations suggèrent que pendant la déformation à 650 °C, les faibles vitesses de déformation favorisent la contribution de différents mécanismes de plasticité :

- le mouvement de dislocations intergranulaire accompagnant la globularisation des lamelles  $\alpha$  essentiellement en début d'essai,
- la contribution du GBS favorisée par une microstructure fine et ayant une répartition spatiale homogène des deux phases.

Notons que les évolutions de texture observées, à la fois dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$  mettent en évidence, malgré le fait que sa fraction soit faible, une contribution de la phase  $\beta$  non négligeable pour accommoder la déformation. Il est cependant délicat de conclure sur les mécanismes accommodant le GBS, même si l'augmentation de la taille des grains  $\alpha$  en fin d'essai indique la contribution probable d'un mécanisme diffusif aux interfaces.

À 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , un fort allongement est atteint par la microstructure UFG. Comme pour la condition de 650 °C, une augmentation de l'intensité de texture et de la FWHM dans la phase  $\beta$  sont constatées en début d'essai, marquant la fin de la globularisation (initiée par le chauffage pour cette condition). À 340% de déformation conventionnelle, la perte de l'intensité de texture des phases  $\alpha$  et  $\beta$  constatée indique, très certainement, la contribution du GBS à la déformation. En s'appuyant sur les essais in-situ, nous pouvons dire que la modification de la texture des phases  $\alpha$  et  $\beta$  lors de la globularisation se produit jusqu'à une déformation rationnelle de 0,25 (30% de déformation conventionnelle) avec le renforcement de la relation de Burgers (Annexe D).

Une fois ce niveau de déformation dépassé, les grains  $\alpha$  présentent une dispersion de l'intensité diffractée selon  $\Psi$  alors que les grains  $\beta$  changent légèrement d'orientation. Ainsi, il est possible que le réarrangement de dislocations dans les deux phases soit ensuite suivi par la contribution du GBS avec l'accommodation par le mouvement de dislocations dans la phase  $\beta$ . Toutefois, des analyses complémentaires sont à réaliser afin de valider ces hypothèses.

À  $750\text{ °C } 2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ , la microstructure UFG présente une rotation de ses grains conduisant à un renforcement de la relation de Burgers (Annexe D), comme pour toutes les conditions précédentes. Cette intensification est ensuite suivie d'une dispersion de l'intensité diffractée selon  $\Psi$ . Ainsi, cette dispersion continue de l'orientation cristallographique des grains, les faibles variations de la FWHM et la conservation d'une microstructure nodulaire, nous amènent à penser que le glissement aux joints de grains a une contribution importante dans la déformation. De plus, à en juger par la répartition des phases (Fig.IV.34d), il est possible que le GBS se produise au niveau des interfaces  $\alpha/\beta/\alpha$ . Ceci étant, il est difficile de se positionner sur le mécanisme d'accommodation associé au GBS (mouvement de dislocations dans  $\alpha$  et/ou  $\beta$  et/ou diffusion de solutés) et d'écarter l'intervention d'autres mécanismes de déformation. Cette hypothèse est toutefois confortée par les résultats acquis pour une vitesse de déformation de  $10^{-4}\text{ s}^{-1}$  qui présente également des évolutions de microstructure similaires. Toutefois, cette vitesse de déformation est certainement trop lente pour atteindre des propriétés optimales de superplasticité car la taille des grains  $\alpha$  augmente fortement au cours de l'essai.

Finalement, cette partie de l'étude nous aura permis de montrer qu'un comportement superplastique est atteint à basse température ( $650\text{ °C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ) ou forte vitesse de déformation ( $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ) pour la microstructure UFG et que **l'utilisation d'une microstructure initialement hétérogène est un atout majeur pour la mise en forme SPF**. En effet, les modifications microstructurales induites (globularisation) en début d'essai décalent et favorisent la contribution du glissement aux joints de grains vers des niveaux de déformation plus importants permettant ainsi l'obtention de forts allongements et un **meilleur comportement superplastique** à basse température et forte vitesse de déformation. On note également qu'en comparaison avec la microstructure FG, la mobilité des joints de grains de la microstructure UFG semble facilitée (pour des températures plus faibles) en raison probablement d'un état initial plus proche d'un état "hors-équilibre" en particulier au niveau des joints de grain. Ainsi, cela peut contribuer à favoriser les mécanismes intergranulaires (GBS) et explique également en partie la croissance de grains  $\alpha$  facilitée pour des températures finalement peu élevées.

Il est important de rappeler qu'il reste toutefois délicat de conclure plus particulièrement sur les mécanismes d'accommodation du GBS. En effet, il semble évident que des techniques complémentaires telles que la microscopie électronique à transmission, le MEB et le MET in-situ apporteraient des éléments supplémentaires.

## IV.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique sous un chargement thermomécanique au travers d'essais de traction interrompus accompagnés d'une analyse microstructurale après refroidissement lent et par la mesure in-situ de diffraction synchrotron haute énergie.

Les essais de traction ont permis de montrer que la microstructure FG présente un comportement superplastique à  $750\text{ °C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  et  $920\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ . Pour une microstructure plus fine (UFG), ce même comportement est obtenu à plus basse température ( $650\text{ °C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ) et plus rapide vitesse de déformation ( $750\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ). De surcroit, de faibles vitesses de déformation induisent un durcissement au cours de l'essai.

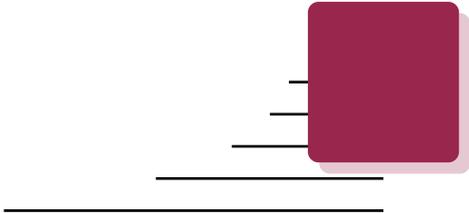
Le suivi de l'évolution de la microstructure au cours de la déformation a tout d'abord permis de mettre en évidence que, quelle que soit la température, la vitesse de déformation et la microstructure initiale, la phase  $\alpha$  globularise en début d'essai. Par ailleurs, dans le cas où la microstructure est fortement hétérogène (UFG), une faible température et une vitesse de déformation trop rapide ( $650\text{ °C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ) nécessitent des niveaux de déformation plus importants pour homogénéiser la microstructure.

Une fois la microstructure globularisée (après le pic de contrainte), différentes tendances ont été exposées selon la vitesse de déformation, la température et la microstructure initiale. De rapides vitesses de déformation et de basses températures favorisent des mécanismes préférentiellement intragranulaires (mouvement de dislocations). Une diminution de la vitesse de déformation permet une contribution additionnelle de mécanismes intergranulaires (GBS) ainsi qu'une participation croissante de la phase  $\beta$  à la déformation. À l'inverse, de hautes températures favorisent des mécanismes intergranulaires accommodés par des mécanismes préférentiellement diffusionnels. Toutefois, pour la plus haute température ( $920\text{ °C}$ ), compte tenu de la proportion élevée de phase  $\beta$  (52%), il reste délicat de vraiment statuer sur l'évolution de la contribution des différents mécanismes au cours de la déformation.

De surcroit, une microstructure initialement ultra-fine et hétérogène (répartition spatiale des phases, morphologie des grains et orientation cristallographique) permet l'obtention d'un comportement favorable à une mise en forme superplastique à plus basse température et plus rapide vitesse de déformation. En effet, ce type de microstructure favorise, d'une part, l'activation du GBS pour des niveaux de déformation plus importants que pour la microstructure FG, de par la globularisation préalable de la microstructure, et semble, d'autre part, faciliter la mobilité des joints de grains, favorable aux mécanismes intergranulaires.

Finalement, dans notre analyse, le GBS a été associé à une forte diminution de l'intensité de texture avec une dispersion autour des pôles (initialement présents) et à la conservation d'une valeur constante de la FWHM. Le durcissement a été caractérisé par une augmentation de la taille de grains  $\alpha$  et une modification du type et du nombre d'interfaces ( $\alpha/\alpha$ ,  $\beta/\alpha$ ,  $\beta/\beta$ ).

Pour finir, nous avons pu constater, à l'aide de l'étude in-situ, l'importance du niveau de déformation considéré dans la compréhension des mécanismes de déformation afin de connaître leur séquence d'activation au cours de la déformation. En effet, la déformation maximale est le plus souvent atteinte grâce à la contribution de plusieurs mécanismes qui interviennent en parallèle ou successivement. D'où l'importance d'un suivi in-situ de l'évolution de la microstructure au cours d'une sollicitation mécanique, qui plus est en température pour ce type d'alliage.



# Conclusion

---

L'objectif de cette thèse a été d'apporter des éléments de compréhension sur les mécanismes de déformation lorsque la microstructure initiale et les conditions de sollicitation appliquées varient dans le cas de l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Notre démarche a consisté à solliciter le matériau dans différentes conditions de traitement thermique et thermomécanique (température et vitesse de déformation). En complément de l'analyse du comportement mécanique en température, la microstructure et la texture cristallographique ont été caractérisées à différentes échelles d'observation pour différents niveaux de déformation afin d'en extraire des grandeurs quantitatives. L'originalité de ce travail a été de suivre in-situ les évolutions de la microstructure au travers de paramètres structuraux lors de sollicitations thermiques et thermomécaniques par diffraction de rayons X synchrotron haute énergie.

**Dans un premier temps**, les deux microstructures initiales (FG et UFG) et leur évolution en température ont été décrites.

Ainsi, la microstructure FG présente une morphologie lamellaire et nodulaire (avec une taille de grains  $\alpha$  d'environ  $2\mu\text{m}$ ) et est initialement texturée. En revanche, la microstructure UFG est initialement ultrafine ( $0,4\mu\text{m}$ ) et hétérogène avec une texture moins marquée que pour la microstructure FG.

Lors du chauffage, dans le cas de la microstructure FG, l'analyse combinée des paramètres structuraux tirés du suivi in-situ en température par diffraction synchrotron a permis de supposer qu'une fine précipitation de phase  $\alpha$  est effective au chauffage pour des températures comprises entre  $400\text{ }^\circ\text{C}$  et  $500\text{ }^\circ\text{C}$ , en raison d'une composition chimique initiale de chaque phase probablement hors équilibre. Au-delà de  $500\text{ }^\circ\text{C}$ , on assiste ensuite à la dissolution progressive de la phase  $\alpha$  sans modification apparente de la texture cristallographique et avec une augmentation de la taille des grains  $\alpha$  suggérant un mécanisme de coalescence. À l'issue de maintiens isothermes à  $750\text{ }^\circ\text{C}$  et  $920\text{ }^\circ\text{C}$ , la microstructure FG présente une disparité en taille et en morphologie des grains  $\alpha$  ainsi qu'une répartition spatiale hétérogène des phases, malgré un début de globularisation à  $920\text{ }^\circ\text{C}$ .

Pour la microstructure UFG, nous avons révélé un comportement différent aux températures intermédiaires avec une probable relaxation des contraintes d'origine mécanique et/ou chimique en complément d'une fine précipitation de phase  $\alpha$ . À l'instar de la microstructure FG, d'importantes modifications de morphologie des grains  $\alpha$  et de texture cristallographique ont été constatées. À 650 °C, la microstructure UFG conserve une morphologie des grains et une répartition des phases hétérogènes, qui globularise en grande partie entre 650 °C et 750 °C. Au cours du chauffage, la texture de chaque phase est modifiée et tend à se rapprocher de celles de la microstructure FG.

**Dans un second temps**, à l'aide d'essais de traction interrompus accompagnés de différentes analyses microstructurales, le comportement mécanique du matériau et l'évolution de sa microstructure en fonction des conditions d'essais et de la microstructure initiale ont été étudiés. La diffraction synchrotron haute énergie s'est avérée être un excellent traceur pour suivre le comportement de chaque phase, en particulier celui de la phase  $\beta$  présente en faible quantité.

La microstructure FG possède un comportement superplastique à 750 °C  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . En revanche, la microstructure UFG, initialement plus fine et plus hétérogène que la microstructure FG, favorise l'obtention d'un comportement superplastique à plus basse température et plus rapide vitesse de déformation.

Au début de la sollicitation mécanique, quelle que soit la température, la vitesse de déformation et la microstructure considérées, nous avons mis en évidence la globularisation de la phase  $\alpha$  (favorisée par l'activité de dislocations). Pour la microstructure UFG, cette étape a nécessité un niveau de déformation plus important à basse température et forte vitesse de déformation, en raison de la forte hétérogénéité de la microstructure initiale.

**À basse température**, les évolutions microstructurales constatées pour la microstructure FG ont été associées à des mécanismes de déformation plastiques conventionnels par activité de dislocations (mouvement et réarrangement intragranulaire des dislocations), pour une vitesse de déformation rapide ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ), et à un mécanisme additionnel de GBS  $\alpha$ , probablement accommodé par le mouvement de dislocations dans la phase  $\beta$ , pour une faible vitesse de déformation ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).

**À haute température (920 °C)**, la fraction de phase  $\beta$  beaucoup plus élevée (52%) modifie la proportion et le type d'interfaces (nombre d'interfaces  $\alpha/\beta$  plus important), complexifiant la contribution des deux phases. Au cours de la déformation, la vitesse de déformation influence fortement les évolutions de texture, répartition des phases et d'interfaces ainsi que la taille de grains  $\alpha$  dans la microstructure FG. Ces différentes évolutions suggèrent, pour une rapide vitesse de déformation la contribution de mécanismes intragranulaires mais également intergranulaires (GBS aux interfaces  $\alpha/\beta$  essentiellement accommodé par des mécanismes diffusionnels dans  $\beta$ ) favorables à de forts taux d'allongement. Au contraire, une vitesse lente de déformation favorise des mécanismes intragranulaires accommodés essentiellement par des mécanismes diffusionnels entraînant en particulier un grossissement important des grains  $\alpha$  et donc une modification du nombre et du type d'interfaces. Ainsi, malgré un fort taux d'allongement atteint, un durcissement important est également observé.

Le suivi in-situ des paramètres structuraux par DRX synchrotron haute énergie a également permis de montrer que des modifications structurales similaires sont observés pour différentes vitesses, mais décalés vers des niveaux de déformation plus importants (dans le cas d'une vitesse de déformation plus faible).

---

**Pour la microstructure UFG**, une microstructure plus fine permet l'obtention d'un comportement de type superplastique pour une vitesse de déformation plus rapide ( $750\text{ }^{\circ}\text{C } 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ) et à plus basse température ( $650\text{ }^{\circ}\text{C } 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ). Plus particulièrement, l'utilisation d'une microstructure initialement fine et hétérogène (répartition spatiale des phases, morphologie des grains et orientation cristallographique) induit la modification de la morphologie des grains (globularisation) en début d'essai, qui décale le début de contribution du GBS à un niveau de déformation plus important, contribuant ainsi à l'obtention de forts allongements. En effet, la microstructure fine issue de la globularisation est caractérisée par un nombre important d'interfaces bénéfiques à l'activation de mécanismes intergranulaires en particulier pour des vitesses de déformation lentes et/ou une température plus élevée ( $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Les évolutions microstructurales et de texture observées suggèrent ainsi, en plus d'une activité probable des dislocations, la contribution du GBS préférentiellement aux interfaces  $\alpha/\beta$ . Cependant, il reste délicat de conclure sur les mécanismes d'accommodation même si l'augmentation de la taille des grains  $\alpha$ , parfois notée en fin d'essai, indique la contribution d'au moins un mécanisme diffusif aux interfaces.

Finalement, au travers de cette étude, nous avons pu montrer que le comportement de l'alliage dépend non seulement de la taille, de la morphologie et de la fraction de phases en présence mais également de leur répartition spatiale et notamment du nombre et de la nature des interfaces en présence. L'analyse in-situ de la microstructure a également permis de mettre en lumière l'importance du niveau de déformation considéré dans la compréhension des mécanismes de déformation. En effet, la déformation maximale est le plus souvent atteinte grâce à la contribution de plusieurs mécanismes qui interviennent en parallèle ou successivement. D'où l'importance d'un suivi in-situ de l'évolution de la microstructure au cours d'une sollicitation mécanique, qui plus est à chaud pour ce type d'alliage.

Toutefois, certains points restent encore à approfondir quant : i) au rôle de la phase  $\beta$  dans la déformation et de son évolution ; ii) au séquençement détaillé des mécanismes de déformation activés au cours de la déformation ; iii) à l'origine de l'adoucissement (différenciation de la striction formée) ; iv) à la signification de la modification de l'orientation cristallographique au cours de la déformation en faveur de certaines orientations lors du mouvement de dislocations (ex : famille de plans  $\{10\bar{1}0\}$  s'orientent préférentiellement selon DL) ; v) à la résistance au glissement des différentes interfaces ( $\alpha/\alpha$ ,  $\alpha/\beta$ ,  $\beta/\beta$ ).

À l'issue de cette thèse, plusieurs perspectives peuvent être proposées. Tout d'abord, des moyens expérimentaux complémentaires permettant une analyse plus fine pourraient être utilisés afin de confirmer (ou d'infirmer) les hypothèses émises dans cette étude, concernant par exemple les mécanismes de déformation proposés pour l'accommodation du GBS selon la microstructure initiale et les conditions de sollicitation appliquées. De plus, nous avons pu étudier ici l'influence de deux microstructures initiales et des conditions de sollicitation choisies sur le comportement d'un alliage Ti-6Al-4V. Ainsi, une analyse sur d'autres alliages  $\alpha + \beta$  (existants ou nuances expérimentales) et pour différents traitements thermomécaniques pourrait être menée afin de mettre en exergue l'influence de la chimie des phases, et plus généralement des paramètres de la microstructure identifiés dans cette étude sur le comportement du matériau et notamment sur les conditions de superplasticité.

En effet, des microstructures initiales variées en terme de morphologie et de taille de grains pourraient être étudiées afin de contribuer à la recherche d'une microstructure la plus adaptée pour maîtriser au mieux la mise en forme de l'alliage (coût, santé matière en sortie de mise en forme, homogénéité de la microstructure résultante) pour un couple (ou gamme) de température et vitesse de déformation donné. Par ailleurs, il conviendrait également de réaliser quelques essais de traction et les analyses des évolutions microstructurales associées (y compris de la texture cristallographique) en faisant varier l'angle entre la direction de laminage et la sollicitation. En effet, en fonction de cet angle, il est nécessaire de vérifier que les mécanismes physiques identifiés sont bien de nature identique et surtout de quantifier l'influence de ce paramètre sur le comportement mécanique (et naturellement sur les conditions de superplasticité). Cette analyse complémentaire semble incontournable en préambule à une modélisation du comportement thermomécanique de l'alliage. Ainsi, une perspective serait effectivement de prendre en compte dans cette modélisation, à la fois les paramètres de microstructure identifiés à l'état initial et les évolutions au cours d'une sollicitation mécanique.

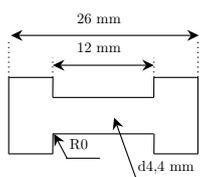
## Essais de relaxation en température et calcul du paramètre $m$ - cas de la microstructure FG

Des essais de relaxation en température ont été réalisés en complément des essais de traction afin de calculer le paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation ( $m$ ). À noter que le calcul du paramètre  $m$  s'appuie sur les résultats obtenus pour deux vitesses de déformation, sachant qu'au moins trois vitesses sont nécessaires.

Un essai de relaxation consiste à enregistrer la contrainte avec le temps à une déformation constante dans le domaine élastoplastique, ce qui permet d'accéder au comportement mécanique du matériau sur une large gamme de vitesses de déformation.

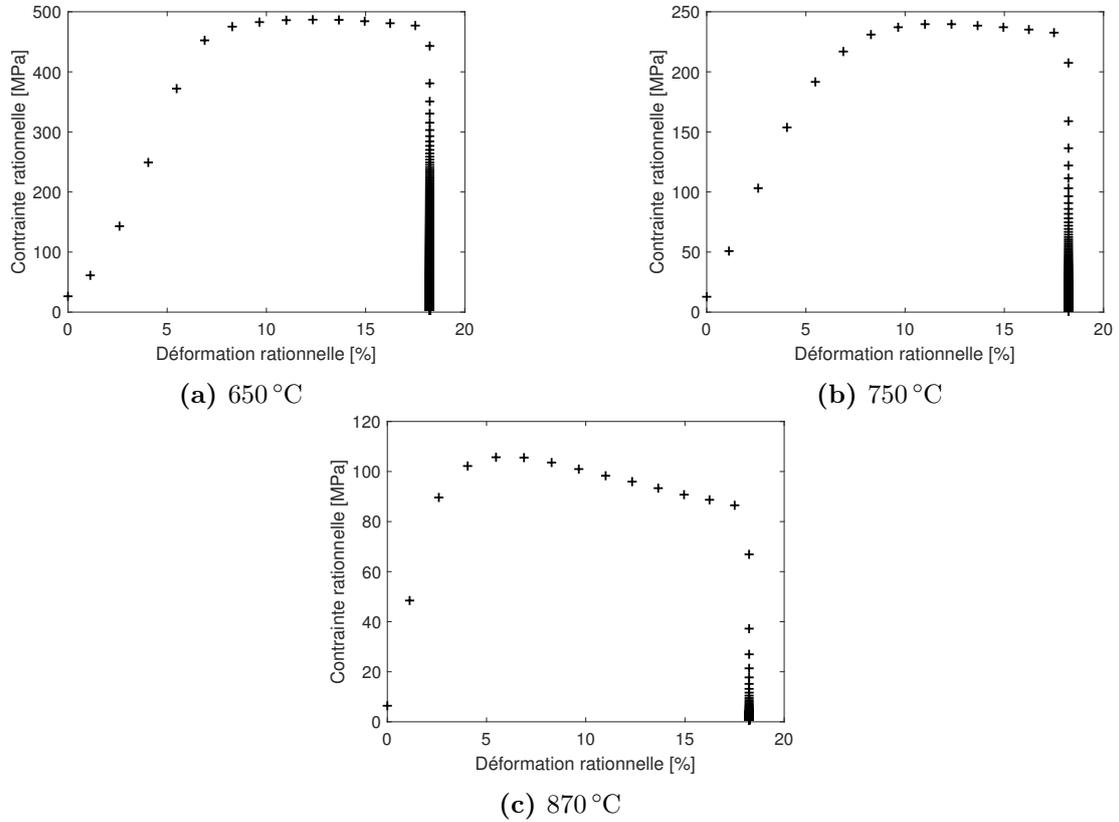
Les dimensions des éprouvettes utilisées pour ces essais sont données sur la figure A.1. Une précontrainte de 5 MPa est d'abord appliquée pour aligner la ligne d'amarrage et l'éprouvette. Une vitesse de chauffage de  $60\text{ °C min}^{-1}$  est ensuite utilisée, suivie de 15 min de maintien isotherme avant l'essai de relaxation.

Et enfin, une pré-contrainte de 30 MPa est appliquée avant de déformer l'éprouvette de 18% avec une vitesse de  $10^{-2}\text{ s}^{-1}$ . Les températures étudiées sont les suivantes : 650 °C, 750 °C et 870 °C pour la microstructure FG.



**Figure A.1** – Dimensions des éprouvettes de relaxation d'une épaisseur de 3 mm.

Les courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues au début de l'essai (avant et pendant la relaxation à 18% de déformation totale) et les évolutions de la contrainte rationnelle en fonction du temps à différentes températures de maintien isotherme sont présentées respectivement sur les figures A.2 et A.3.



**Figure A.2** – Courbes de contrainte-déformation rationnelles obtenues par essais de relaxation à 650 °C (a), 750 °C (b) et 870 °C (c) réalisés à une déformation rationnelle de 18%.

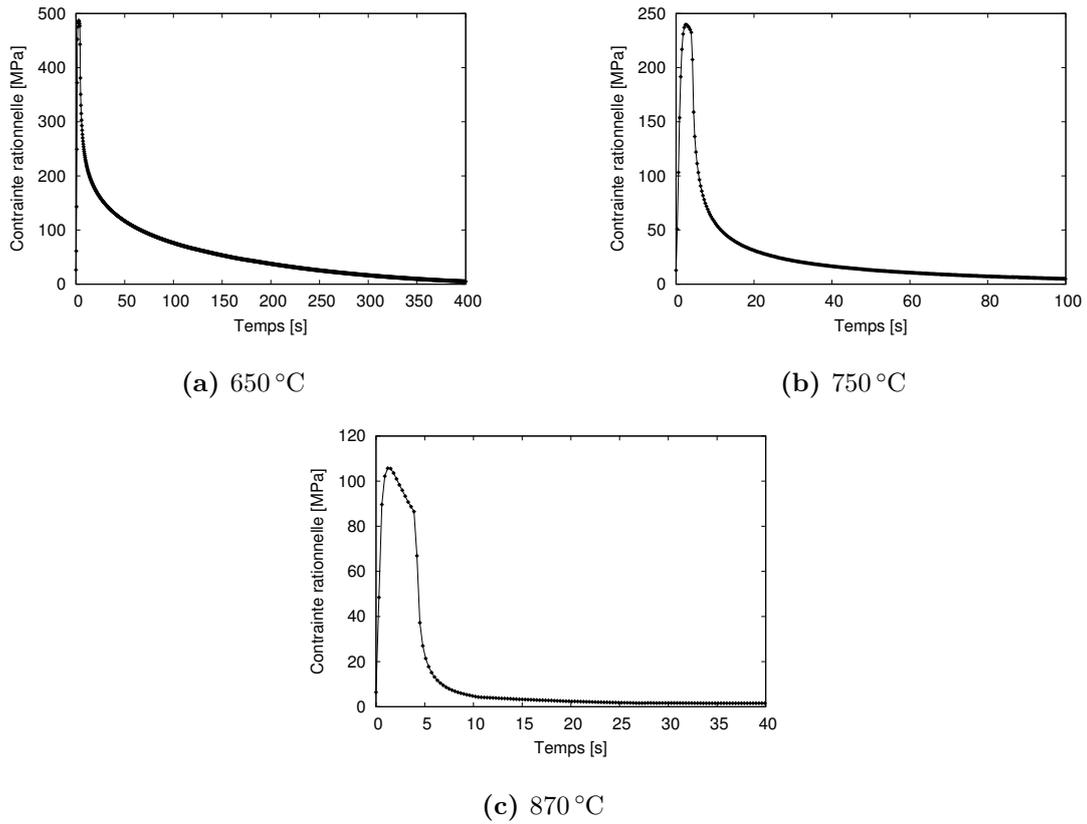
Afin de calculer le paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $m$ , nous avons utilisé la loi de Norton-Hoff. En l'absence d'écrouissage, la loi de Norton-Hoff s'écrit de la façon suivante :

$$\sigma = A\dot{\varepsilon}^m \quad (\text{A.1})$$

Dans cette équation,  $\sigma$  la contrainte rationnelle (MPa),  $\dot{\varepsilon}$  correspond à la vitesse de déformation ( $s^{-1}$ ),  $A$  une variable (MPa/ $s^m$ ) et  $m$  le paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation.

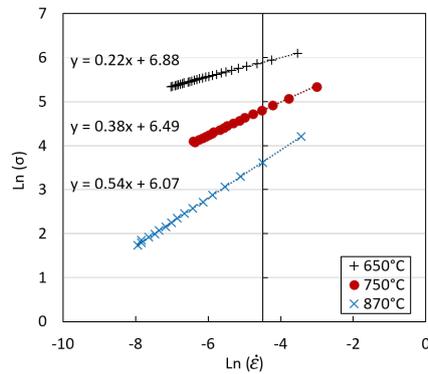
Afin de calculer le paramètre  $m$ , nous nous sommes restreints à des niveaux de contrainte importants car seul un comportement linéaire est considéré dans cette loi. Ainsi, le paramètre  $m$  est obtenu par la relation suivante :

$$m = \left[ \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \right]_T \quad (\text{A.2})$$



**Figure A.3** – Courbes de contrainte rationnelle en fonction du temps lors de la relaxation à 650 °C (a), 750 °C (b) et 870 °C (c).

La figure A.4 présente l'évolution du logarithme de la contrainte en fonction du logarithme de la vitesse de déformation pour chaque température ede maintien isotherme considérée. Nous pouvons constater qu'une augmentation de la température et une diminution de la vitesse de déformation conduisent systématiquement à un abaissement de la contrainte.



**Figure A.4** – Évolution du  $\ln(\sigma)$  en fonction de  $\ln(\dot{\epsilon})$  pour la microstructure FG pour différentes températures. Pour chaque température, les équations de droite sont données.

Les valeurs du paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation calculées sont données dans le tableau A.1. Nous pouvons constater que les valeurs de  $m$  à 750 °C et 870 °C sont supérieures à 0,3, ce qui suppose un comportement de type superplastique à ces températures.

Température (°C)	$m_{\varepsilon_p=0,18}$
650	0,22
750	0,37
870	0,54

**Table A.1** – Valeurs de  $m$  calculées pour la microstructure FG à différentes températures.

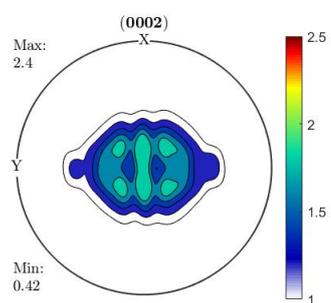
---

## Figures de pôles obtenues après essais rompus et refroidis lentement - cas de la microstructure FG

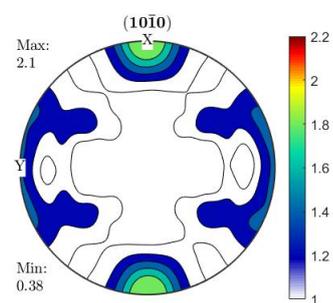
---

Dans cette annexe, en complément des données présentées dans le chapitre 4, pour les essais de traction interrompus, les figures de pôles obtenues après rupture et refroidissement lent pour les familles de plans  $\{0002\}_\alpha$  et  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{110\}_\beta$  et  $\{200\}_\beta$  de la phase  $\beta$  sont représentées. Pour rappel, la direction de laminage (DL), c'est à dire la direction de sollicitation est représentée selon l'axe X de chaque figure de pôles et la direction transverse, perpendiculaire à DL est représentée selon l'axe Y.

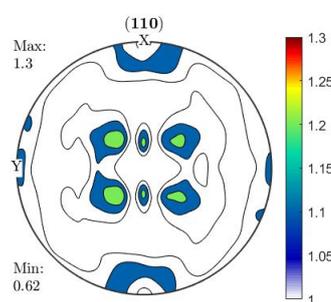
— FG : 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$



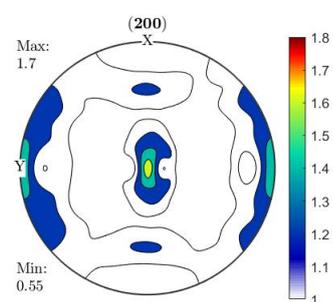
(a)  $\{0002\}_\alpha$



(b)  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$

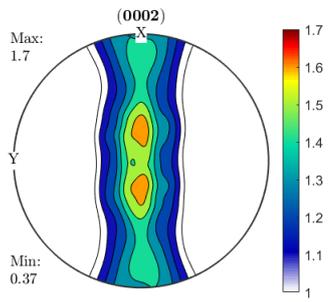


(c)  $\{110\}_\beta$

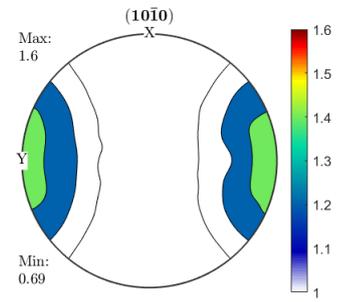


(d)  $\{200\}_\beta$

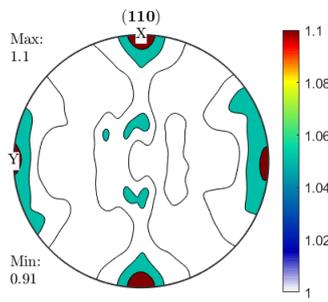
— FG : 750 °C 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>



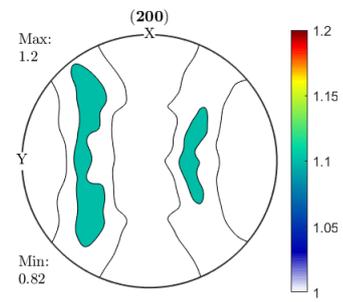
(a) {0002}<sub>α</sub>



(b) {1010}<sub>α</sub>

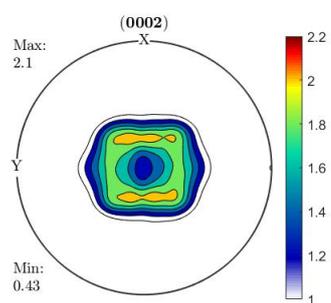


(c) {110}<sub>β</sub>

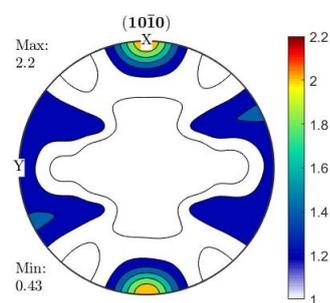


(d) {200}<sub>β</sub>

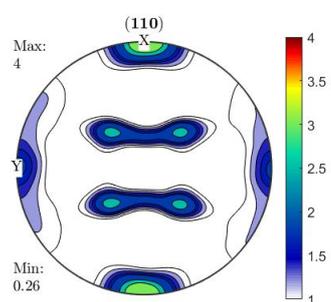
— FG : 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$



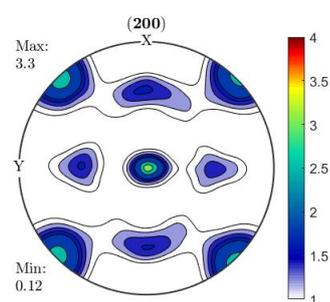
(a)  $\{0002\}_\alpha$



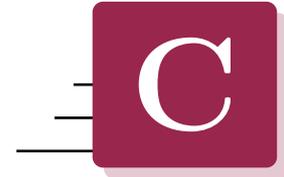
(b)  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$



(c)  $\{110\}_\beta$



(d)  $\{200\}_\beta$

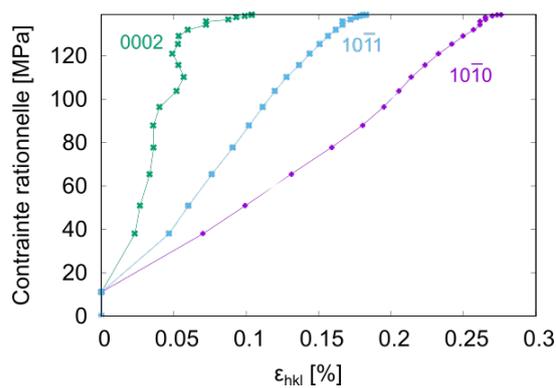


# Évolutions des déformations élastiques du réseau cristallin pour différentes conditions d'essai

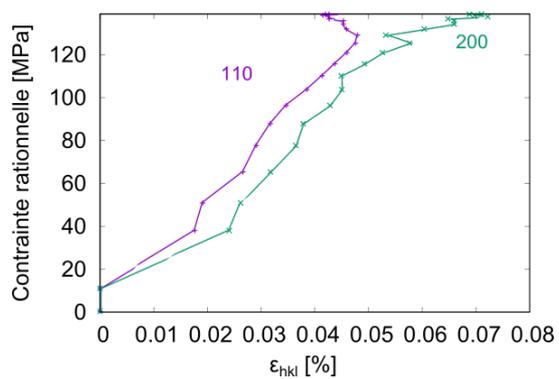
Les figures données dans cette annexe représentent la contrainte rationnelle (jusqu'au niveau de contrainte maximal) en fonction de la déformation élastique de différentes familles de plans ( $\varepsilon_{\perp}^{hkl}$ ) des phases  $\alpha$  (a) et  $\beta$  (b) obtenues pour les microstructures FG et UFG après essai de traction à différentes températures et vitesses de déformation.

## Microstructure FG :

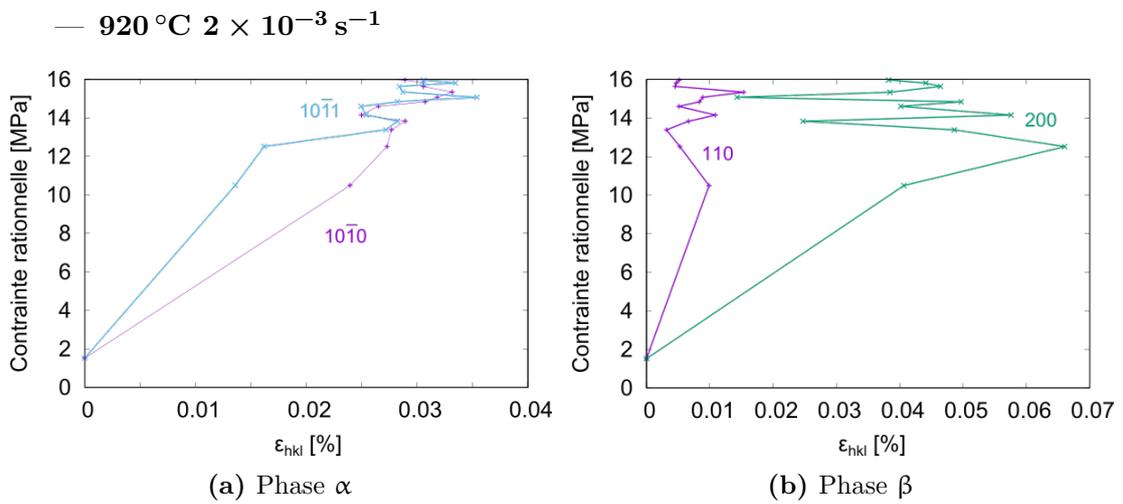
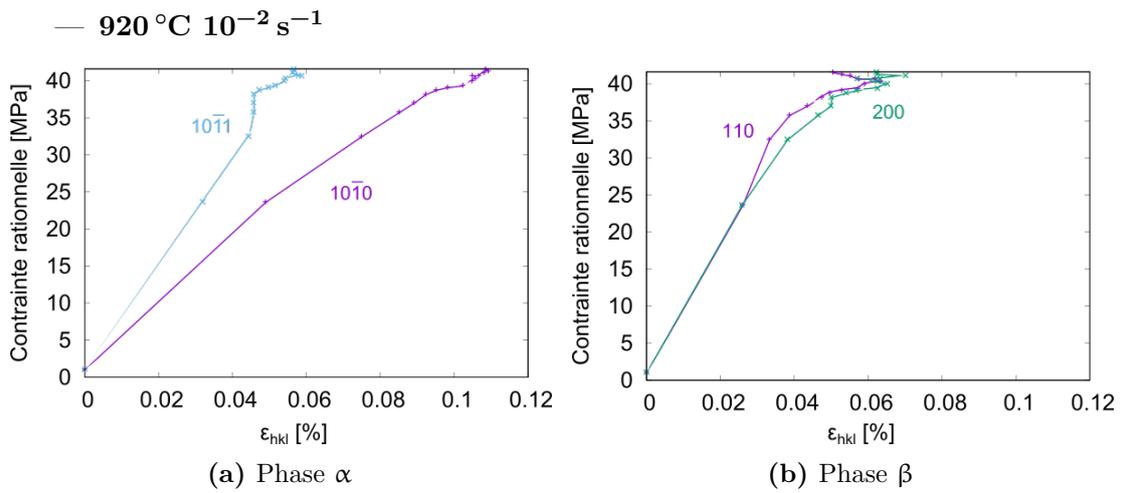
— 750 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



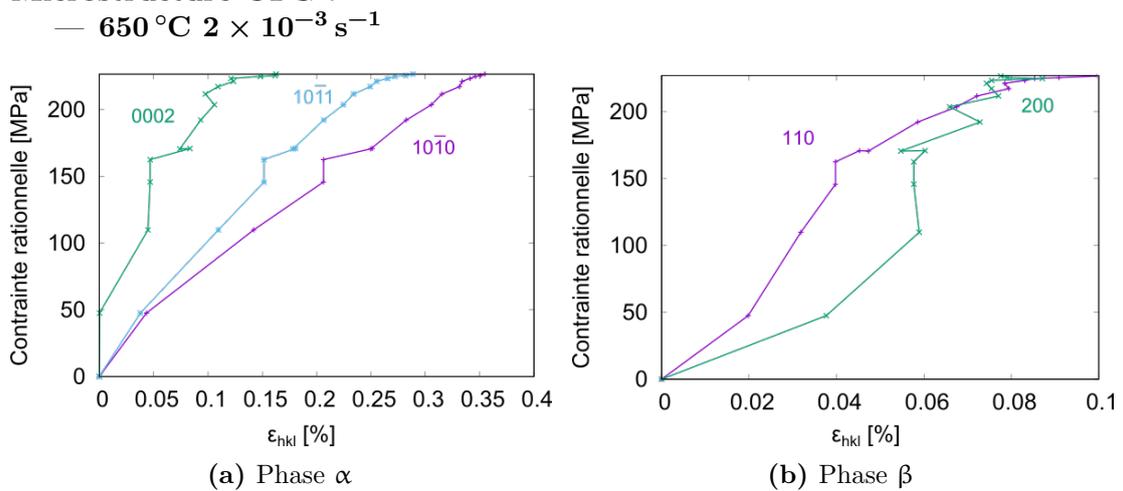
(a) Phase  $\alpha$

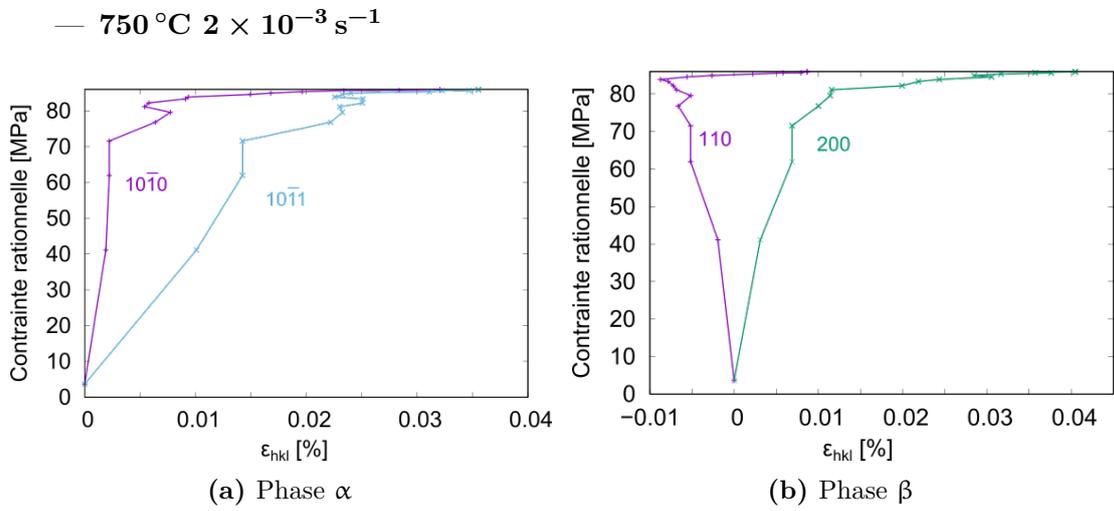
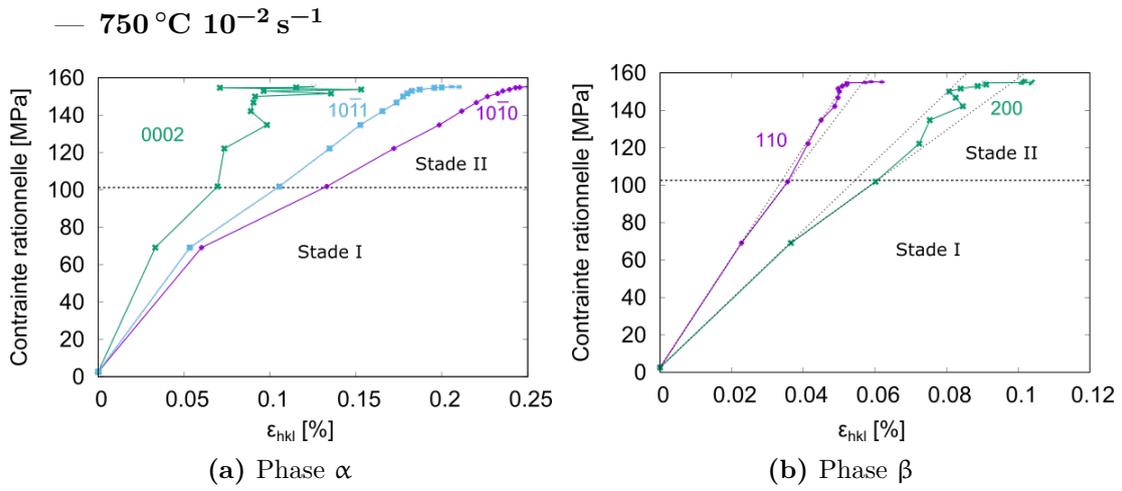


(b) Phase  $\beta$



**Microstructure UFG :**







---

# Intensité diffractée fonction de l'angle azimutal

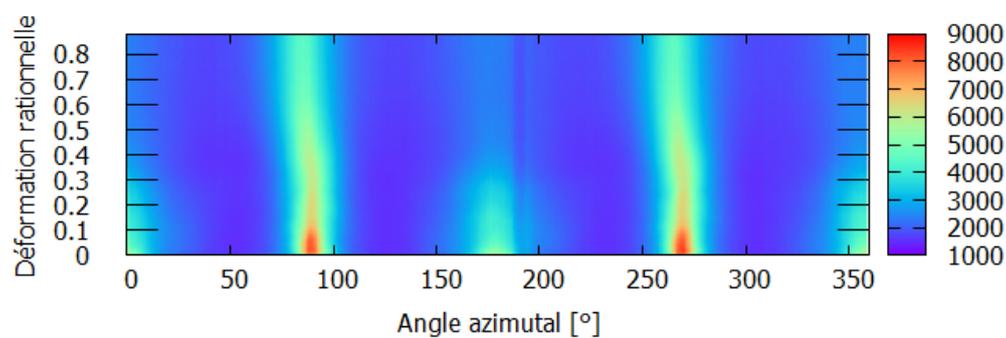
---

Dans cette annexe, en complément des données présentées dans le chapitre 4 pour les familles de plans  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  et  $\{200\}_\beta$ , l'évolution de l'intensité diffractée des familles de plans  $\{0002\}_\alpha$  de la phase  $\alpha$  et  $\{110\}_\beta$  de la phase  $\beta$  en fonction de l'angle azimutal ( $\Psi$ ) est présentée pour différentes conditions d'essais de traction à partir des microstructure FG et UFG. Pour chaque condition d'essai, sont également données les figures de pôles obtenues sans déformation ( $\varepsilon = 0$ ) et après interruption de l'essai ( $\varepsilon_{max}$ ).

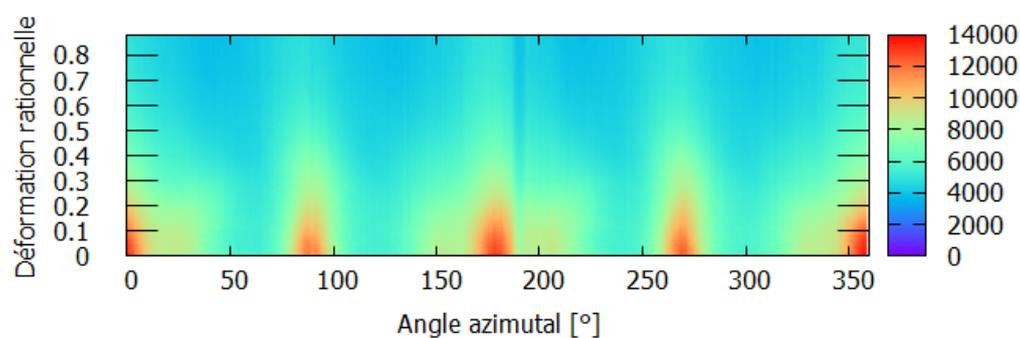
Pour rappel, les positions  $\Psi = 0^\circ$  et  $180^\circ$  correspondent à la direction de laminage (DL), c'est-à-dire la direction de sollicitation. De même que cette direction correspond à l'axe noté X sur les figures de pôle. Les positions  $\Psi = 90^\circ$  et  $270^\circ$  correspondent à la direction transverse, c'est-à-dire l'axe noté par Y sur les figures de pôle.

La bande d'intensité diffractée positionnée selon une certaine direction représente les plans ayant leur direction normale parallèle à la direction considérée, c'est-à-dire les plans perpendiculaires à la direction en question.

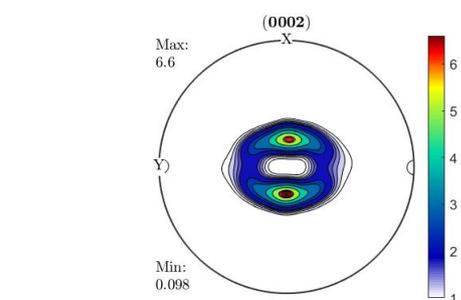
— FG : 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$



(a) {0002}

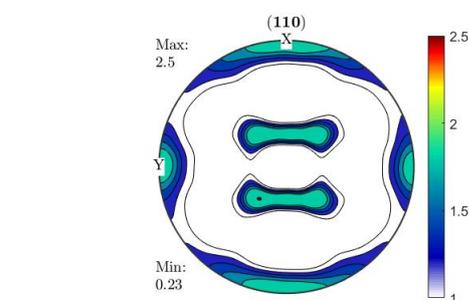


(b) {110}



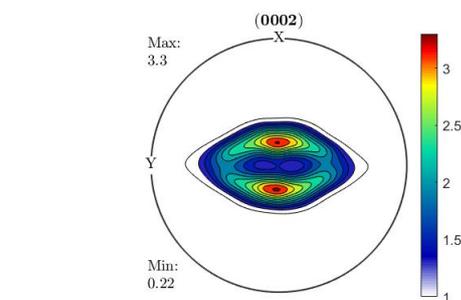
$\varepsilon = 0$

(c) {0002}



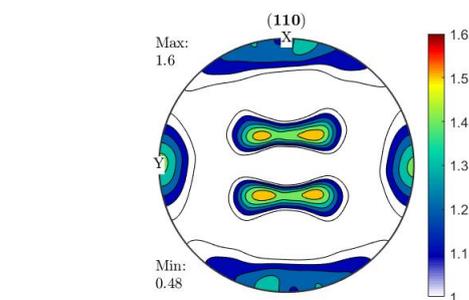
$\varepsilon = 0$

(d) {110}



$\varepsilon_{max}$

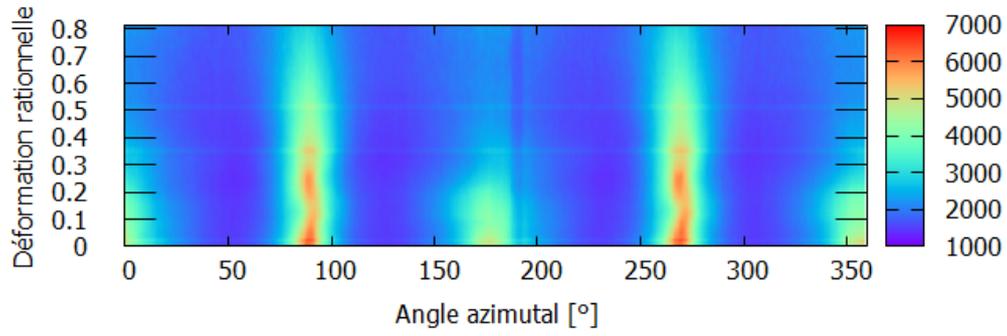
(e) {0002}



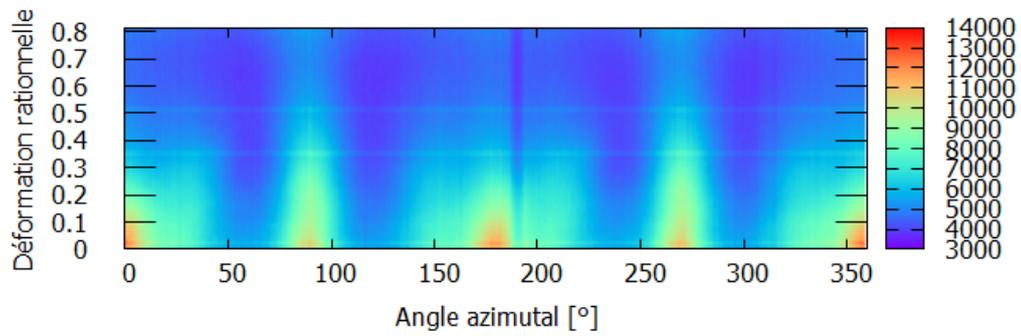
$\varepsilon_{max}$

(f) {110}

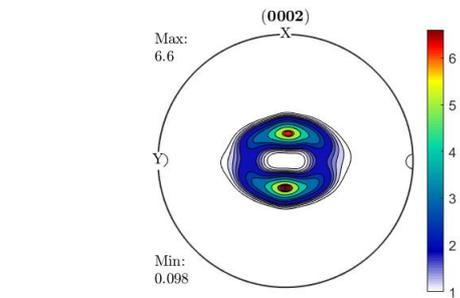
— FG : 750 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



(a) {0002}

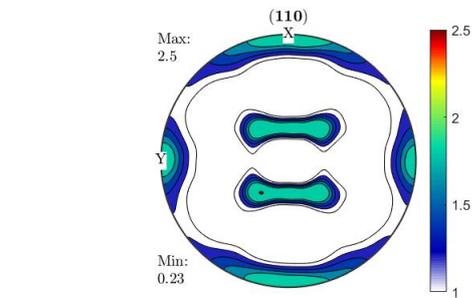


(b) {110}



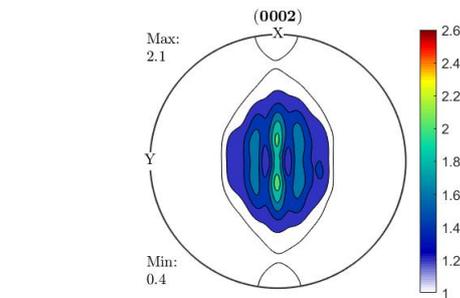
$\varepsilon = 0$

(c) {0002}



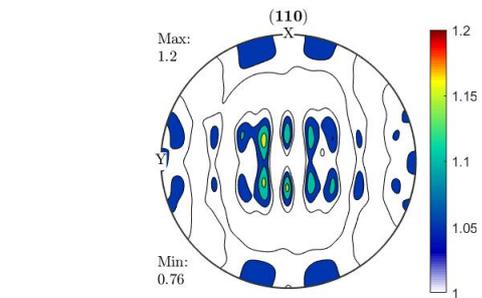
$\varepsilon = 0$

(d) {110}



$\varepsilon_{max}$

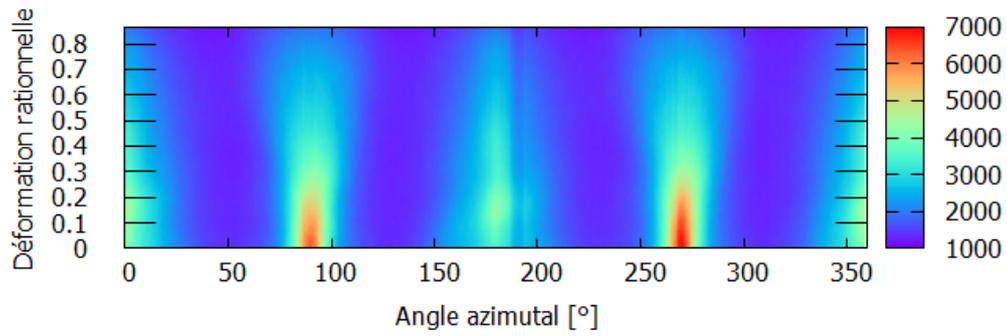
(e) {0002}



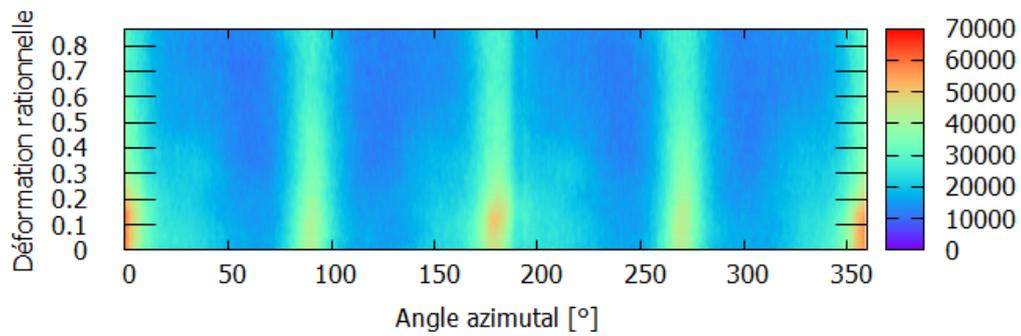
$\varepsilon_{max}$

(f) {110}

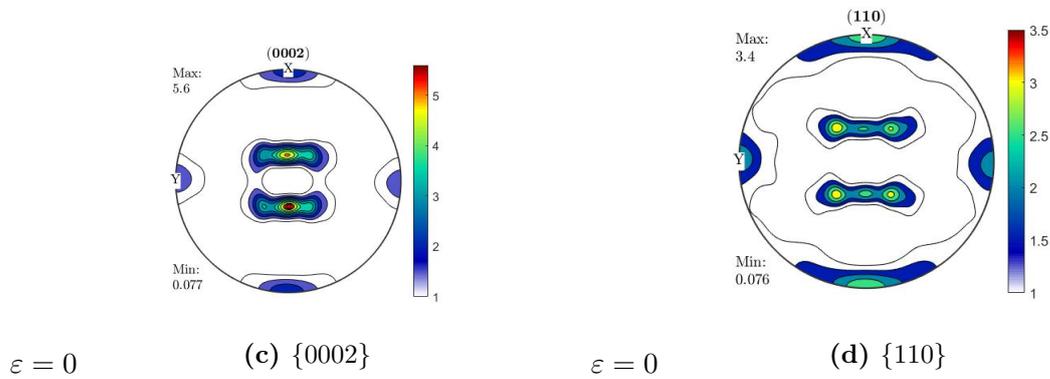
— FG : 920 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$



(a) {0002}



(b) {110}

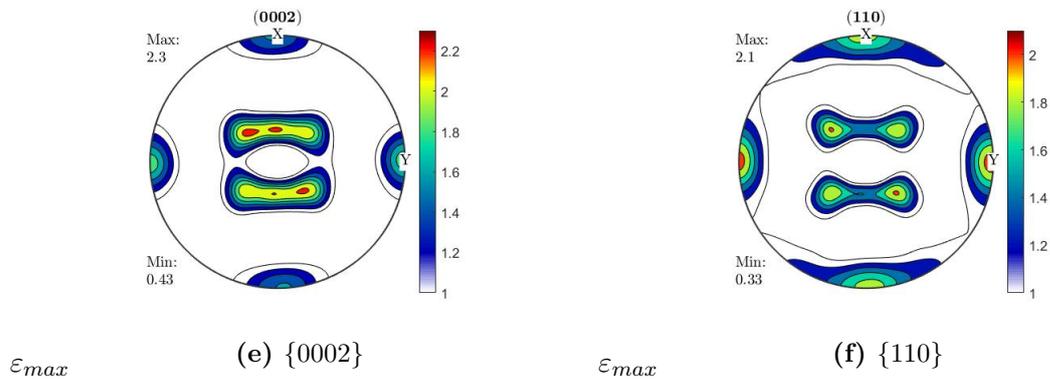


$\varepsilon = 0$

(c) {0002}

$\varepsilon = 0$

(d) {110}



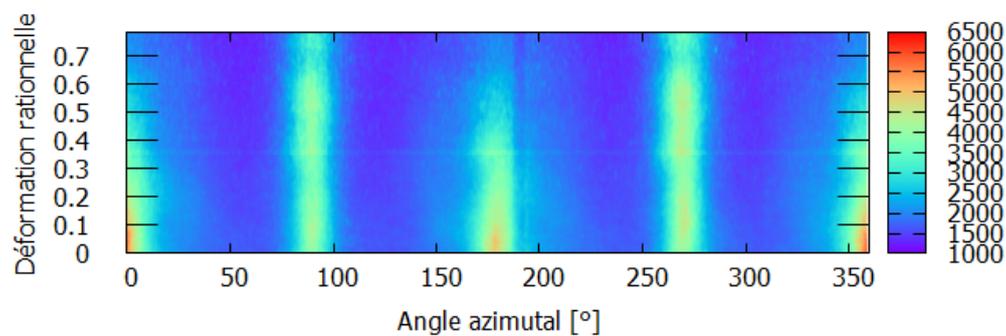
$\varepsilon_{max}$

(e) {0002}

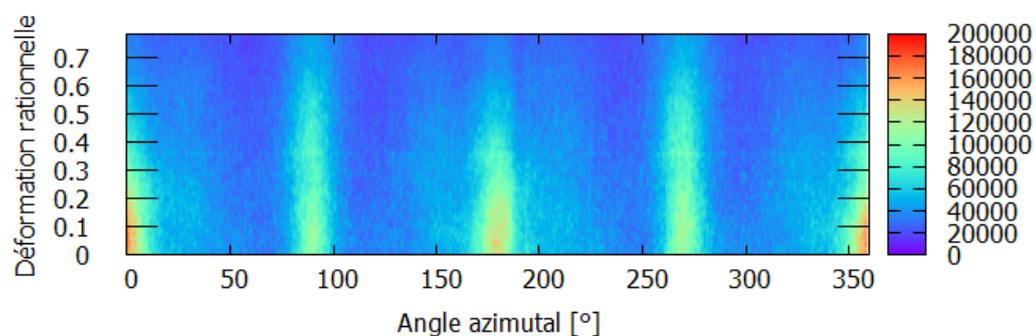
$\varepsilon_{max}$

(f) {110}

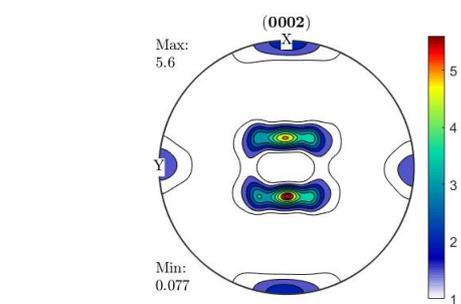
— FG : 920 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



(a) {0002}

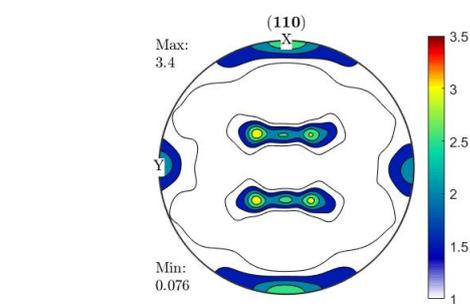


(b) {110}



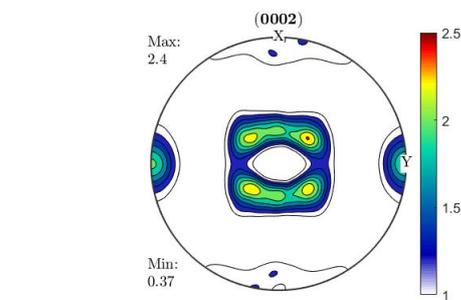
$\varepsilon = 0$

(c) {0002}



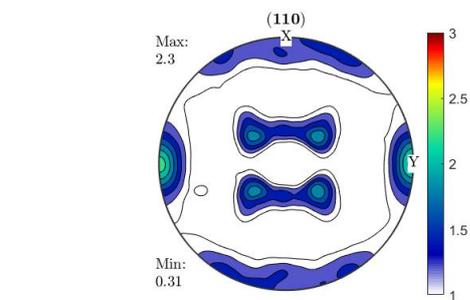
$\varepsilon = 0$

(d) {110}



$\varepsilon_{max}$

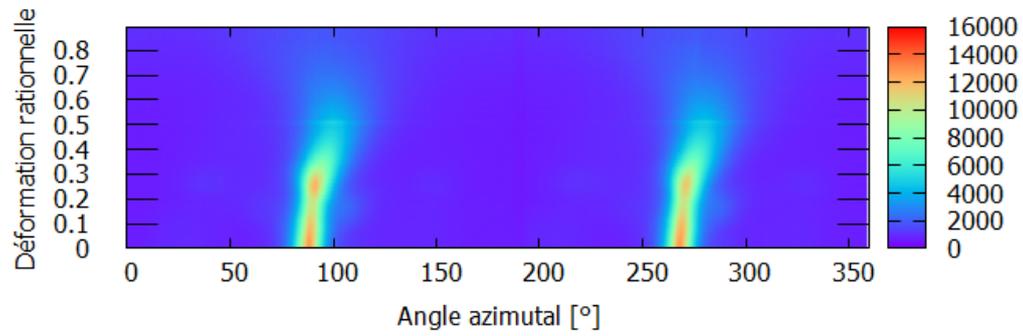
(e) {0002}



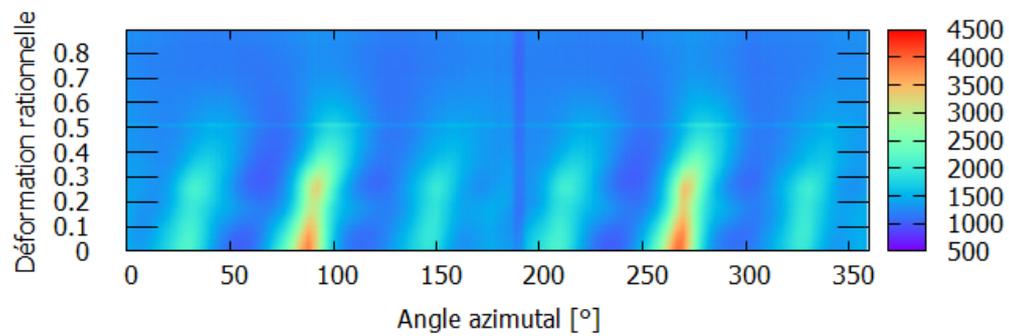
$\varepsilon_{max}$

(f) {110}

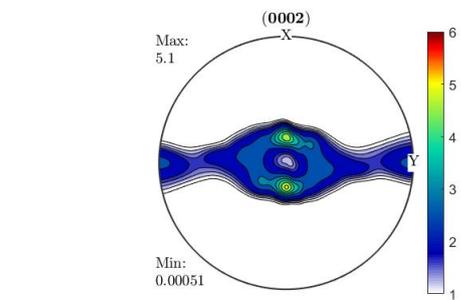
— UFG : 650 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



(a) {0002}

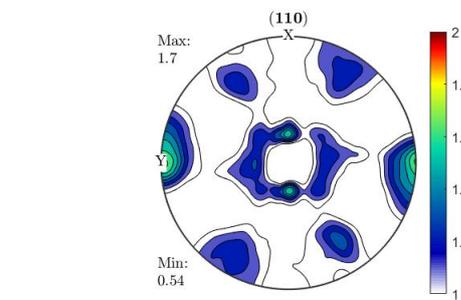


(b) {110}



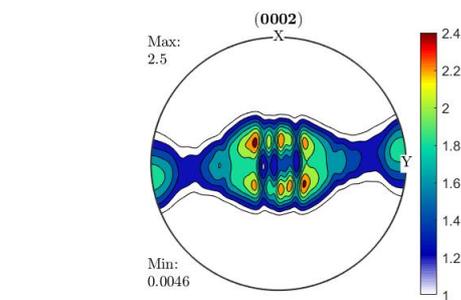
$\varepsilon = 0$

(c) {0002}



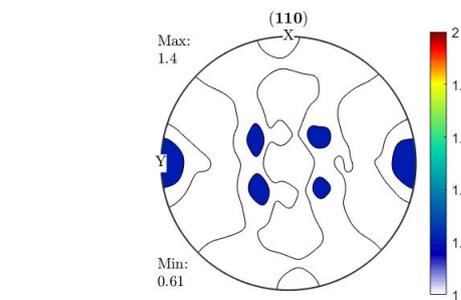
$\varepsilon = 0$

(d) {110}



$\varepsilon_{max}$

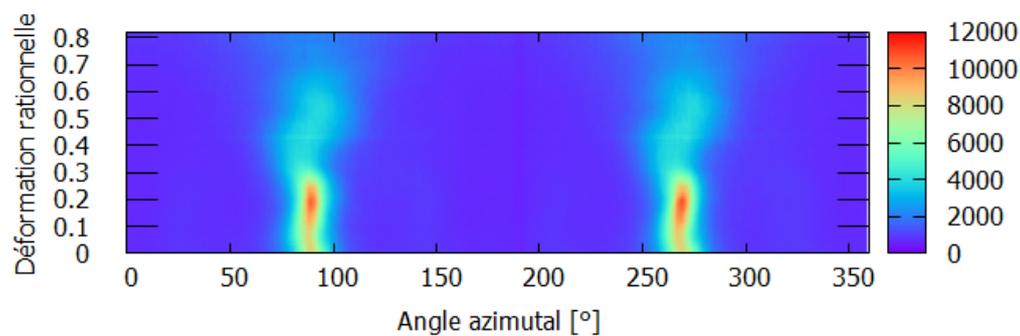
(e) {0002}



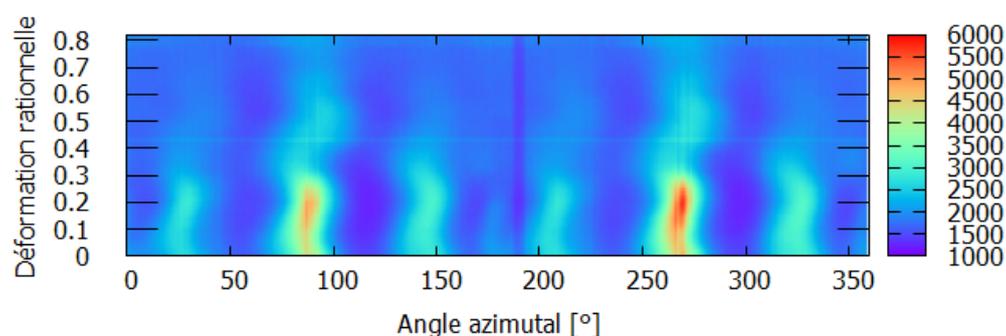
$\varepsilon_{max}$

(f) {110}

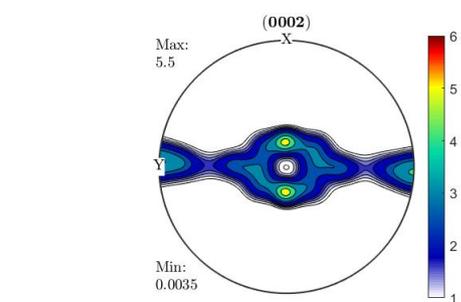
— UFG : 750 °C  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



(a) {0002}

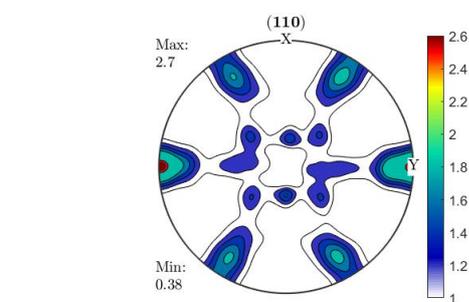


(b) {110}



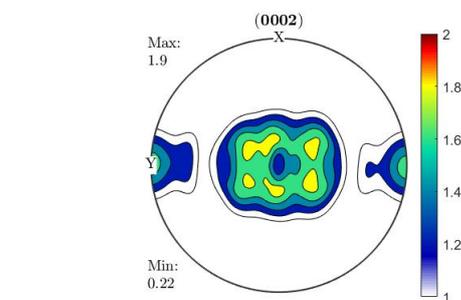
$\varepsilon = 0$

(c) {0002}



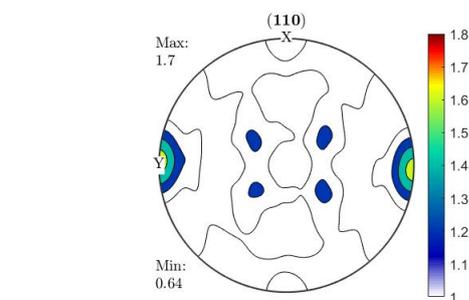
$\varepsilon = 0$

(d) {110}



$\varepsilon_{max}$

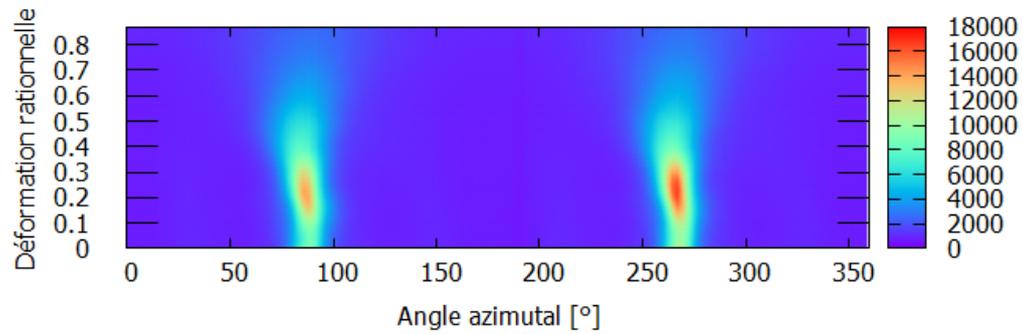
(e) {0002}



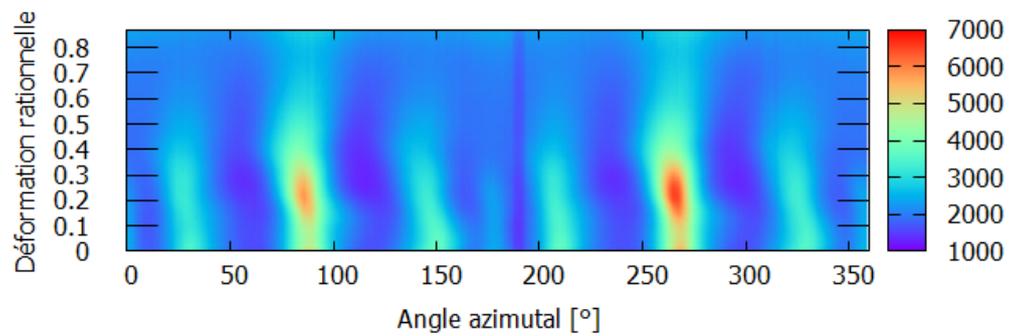
$\varepsilon_{max}$

(f) {110}

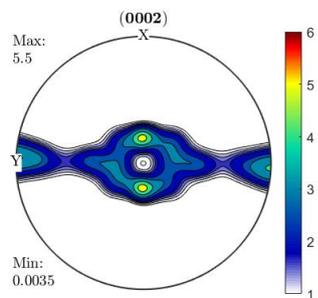
— UFG : 750 °C  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$



(a) {0002}

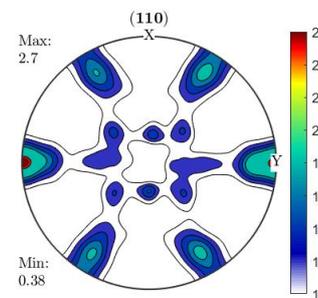


(b) {110}



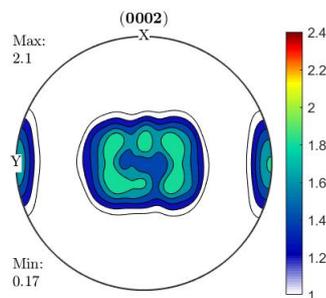
$\varepsilon = 0$

(c) {0002}



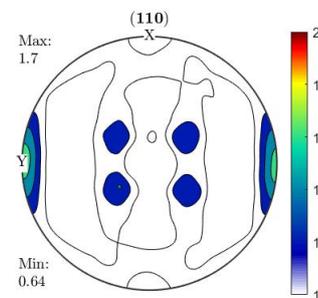
$\varepsilon = 0$

(d) {110}



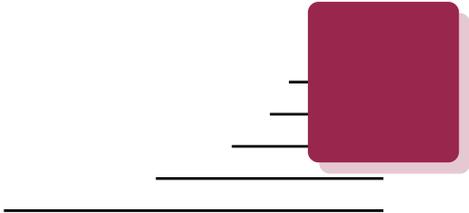
$\varepsilon_{max}$

(e) {0002}



$\varepsilon_{max}$

(f) {110}



---

# Bibliographie

---

- [Akh+75] A. Akhtar et E. Teghtsoonian. “[Prismatic slip in alpha-titanium single crystals](#)”. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 6.12 (1975), p. 2201 (cf. p. 22).
- [Al+08] T. Al-Samman et G. Gottstein. “[Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 490.1 (2008), p. 411-420 (cf. p. 34).
- [Ala+15] E. Alabort, D. Putman et R.C. Reed. “[Superplasticity in Ti-6Al-4V: Characterisation, modelling and applications](#)”. In: *Acta Materialia* 95.Supplement C (2015), p. 428-442 (cf. p. 18, 35, 36, 92, 99).
- [Ala+16] E. Alabort, P. Kontis, D. Barba, K. Dragnevski et R.C. Reed. “[On the mechanisms of superplasticity in Ti-6Al-4V](#)”. In: *Acta Materialia* 105.Supplement C (2016), p. 449-463 (cf. p. 22, 26, 27, 29, 31, 32, 36, 37, 126).
- [Alb17] V. Albet. “[Le titane, un métal exigeant](#)”. In: *Salon SIANE* (2017) (cf. p. 1).
- [And+02] J.O. Andersson, T. Helander, L. Höglund, P. Shi et B. Sundman. “[ThermoCalc & DICTRA, computational tools for materials science](#)”. In: *Calphad* 26.2 (2002), p. 273-312 (cf. p. 62, 71).
- [Ank+86] S. Ankem et H. Margolin. “[A rationalization of stress-strain behavior of two-ductile phase alloys](#)”. In: *Metallurgical Transactions A* 17.12 (1986), p. 2209-2226 (cf. p. 37).
- [Ari+77] A. Arieli et A. Rosen. “[Superplastic deformation of Ti-6Al-4V alloy](#)”. In: *Metallurgical Transactions A* 8.10 (1977), p. 1591-1596 (cf. p. 28, 35).
- [Ash+73] M. F. Ashby et R. A. Verrall. “[Diffusion-accommodated flow and superplasticity](#)”. In: *Acta Metallurgica* 21.2 (1973), p. 149-163 (cf. p. 23, 24, 27).
- [Ash70] M. F. Ashby. “[The deformation of plastically non-homogeneous materials](#)”. In: *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 21.170 (1970), p. 399-424 (cf. p. 56).

- [Bab08] B. Babu. “Physically based model for plasticity and creep of Ti-6Al-4V”. Theses. Luleå: Luleå tekniska universitet, 2008 (cf. p. 22).
- [Bac+10] F. Bachmann, R. Hielscher et H. Schaeben. “Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox”. In: *Texture and Anisotropy of Polycrystals III*. T. 160. Solid State Phenomena. Trans Tech Publications Ltd, 2010, p. 63-68 (cf. p. 60).
- [Bal+65] R. W. Balluffi et D. N. Seidman. “Diffusion-Limited Climb Rate of a Dislocation: Effect of Climb Motion on Climb Rate”. In: *Journal of Applied Physics* 36.9 (1965), p. 2708-2711 (cf. p. 22).
- [Bal+69] A. Ball et M. M. Hutchison. “Superplasticity in the Aluminium–Zinc Eutectoid”. In: *Metal Science Journal* 3.1 (1969), p. 1-7 (cf. p. 25).
- [Bal13] Y. Balcaen. “Étude des mécanismes de déformation du titane T40 en formage incrémental”. PhD Thesis. 2013 (cf. p. 22).
- [Bal69] R. W. Balluffi. “Mechanisms of Dislocation Climb”. In: *physica status solidi (b)* 31.2 (1969), p. 443-463 (cf. p. 22).
- [Ban+13] D. S. Banerjee et J. C. Williams. “Perspectives on Titanium Science and Technology”. In: *Acta Materialia* 61.3 (2013), p. 844-879 (cf. p. 13, 64).
- [Bar+15] P. Barriobero-Vila, G. Requena, T. Buslaps, M. Alfeld et U. Boesenberg. “Role of element partitioning on the alpha-beta phase transformation kinetics of a bi-modal Ti–6Al–6V–2Sn alloy during continuous heating”. In: *Journal of Alloys and Compounds* 626 (2015), p. 330-339 (cf. p. 80, 81).
- [Bar15] P. Barriobero Vila. “Phase transformation kinetics during continuous heating of alpha+beta and metastable beta titanium alloys”. Dr. Vienna University of Technology, 2015 (cf. p. 12, 62).
- [Bat+05] P. S. Bate, R. D. Knutsen, I. Brough et F. J. Humphreys. “The characterization of low-angle boundaries by EBSD”. In: *Journal of Microscopy* 220.1 (2005), p. 36-46 (cf. p. 55).
- [Bau10] T. Baudin. “Analyse EBSD Principe et cartographies d’orientations”. In: *Techniques de l’ingénieur* Ref article : m4138 (2010) (cf. p. 54, 57).
- [Bed+20] V. Bedekar, R. Voothaluru, D. Yu, A. Wong, Enrique Galindo-Nava, S. B. Gorti, K. An et R. S. Hyde. “Effect of nickel on the kinematic stability of retained austenite in carburized bearing steels – In-situ neutron diffraction and crystal plasticity modeling of uniaxial tension tests in AISI 8620, 4320 and 3310 steels”. In: *International Journal of Plasticity* 131 (2020), p. 102748 (cf. p. 119).
- [Big+89] M. P. Biget et G. Saada. “Low-temperature plasticity of high-purity alpha-titanium single crystals”. In: *Philosophical Magazine A* 59.4 (1989), p. 747-757 (cf. p. 22).
- [Bin+14] P. Bindu et S. Thomas. “Estimation of lattice strain in ZnO nanoparticles: X-ray peak profile analysis”. In: *Journal of Theoretical and Applied Physics* 8.4 (2014), p. 123-134 (cf. p. 49, 117).
- [Bir+69] J. E. Bird, A. K. Mukherjee et J. E. Dorn. “Correlations between high-temperature creep behavior and structure”. In: (1969) (cf. p. 27).
- [Bla+96] J.J. Blandin et M. Suery. “Superplasticité”. In: *Techniques de l’ingénieur* Ref article : m613 (1996) (cf. p. 30).

- 
- [Boe+06] C. J. Boehlert, C. J. Cowen, S. Tamirisakandala, D. J. McEldowney et D. B. Miracle. “[In situ scanning electron microscopy observations of tensile deformation in a boron-modified Ti-6Al-4V alloy](#)”. In: *Scripta Materialia* 55.5 (2006), p. 465-468 (cf. p. 32, 37).
- [Bow+91] A. W. Bowen, D. S. McDarmaid et P. G. Partridge. “[Effect of high-temperature deformation on the texture of a two-phase titanium alloy](#)”. In: *Journal of Materials Science* 26.13 (1991), p. 3457-3462 (cf. p. 37).
- [Bow77] A. W. Bowen. “[Texture stability in heat treated Ti6Al4V](#)”. In: *Materials Science and Engineering* 29.1 (1977), p. 19-28 (cf. p. 18, 36, 75).
- [Bri+05] F. Bridier, P. Villechaise et J. Mendez. “[Analysis of the different slip systems activated by tension in a alpha/beta titanium alloy in relation with local crystallographic orientation](#)”. In: *Acta Materialia* 53.3 (2005), p. 555-567 (cf. p. 22).
- [Bro+12] H.G. Brokmeier, C. Randau, W. Gan, M. Hofmann, T. Lippmann et N. Schell. “[Investigation of Texture Gradients of Semi-Finished Products by Neutrons and Photons](#)”. In: *Materials Science Forum* 702-703 (2012), p. 499-506 (cf. p. 59).
- [Bru08] F. Bruneseaux. “Apport de la diffraction des rayons X à haute énergie sur les transformations de phases, application aux alliages de titanes”. PhD Thesis. 2008 (cf. p. 81, 82).
- [Bui11] C. Buirette. “Étude des mécanismes de propagation de fissure dans un alliage de titane TA6V soudé par faisceau d’électrons”. PhD Thesis. 2011 (cf. p. 9).
- [Bur34] W. G. Burgers. “[On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium](#)”. In: *Physica* 1.7 (1934), p. 561-586 (cf. p. 6, 7).
- [Cal+10] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir et D. Raabe. “[Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 527.10 (2010), p. 2738-2746 (cf. p. 55, 63, 100).
- [Can+16] D. Canelo-Yubero, G. Requena, F. Sket, C. Poletti, Fernando Warchomicka, J. Daniels, N. Schell et A. Stark. “[Load partition and microstructural evolution during in situ hot deformation of Ti-6Al-6V-2Sn alloys](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 657 (2016), p. 244-258 (cf. p. 37, 48).
- [Cas+07] P. Castany, F. Pettinari-Sturmel, J. Crestou, J. Douin et A. Coujou. “[Experimental study of dislocation mobility in a Ti-6Al-4V alloy](#)”. In: *Acta Materialia* 55.18 (2007), p. 6284-6291 (cf. p. 32).
- [Cas+66] R. Castro et L. Séraphin. “Contribution à l’étude métallographique et structurale de l’alliage de titane TA6V”. In: *Mémoires scientifiques Rev. métallurgique* LXIII.12 (1966), p. 1025-1058 (cf. p. 12, 21).
- [Che+01] B. H. Cheong, J. Lin et A. A. Ball. “[Modelling of hardening due to grain growth for a superplastic alloy](#)”. In: *Journal of Materials Processing Technology* 119.1 (2001), p. 361-365 (cf. p. 35, 99).
- [Chu54] A.T. Churchman. “[The slip modes of titanium and the effect of purity on their occurrence during tensile deformation of single crystals](#)”. In: *Royal Society* 226.1165 (1954), p. 216-226 (cf. p. 22).

- [Cob63] R. L. Coble. “A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials”. In: *Journal of Applied Physics* 34.6 (1963), p. 1679-1682 (cf. p. 23, 27).
- [Com10] Y. Combres. “Mise en forme des alliages de titane”. In: *Techniques de l'ingénieur Mise en forme des aciers, aluminium, autres métaux et alliages* ref. article : m3160 (2010) (cf. p. 2).
- [Com13] Y. Combres. “Traitements thermiques des alliages de titane”. In: *Techniques de l'ingénieur* ref. article : m1335 (2013) (cf. p. 6, 8).
- [Com16] Y. Combres. “Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages”. In: *Techniques de l'ingénieur Métallurgie extractive* ref. article : m2355 (2016) (cf. p. 8).
- [Con81] H. Conrad. “Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium”. In: *Progress in Materials Science* 26.2 (1981), p. 123-403 (cf. p. 22).
- [Cra+09] D. G. Cram, H. S. Zurob, Y. J. M. Brechet et C. R. Hutchinson. “Modelling discontinuous dynamic recrystallization using a physically based model for nucleation”. In: *Acta Materialia* 57.17 (2009), p. 5218-5228 (cf. p. 33).
- [Cur+09] S. Curiotto et D. Chatain. “Solid/liquid interfacial energy and wetting of Cu at Co surfaces and grain boundaries”. In: *Scripta Materialia* 60.1 (2009), p. 40-43 (cf. p. 97).
- [Der91] B. Derby. “The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallization”. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 39.5 (1991), p. 955-962 (cf. p. 34).
- [Dob+01] A. V. Dobromyslov et V. A. Elkin. “Martensitic transformation and metastable b-phase in binary titanium alloys with d-metals of 4-6 periods”. In: *Scripta materialia* 44.6 (2001), p. 905-910 (cf. p. 82).
- [Doh+97] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Juul Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen et A. D. Rollett. “Current issues in recrystallization: a review”. In: *Materials Science and Engineering: A* 238.2 (1997), p. 219-274 (cf. p. 33).
- [Elm+05a] J. W. Elmer, T. A. Palmer, S. S. Babu et E. D. Specht. “Low temperature relaxation of residual stress in Ti-6Al-4V”. In: *Scripta Materialia* 52.10 (2005), p. 1051-1056 (cf. p. 81).
- [Elm+05b] J.W. Elmer, T.A. Palmer, S.S. Babu et E.D. Specht. “In situ observations of lattice expansion and transformation rates of alpha and beta phases in Ti-6Al-4V”. In: *Materials Science and Engineering: A* 391.1 (2005), p. 104-113 (cf. p. 62, 80-82).
- [Eno+90] M. Enomoto et M. Fujita. “Analysis of the composition of alpha plates isothermally formed in titanium binary alloys”. In: *Metallurgical Transactions A* 21.6 (1990), p. 1547-1556 (cf. p. 11).
- [Erd+17] P. Erdely, P. Staron, E. Maawad, N. Schell, J. Klose, S. Mayer et H. Clemens. “Effect of hot rolling and primary annealing on the microstructure and texture of a beta-stabilised gamma-TiAl based alloy”. In: *Acta Materialia* 126 (2017), p. 145-153 (cf. p. 17).
- [Far11] A. M. Farghalli. “Micrograin Superplasticity: Characteristics and Utilization”. In: *Materials* 4.7 (2011) (cf. p. 23).

- 
- [Fro+82] H. Frost et M. F. Ashby. *Deformation-mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics*. eng. Oxford Paris [etc.: Pergamon Press, 1982 (cf. p. 18).
- [Fur+07] T. Furuhashi, B. Poorganji, H. Abe et T. Maki. “Dynamic recovery and recrystallization in titanium alloys by hot deformation”. In: *JOM* 59 (2007), p. 64-67 (cf. p. 34).
- [Fur+91] T. Furuhashi et H. I. Aaronson. “Crystallography and interfacial structure of proeutectoid alpha grain boundary allotriomorphs in a hypoeutectoid Ti-6.62Cr alloy”. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 39.11 (1991), p. 2887-2899 (cf. p. 7).
- [Gey+97] N. Gey, M. Humbert, M. J. Philippe et Y. Combres. “Modeling the transformation texture of Ti-64 sheets after rolling in the beta-field”. In: *Materials Science and Engineering: A* 230.1 (1997), p. 68-74 (cf. p. 16).
- [Gho+79] A. K. Ghosh et C. H. Hamilton. “Mechanical behavior and hardening characteristics of a superplastic Ti-6Al-4V alloy”. In: *Metallurgical Transactions A* 10.6 (1979), p. 699-706 (cf. p. 35, 99).
- [Gif76] R. C. Gifkins. “Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity”. In: *Metallurgical Transactions A* 7.8 (1976), p. 1225-1232 (cf. p. 25).
- [Gil+00] F. J. Gil et J. A. Planell. “Behaviour of normal grain growth kinetics in single phase titanium and titanium alloys”. In: *Materials Science and Engineering: A* 283.1 (2000), p. 17-24 (cf. p. 35).
- [Giu11] G. Giuliano. *Superplastic Forming of Advanced Metallic Materials: Methods and Applications*. Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering. Elsevier Science, 2011 (cf. p. 26, 31).
- [Gon+10] J. Gong et A. Wilkinson. “Investigation of elastic properties of single-crystal alpha-Ti using microcantilever beams”. In: *Philosophical Magazine Letters* 90.7 (2010), p. 503-512 (cf. p. 119).
- [Gou+03] S. Gourdet et F. Montheillet. “A model of continuous dynamic recrystallization”. In: *Acta Materialia* 51.9 (2003), p. 2685-2699 (cf. p. 34).
- [Gra11] P. Gravereau. “Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres”. 3rd cycle. Université Bordeaux 1, France, 2011 (cf. p. 49).
- [Gra18] E. Grace ripka. *Data Fitting in Python Part II: Gaussian & Lorentzian & Voigt Lineshapes, Deconvoluting Peaks, and Fitting Residuals*. 2018 (cf. p. 47).
- [Guo+16] W. Guo, Q. Jia, R. Li et W. Li. “The Superplastic Deformation Behavior and Phase Evolution of Ti-6Al-4V Alloy at Constant Tensile Velocity”. In: *High Temperature Materials and Processes* 36.1 (2016), p. 55 (cf. p. 34-36, 99).
- [Guo+87] Z. X. Guo et N. Ridley. “Modelling of diffusion bonding of metals”. In: *Materials Science and Technology* 3.11 (1987), p. 945-953 (cf. p. 28).
- [Had+09] F. Hadj larbi, A. Khereddine et B. Alili. “Généralisation des expressions analytiques liées à la fonction pseudo-voigt utilisée en analyse des profils de raies de diffraction”. In: *Fizika A* 18.2 (2009), p. 63-72 (cf. p. 47).
- [Ham+87] C. Hammond, A. Nicholls et N. E. Paton. “Photoemission electron microscopy of superplastic deformation processes”. In: *Metallography* 20.2 (1987), p. 199-212 (cf. p. 32).

- [Han+05] T.S. Han et P. R. Dawson. “[Lattice strain partitioning in a two-phase alloy and its redistribution upon yielding](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 405.1 (2005), p. 18-33 (cf. p. 48).
- [Hel18] A. Helstroffer. “Mechanical Properties Anisotropy of the Beta-Metastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr Alloy Related to Morphologic and Crystallographic Aspects : Influence on the Fatigue Durability”. Theses. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechnique - Poitiers, 2018 (cf. p. 12, 62).
- [Her50] C. Herring. “[Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid](#)”. In: *Journal of Applied Physics* 21.5 (1950), p. 437-445 (cf. p. 23, 27).
- [Hir+91] J.P. Hirth et J. Lothe. “Theory of dislocations, 2nd New edition of revised edition”. In: *Krieger Publishing Company* (1991) (cf. p. 22).
- [Hua+16] K. Huang et R. E. Logé. “[A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials](#)”. In: *Materials & Design* 111 (2016), p. 548-574 (cf. p. 32-34).
- [Hum+04] F. J. Humphreys et M. Hatherly. “[Chapter 4 - The Structure and Energy of Grain Boundaries](#)”. In: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*. Sous la dir. F.J. Humphreys et M. Hatherly. Second Edition. Oxford: Elsevier, 2004, p. 91-119 (cf. p. 33).
- [Hum01] F. J. Humphreys. “[Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction](#)”. In: *Journal of Materials Science* 36.16 (2001), p. 3833-3854 (cf. p. 55, 63).
- [Ima+19] H. Imai, G. Yamane, H. Matsumoto, V. Vidal et V. Velay. “[Superplasticity of metastable ultrafine-grained Ti6242S alloy: Mechanical flow behavior and microstructural evolution](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 754 (2019), p. 569-580 (cf. p. 35).
- [Jaf58] R. I. Jaffee. “[The physical metallurgy of titanium alloys](#)”. In: *Progress in Metal Physics* 7 (1958), p. 65-163 (cf. p. 83).
- [Jai+91] M. Jain, M. C. Chaturvedi, N. L. Richards et N. C. Goel. “[Strain rate sensitivity effects with forming characteristics of superplastic Ti-6Al-4V](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 138.2 (1991), p. 205-211 (cf. p. 31).
- [Jan+91] K. Janghorban et S. Esmaili. “[Deformation-mechanism map for Ti-6Al alloy](#)”. In: *Journal of Materials Science* 26.12 (1991), p. 3362-3365 (cf. p. 18, 19, 28).
- [Ji+90] N. Ji et J.L. Lebrun. “[Microstructural study of static and dynamic deformed polycrystalline copper by x-ray diffraction profile analysis](#)”. In: *Scripta Metallurgica et Materialia* 24.8 (1990), p. 1547-1552 (cf. p. 49, 117).
- [Jia+09] N. Jia, Z. H. Cong, X. Sun, S. Cheng, Z. H. Nie, Y. Ren, P. K. Liaw et Y. D. Wang. “[An in situ high-energy X-ray diffraction study of micromechanical behavior of multiple phases in advanced high-strength steels](#)”. In: *Acta Materialia* 57.13 (2009), p. 3965-3977 (cf. p. 48).
- [Kim+03] J. H. Kim, Y. W. Chang, C. S. Lee et T. Kwon Ha. “[High-temperature deformation behavior of a gamma TiAl alloy—Microstructural evolution and mechanisms](#)”. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 34.10 (2003), p. 2165 (cf. p. 22).

- 
- [Kim+99] J. S. Kim, J. H. Kim, Y. T. Lee, C. G. Park et C. S. Lee. “Microstructural analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of Ti–6Al–4V alloy”. In: *Materials Science and Engineering: A* 263.2 (1999), p. 272-280 (cf. p. 29, 31, 32, 36, 132).
- [Kol+81] V. A. Kolachev et V. V. Travkin. “The influence of alloying on the tendency of titanium alloys toward salt corrosion”. In: *Soviet materials science : a transl. of Fiziko-khimicheskaya mekhanika materialov / Academy of Sciences of the Ukrainian SSR* 17.2 (1981), p. 136-140 (cf. p. 8).
- [Lan06] T. G. Langdon. “Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades”. In: *Journal of Materials Science* 41.3 (2006), p. 597-609 (cf. p. 3, 26, 30).
- [Lan19] M. Landeiro dos Reis. “Etude de l’interaction dislocation-amas de lacunes par simulations numériques”. Theses. Université Paris-Saclay, 2019 (cf. p. 22).
- [Lea+86] J. R. Leader, D. F. Neal et C. Hammond. “The effect of alloying additions on the superplastic properties of Ti-6 pct Al-4 pct V”. In: *Metallurgical Transactions A* 17.1 (1986), p. 93-106 (cf. p. 31).
- [Léa12] F. Léaux. “Relation entre microstructure et fatigue d’un acier ferritique utilisé dans l’industrie automobile : élaboration d’indicateurs d’endommagement”. PhD Thesis. 2012 (cf. p. 102).
- [Lec00] J.S. Lecomte. “Étude de la plasticité du TA6V entre 25°C et 800°C”. Thèse de doct. 2000 (cf. p. 16).
- [Leh+00] E. M. Lehockey, YP. Lin et O. E. Lepik. “Mapping Residual Plastic Strain in Materials Using Electron Backscatter Diffraction”. In: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Sous la dir. A. J. Schwartz, M. Kumar et B. L. Adams. Boston, MA: Springer US, 2000, p. 247-264 (cf. p. 56, 101).
- [Ley+03] C. Leyens et M. Peters. “Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications”. In: (2003) (cf. p. 9, 10, 16, 25).
- [Lin+13] P. Lin, A. Feng, S. Yuan, G. Li et J. Shen. “Microstructure and texture evolution of a near-alpha titanium alloy during hot deformation”. In: *Materials Science and Engineering: A* 563 (2013), p. 16-20 (cf. p. 36).
- [Lis+09] K.D. Liss, T. Schmoelzer, K. Yan, M. Reid, M. Peel, R. Dippenaar et H. Clemens. “In situ study of dynamic recrystallization and hot deformation behavior of a multiphase titanium aluminide alloy”. In: *Journal of Applied Physics* 106.11 (2009), p. 113526 (cf. p. 51).
- [Lis+10] K.D. Liss et K. Yan. “Thermo-mechanical processing in a synchrotron beam”. In: *Materials Science and Engineering: A* 528.1 (2010), p. 11-27 (cf. p. 52, 121).
- [Liu+19] C. Liu, G. Zhou, X. Wang, J. Liu, J. Li, H. Zhang et L. Chen. “Rheological Law and Mechanism for Superplastic Deformation of Ti–6Al–4V”. In: *Materials* 12.21 (2019) (cf. p. 18).
- [Liu+21] C. Liu, X. Wang, G. Zhou, F. Li, S. Zhang, H. Zhang, L. Chen et H. Liu. “Dislocation-Controlled Low-Temperature Superplastic Deformation of Ti-6Al-4V Alloy”. In: *Frontiers in Materials* 7 (2021), p. 429 (cf. p. 32).
- [Lod+12] A. Lodini et T. Baudin. *Rayonnement synchrotron rayons X et neutrons au service des matériaux*. eng. MATERIAUX. Edp Sciences, 2012 (cf. p. 57).

- [Lóp+04] G. A. López, E. J. Mittemeijer et B. B. Straumal. “Grain boundary wetting by a solid phase; microstructural development in a Zn-5 wt% Al alloy”. In: *Acta Materialia* 52.15 (2004), p. 4537-4545 (cf. p. 97).
- [Lot60] J. Lothe. “Theory of Dislocation Climb in Metals”. In: *Journal of Applied Physics* 31.6 (1960), p. 1077-1087 (cf. p. 22).
- [Ltd06] Thermo Tch Ltd. “Thermo-Calc Software AB, Stockholm, TTTI3-Thermo Tech Titanium Alloys Database, Version 3.0”. In: (2006) (cf. p. 62).
- [Lut+69] M. J. Luton et C. M. Sellars. “Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation”. In: *Acta Metallurgica* 17.8 (1969), p. 1033-1043 (cf. p. 34).
- [Mal+81] G. Malakondaiah et P. R. Rao. “Creep of Alpha-Titanium at low stresses”. In: *Acta Metallurgica* 29.7 (1981), p. 1263-1275 (cf. p. 18, 28).
- [Mar+01] L. Margulies, G. Winther et H. F. Poulsen. “In Situ Measurement of Grain Rotation during Deformation of Polycrystals”. eng. In: *Science* 291.5512 (2001), p. 2392-2394 (cf. p. 51).
- [Mar08] J.L. Martin. “Caractérisation expérimentale des matériaux I: Propriétés physiques, thermiques et mécaniques”. fre. In: *European Journal of Computational Mechanics* 17.8 (2008), p. 1107-1108 (cf. p. 49).
- [Mat+13a] H. Matsumoto, S. H. Lee, Y. Ono et A. Chiba. “New Type of Ultra-Fine Grained Microstructure in Ti-6Al-4V Alloy for Enhancing Superplasticity”. In: *Superplasticity in Advanced Materials - ICSAM 2012*. T. 735. Materials Science Forum. Trans Tech Publications, 2013, p. 322-326 (cf. p. 30).
- [Mat+13b] H. Matsumoto, K. Yoshida, S.H. Lee, Y. Ono et A. Chiba. “Ti-6Al-4V alloy with an ultrafine-grained microstructure exhibiting low-temperature-high-strain-rate superplasticity”. In: *Materials Letters* 98 (2013), p. 209-212 (cf. p. 2, 37, 94).
- [Mat+15] H. Matsumoto, V. Velay et A. Chiba. “Flow behavior and microstructure in Ti-6Al-4V alloy with an ultrafine-grained alpha-single phase microstructure during low-temperature-high-strain-rate superplasticity”. In: *Materials & Design* 66 (2015), p. 611-617 (cf. p. 55).
- [Mat+16] H. Matsumoto, T. Nishihara, Y. Iwagaki, T. Shiraishi, Y. Ono et A. Chiba. “Microstructural evolution and deformation mode under high-temperature-tensile-deformation of the Ti-6Al-4V alloy with the metastable alpha' martensite starting microstructure”. In: *Materials Science and Engineering: A* 661.Supplement C (2016), p. 68-78 (cf. p. 29, 43).
- [Mat+18] H. Matsumoto, T. Nishihara, V. Velay et V. Vidal. “Superplastic Property of the Ti-6Al-4V Alloy with Ultrafine-Grained Heterogeneous Microstructure”. In: *Advanced Engineering Materials* 20.1 (2018), p. 1700317 (cf. p. 30, 34, 35, 67).
- [Mei+91] M. L. Meier, D. R. Lesuer et A. K. Mukherjee. “Alpha Grain size and beta volume fraction aspects of the superplasticity of Ti-6Al-4V”. In: *Materials Science and Engineering: A* 136 (1991), p. 71-78 (cf. p. 29, 31).
- [Mei+92] M. L. Meier, D. R. Lesuer et A. K. Mukherjee. “The effects of the alpha/beta phase proportion on the superplasticity of Ti-6Al-4V and iron-modified Ti-6Al-4V”. In: *Materials Science and Engineering: A* 154.2 (1992), p. 165-173 (cf. p. 28).

- 
- [Mer+95] S. Mercier, L. S. Tóth et A. Molinari. “Modelling of Texture Development and Deformation Mechanisms in a Ti20V Alloy Using a Self Consistent Polycrystal Approach”. In: *Textures and Microstructures* 25 (1995), p. 467-508 (cf. p. 17).
- [Mik+17] A. V. Mikhaylovskaya, A. O. Mosleh, A. D. Kotov, J. S. Kwame, T. Pourcelot, I. S. Golovin et V. K. Portnoy. “Superplastic deformation behaviour and microstructure evolution of near-alpha Ti-Al-Mn alloy”. In: *Materials Science and Engineering: A* 708 (2017), p. 469-477 (cf. p. 28, 35).
- [Miy+02] N. Miyano, H. Fujiwara, K. Ameyama et G. C. Weatherly. “Preferred orientation relationship of intra- and inter-granular precipitates in titanium alloys”. In: *Materials Science and Engineering: A* 333.1 (2002), p. 85-91 (cf. p. 7).
- [Mom+14] A. Momeni, G. R. Ebrahimi, M. Jahazi et P. Bocher. “Microstructure evolution at the onset of discontinuous dynamic recrystallization: A physics-based model of subgrain critical size”. In: *Journal of Alloys and Compounds* 587 (2014), p. 199-210 (cf. p. 33).
- [Mon09] F. Montheillet. “Métallurgie en mise en forme à chaud”. In: *Techniques de l'ingénieur* Ref article : m3031 (2009) (cf. p. 34).
- [Mor+08] S. Morooka, Y. Tomota et T. Kamiyama. “Heterogeneous Deformation Behavior Studied by in Situ Neutron Diffraction during Tensile Deformation for Ferrite, Martensite and Pearlite Steels”. In: *ISIJ International* 48.4 (2008), p. 525-530 (cf. p. 49).
- [Mos+19] A. O. Mosleh, A. V. Mikhaylovskaya, A. D. Kotov, J. S. Kwame et S. A. Aksenov. “Superplasticity of Ti-6Al-4V Titanium Alloy: Microstructure Evolution and Constitutive Modelling”. In: *Materials* 12.11 (2019) (cf. p. 35).
- [Mot+04] M. Motyka et J. Sieniawski. “The influence of thermomechanical process conditions on superplastic behaviour of Ti-6Al-4V titanium alloy.” English. In: *Advances in Manufacturing Science and Technology* Vol. 28, nr 4 (2004), p. 31-44 (cf. p. 30).
- [Mot+12] M. Motyka, K. Kubiak, J. Sieniawski et W. Ziaja. “Hot Plasticity of Alpha Beta Alloys”. In: *Titanium Alloys - Towards Achieving Enhanced Properties for Diversified Applications*. Sous la dir. A.K.M. Nurul Amin. Rijeka: InTech, 2012 (cf. p. 14, 20, 30, 31).
- [Mot+14a] M. Motyka, K. Kubiak, J. Sieniawski et W. Ziaja. “Phase transformations and characterization of alpha+beta titanium alloys”. In: *Comprehensive Materials Processing* 2 (2014), p. 7-36 (cf. p. 7, 30, 95).
- [Mot+14b] M. Motyka, J. Sieniawski et W. Ziaja. “Microstructural aspects of superplasticity in Ti-6Al-4V alloy”. In: *Materials Science and Engineering: A* 599 (2014), p. 57-63 (cf. p. 34, 35).
- [Mu+13] J. Mu, Z. Zhu, R. Su, Y. Wang, H. Zhang et Y. Ren. “In situ high-energy X-ray diffraction studies of deformation-induced phase transformation in Ti-based amorphous alloy composites containing ductile dendrites”. In: *Acta Materialia* 61.13 (2013), p. 5008-5017 (cf. p. 48).
- [Mui+20] A. Muiruri, M. Maringa et W. du Preez. “Evaluation of Dislocation Densities in Various Microstructures of Additively Manufactured Ti6Al4V (Eli) by the Method of X-ray Diffraction”. In: *Materials* 13.23 (2020) (cf. p. 49).

- [Muk+68] A. K. Mukherjee, J. E. Bird et J. E. Dorn. “The role of climb in creep processes in proceedings of symposium”. In: *The interactions between dislocations and point defects*. T. 2. United Kingdom Atomic Energy Authority Harwell, UK, 1968, p. 422-495 (cf. p. 27).
- [Muk71] A. K. Mukherjee. “The rate controlling mechanism in superplasticity”. In: *Materials Science and Engineering* 8.2 (1971), p. 83-89 (cf. p. 25).
- [Nab48] FRN Nabarro. “Report of a conference on the strength of solids Physical Society”. In: *London* (1948) (cf. p. 23).
- [Nak+83] S. Naka et A. Lasalmonie. “Cross-slip on the first order pyramidal plane (10-11) of a-type dislocations [1-210] in the plastic deformation of alpha-titanium single crystals”. In: *Journal of Materials Science* 18.9 (1983), p. 2613-2617 (cf. p. 22).
- [Nak+88] S. Naka, A. Lasalmonie, P. Costa et L. P. Kubin. “The low-temperature plastic deformation of alpha-titanium and the core structure of a-type screw dislocations”. In: *Philosophical Magazine A* 57.5 (1988), p. 717-740 (cf. p. 22).
- [Nak+91] S. Naka, L. P. Kubin et C. Perrier. “The plasticity of titanium at low and medium temperatures”. In: *Philosophical Magazine A* 63.5 (1991), p. 1035-1043 (cf. p. 21).
- [Naz+75] H. Naziri, R. Pearce, M. H. Brown et K. F. Hale. “Microstructural-mechanism relationship in the zinc/ aluminium eutectoid superplastic alloy”. In: *Acta Metallurgica* 23.4 (1975), p. 489-496 (cf. p. 24, 32).
- [New+21] M. Newville, R. Otten et A. Nelson. “Lmfit/lmfit-py 1.0.2”. In: *Zenedo* (2021) (cf. p. 48, 49).
- [Nie+05] T.G. Nieh, J. Wadsworth et O.D. Sherby. *Superplasticity in Metals and Ceramics*. Cambridge Solid State Science Series. Cambridge University Press, 2005 (cf. p. 31).
- [Oba+12] G. C. Obasi, S. Biroasca, J. Q. Fonseca et M. Preuss. “Effect of beta grain growth on variant selection and texture memory effect during alpha→beta→alpha phase transformation in Ti-6 Al-4 V”. In: *Acta Materialia* 60.3 (2012), p. 1048-1058 (cf. p. 16, 18).
- [Oga+95] A. Ogawa, H. Iizumi et K. Minakawa. “Superplasticity and post-SPF properties of SP-700”. In: *Titanium’95 Science and Technology, Proceeding of the Eighth World Conference on Titanium Held* (1995), p. 588-595 (cf. p. 9).
- [Ohm+94] Y. Ohmori, K. Nakai, H. Ohtsubo et M. Tsunofuri. “Formation of Widmanstätten Alpha Structure in a Ti-6Al-4V Alloy”. In: *Materials Transactions, JIM* 35.4 (1994), p. 238-246 (cf. p. 11).
- [Orl89] B. Orlans-Joliet. “Déformation plastique monocristaux de structure cubique centrée en compression plane”. Theses. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1989 (cf. p. 17).
- [Pan+09] R. Panicker, A. H. Chokshi, R. K. Mishra, R. Verma et P. E. Krajewski. “Microstructural evolution and grain boundary sliding in a superplastic magnesium AZ31 alloy”. In: *Acta Materialia* 57.13 (2009), p. 3683-3693 (cf. p. 36).
- [Par+08] C. H. Park, Y. G. Ko, J.W. Park et C.S. Lee. “Enhanced superplasticity utilizing dynamic globularization of Ti-6Al-4V alloy”. In: *Materials Science and Engineering: A* 496.1 (2008), p. 150-158 (cf. p. 30, 35).

- 
- [Par+85] P. G. Partridge, D. S. McDermid et A. W. Bowen. “[A deformation model for anisotropic superplasticity in two phase alloys](#)”. In: *Acta Metallurgica* 33.4 (1985), p. 571-577 (cf. p. 32, 132).
- [Par83] P. Parnière. “Métallographie par diffraction des rayons X, des électrons et des neutrons”. eng. In: *Techniques de l'ingénieur* Ref article : M100v1 (1983) (cf. p. 49).
- [Pat+79] N. E. Paton et C. H. Hamilton. “[Microstructural influences on superplasticity in Ti-6Al-4V](#)”. In: *Metallurgical Transactions A* 10.2 (1979), p. 241-250 (cf. p. 31).
- [Paw+68] R. R. Pawar et V. T. Deshpande. “[The anisotropy of the thermal expansion of alpha-titanium](#)”. In: *Acta Crystallographica Section A* 24.2 (1968), p. 316-317 (cf. p. 83).
- [Pér+01] M. T. Pérez-Prado, G. González-Doncel, O. A. Ruano et T. R. McNelley. “[Texture analysis of the transition from slip to grain boundary sliding in a discontinuously recrystallized superplastic aluminum alloy](#)”. In: *Acta Materialia* 49.12 (2001), p. 2259-2268 (cf. p. 36).
- [Phi98] M. J. Philippe. “[Formation de texture lors de transformations thermomécaniques de matériaux de symétrie hexagonale](#)”. In: *Revue de métallurgie* 95.12 (1998), p. 1491 (cf. p. 16, 17).
- [Pin+13] B. Pinheiro, J. Lesage, I. Pasqualino, E. Bemporad et N. Benseddiq. “[X-ray diffraction study of microstructural changes during fatigue damage initiation in pipe steels: Role of the initial dislocation structure](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 580 (2013), p. 1-12 (cf. p. 48, 49).
- [Pot73] D. I. Potter. “[The structure, morphology and orientation relationship of V3N in alpha-vanadium](#)”. In: *Journal of the Less Common Metals* 31.2 (1973), p. 299-309 (cf. p. 7).
- [Pra+01] Y.V.R.K. Prasad, T. Seshacharyulu, S. Medeiros et W. Frazier. “[A Study of Beta Processing of Ti6Al4V: Is it Trivial?](#)” In: *Journal of Engineering Materials and Technology* 123 (2001) (cf. p. 28).
- [Pri11] L. Priester. *Jointes de grains et plasticité cristalline*. Mécanique et Ingénierie des matériaux. Lavoisier, 2011 (cf. p. 23).
- [Pro06] Prodem. *Le formage superplastique du titane*. 2006 (cf. p. 2).
- [Rai+75] G. Rai et N. J. Grant. “[On the measurements of superplasticity in an Al-Cu alloy](#)”. In: *Metallurgical Transactions A* 6.2 (1975), p. 385 (cf. p. 20).
- [Rai+83] G. Rai et N. J. Grant. “[Observations of grain boundary sliding during superplastic deformation](#)”. In: *Metallurgical Transactions A* 14.7 (1983), p. 1451-1458 (cf. p. 32).
- [Rec+68] N. E. Reca et C. M. Libanati. “[Autodifusion de titanie beta y hafnio beta](#)”. In: *Acta Metallurgica* 16.10 (1968), p. 1297-1305 (cf. p. 28).
- [Rob07] Y. Robert. “Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécaniques associés à ce procédé”. PhD Thesis. 2007 (cf. p. 62, 80).
- [Rom+09] J. Romero, M. Preuss et J. Q. Fonseca. “[Texture memory and variant selection during phase transformation of a zirconium alloy](#)”. In: *Acta Materialia* 57.18 (2009), p. 5501-5511 (cf. p. 18).

- [Sar+12] G. A. Sargent, K. T. Kinsel, A. L. Pilchak, A. A. Salem et S. L. Semiatin. “Variant Selection During Cooling after Beta Annealing of Ti-6Al-4V Ingot Material”. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 43.10 (2012), p. 3570-3585 (cf. p. 18).
- [Sch+01] C. Schuh et D. C. Dunand. “Non-isothermal transformation-mismatch plasticity: modeling and experiments on Ti-6Al-4V”. In: *Acta Materialia* 49.2 (2001), p. 199-210 (cf. p. 81).
- [Sch+50] E. Schmid et W. Boas. “Plasticity of crystals”. In: (1950) (cf. p. 22).
- [Sel+66] C. M. Sellars et W. J. McTegart. “On the mechanism of hot deformation”. In: *Acta Metallurgica* 14.9 (1966), p. 1136-1138 (cf. p. 26, 27).
- [Sem+01] S.L Semiatin et T.R Bieler. “The effect of alpha platelet thickness on plastic flow during hot working of TI-6Al-4V with a transformed microstructure”. In: *Acta Materialia* 49.17 (2001), p. 3565-3573 (cf. p. 20).
- [Sem+06] S. L. Semiatin, M. W. Corbett, P. N. Fagin, G. A. Salishchev et C. S. Lee. “Dynamic-coarsening behavior of an alpha/beta titanium alloy”. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 37.4 (2006), p. 1125-1136 (cf. p. 35).
- [Sem+10] S. Semiatin, P. Fagin, J. Betten, A. Zane, A. Ghosh et G. Sargent. “Plastic Flow and Microstructure Evolution during Low-Temperature Superplasticity of Ultrafine Ti6Al4V Sheet Material”. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 41 (2010), p. 499-512 (cf. p. 30, 35, 36).
- [Sem+99] S.L Semiatin, V Seetharaman et I Weiss. “Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti-6Al-4V with a colony alpha microstructure”. In: *Materials Science and Engineering: A* 263.2 (1999), p. 257-271 (cf. p. 20).
- [Sen+10] I. Sen et U. Ramamurty. “High-Temperature (1023 K to 1273 K [750°C to 1000°C]) Plastic Deformation Behavior of B-Modified Ti-6Al-4V Alloys: Temperature and Strain Rate Effects”. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 41.11 (2010), p. 2959-2969 (cf. p. 28).
- [Ser+00] A. V. Sergueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev et A. K. Mukherjee. “Enhanced superplasticity in a Ti-6Al-4V alloy processed by severe plastic deformation”. In: *Scripta Materialia* 43.9 (2000), p. 819-824 (cf. p. 43).
- [Ses+99] T. Seshacharyulu, S. C. Medeiros, J. T. Morgan, J. C. Malas, W. G. Frazier et Y. V. R. K. Prasad. “Hot deformation mechanisms in ELI Grade Ti-6Al-4V”. In: *Scripta Materialia* 41.3 (1999), p. 283-288 (cf. p. 34, 35, 95).
- [She+88] T. Sheppard et J. Norley. “Deformation characteristics of Ti-6Al-4V”. In: *Materials Science and Technology* 4.10 (1988), p. 903-908 (cf. p. 28).
- [She+99] E. B. Shell et S. L. Semiatin. “Effect of initial microstructure on plastic flow and dynamic globularization during hot working of Ti-6Al-4V”. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 30.12 (1999), p. 3219-3229 (cf. p. 35).
- [Sie+07] J. Sieniawski et M. Motyka. “Superplasticity in titanium alloys”. In: *Citeseer. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 24.1 (2007), p. 123-130 (cf. p. 30).
- [Sie+13] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak et M. Motyka. “Microstructure and Mechanical Properties of High Strength Two-Phase Titanium Alloys”. In: *Titanium Alloys*. Sous la dir. J. Sieniawski et W. Ziaja. Rijeka: IntechOpen, 2013 (cf. p. 81).

- 
- [Sin+12] V. Sinha, R. Srinivasan, S. Tamirisakandala et D. B. Miracle. “[Superplastic behavior of Ti-6Al-4V-0.1B alloy](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 539 (2012), p. 7-12 (cf. p. 28).
- [Son+09] H.W. Song, S.H. Zhang et M. Cheng. “[Dynamic globularization kinetics during hot working of a two phase titanium alloy with a colony alpha microstructure](#)”. In: *Journal of Alloys and Compounds* 480.2 (2009), p. 922-927 (cf. p. 35).
- [Sou+15] P. M. Souza, H. Beladi, R. Singh, B. Rolfe et P. D. Hodgson. “[Constitutive analysis of hot deformation behavior of a Ti6Al4V alloy using physical based model](#)”. In: *Materials Science and Engineering: A* 648 (2015), p. 265-273 (cf. p. 28, 32).
- [Sou+19] P. M. Souza, P. D. Hodgson, B. Rolfe, R. P. Singh et H. Beladi. “[Effect of initial microstructure and beta phase evolution on dynamic recrystallization behaviour of Ti6Al4V alloy - An EBSD based investigation](#)”. In: *Journal of Alloys and Compounds* 793 (2019), p. 467-479 (cf. p. 34).
- [Spi+78] J. R. Spingarn et W. D. Nix. “[Diffusional creep and diffusional accommodated grain rearrangement](#)”. In: *Acta Metallurgica* 26.9 (1978), p. 1389-1398 (cf. p. 25, 27).
- [Sur13] M. Surand. “[Étude du comportement viscoplastique en traction et en fluage de l’alliage TA6V de 20 à 600 degrés Celsius](#)”. Thèse de doct. 2013 (cf. p. 11, 12, 21).
- [Tan+72] T. Tanaka et H. Conrad. “[Deformation kinetics for {10-10}<11-20> slip in titanium single crystals below 0.4T<sub>m</sub>](#)”. In: *Acta Metallurgica* 20.8 (1972), p. 1019-1029 (cf. p. 22).
- [Ten88] E. Tenckhoff. *Deformation mechanisms, Texture and Anisotropy in Zirconium and Zircaloy*. Special technical publication (STP 966). 1988 (cf. p. 14).
- [Ung04] T. Ungár. “[Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening](#)”. In: *Scripta Materialia* 51.8 (2004), p. 777-781 (cf. p. 49, 117).
- [Van+08] M. Vanderhastén, L. Rabet et B. Verlinden. “[Ti-6Al-4V: Deformation map and modelisation of tensile behaviour](#)”. In: *Materials & Design* 29.6 (2008), p. 1090-1098 (cf. p. 9, 29, 35).
- [Vel+16] V. Velay, H. Matsumoto, V. Vidal et A. Chiba. “[Behavior modeling and microstructural evolutions of Ti-6Al-4V alloy under hot forming conditions](#)”. In: *International Journal of Mechanical Sciences* 108-109 (2016), p. 1-13 (cf. p. 35).
- [Wal+12] J. L. Walley, R. Wheeler, M. D. Uchic et M. J. Mills. “[In-Situ Mechanical Testing for Characterizing Strain Localization During Deformation at Elevated Temperatures](#)”. In: *Experimental Mechanics* 52.4 (2012), p. 405-416 (cf. p. 37).
- [Wan+03] Y. N. Wang et J. C. Huang. “[Texture analysis in hexagonal materials](#)”. In: *Materials Chemistry and Physics* 81.1 (2003), p. 11-26 (cf. p. 14).
- [War+19] F. Warchomicka, D. Canelo-Yubero, E. Zehetner, G. Requena, A. Stark et C. Poletti. “[In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction of Ti-6Al-4V During Thermo-mechanical Treatment in the Beta Field](#)”. In: *Metals* 9.8 (2019) (cf. p. 51).
- [Wat+71] B. M. Watts, M. J. Stowell et D. M. Cottingham. “[The variation in flow stress and microstructure during superplastic deformation of the Al-Cu eutectic](#)”. In: *Journal of Materials Science* 6.3 (1971), p. 228-237 (cf. p. 35, 99).

- [Wei+86] I. Weiss, F. H. Froes, D. Eylon et G. E. Welsch. “Modification of alpha morphology in Ti-6Al-4V by thermomechanical processing”. In: *Metallurgical Transactions A* 17.11 (1986), p. 1935-1947 (cf. p. 35).
- [Wel+93] G. Welsch, R. Boyer et E. W. Collings. *Materials properties handbook: titanium alloys*. ASM international, 1993 (cf. p. 82).
- [Woo+15] W. Woo, E.W. Huang, J.W. Yeh, H. Choo, C. Lee et S.Y. Tu. “In-situ neutron diffraction studies on high-temperature deformation behavior in a CoCrFeMnNi high entropy alloy”. In: *Intermetallics* 62 (2015), p. 1-6 (cf. p. 37, 48).
- [Wri+11] S. Wright, M. Nowell et D. Field. “A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction”. In: *Microscopy and Microanalysis* 17.3 (2011), p. 316-329 (cf. p. 55, 56).
- [Wu+11] C. Wu, H. Yang, X. G. FAN et Z. C. SUN. “Dynamic globularization kinetics during hot working of TA15 titanium alloy with colony microstructure”. In: *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 21 (2011), p. 1963-1969 (cf. p. 35).
- [Xu+18] J. Xu, W. Zeng, H. Ma et D. Zhou. “Static globularization mechanism of Ti-17 alloy during heat treatment”. In: *Journal of Alloys and Compounds* 736 (2018), p. 99-107 (cf. p. 95).
- [Yan+02] X. Yang, H. Miura et T. Sakai. “Continuous Dynamic Recrystallization in a Superplastic 7075 Aluminum Alloy”. In: *Materials transactions* 43.10 (2002), p. 2400-2407 (cf. p. 33, 36, 97).
- [Yan+09] K. Yan, K.D. Liss, U. Garbe, J. Daniels, O. Kirstein, H. Li et R. Dippenaar. “From Single Grains to Texture”. eng. In: *Advanced Engineering Materials* 11.10 (2009), p. 771-773 (cf. p. 51, 121).
- [Yan+10] K. Yan, D. G. Carr, M. D. Callaghan, K.D. Liss et H. Li. “Deformation mechanisms of twinning-induced plasticity steels: In situ synchrotron characterization and modeling”. In: *Scripta Materialia* 62.5 (2010), p. 246-249 (cf. p. 121).
- [Yan+91] H. S. Yang, G. Gurewitz et A. K. Mukherjee. “Mechanical Behavior and Microstructural Evolution during Superplastic Deformation of Ti-6Al-4V”. In: *Materials Transactions, JIM* 32.5 (1991), p. 465-472 (cf. p. 29, 31, 35, 36).
- [Yas+20] T. Yasmeen, B. Zhao, J.H. Zheng, F. Tian, J. Lin et J. Jiang. “The study of flow behavior and governing mechanisms of a titanium alloy during superplastic forming”. In: *Materials Science and Engineering: A* 788 (2020), p. 139482 (cf. p. 22, 32, 35).
- [Zae03] S. Zaefferer. “A study of active deformation systems in titanium alloys: dependence on alloy composition and correlation with deformation texture”. In: *Materials Science and Engineering: A* 344.1 (2003), p. 20-30 (cf. p. 20).
- [Zel+02] M. Zelin, B. Gershon et I. Arbel. “Grain Growth During Superplastic Deformation”. In: *Interface Science* 10.1 (2002), p. 37-42 (cf. p. 35).
- [Zha+14] T. Zhang, Y. Liu, D. G. Sanders, B. Liu, W. Zhang et C. Zhou. “Development of fine-grain size titanium 6Al-4V alloy sheet material for low temperature superplastic forming”. In: *Materials Science and Engineering: A* 608 (2014), p. 265-272 (cf. p. 37).

- 
- [Zha+16] A. M. Zhao, H. Yang, X. G. Fan, P. F. Gao, R. Zuo et M. Meng. “The flow behavior and microstructure evolution during (alpha+beta) deformation of beta wrought TA15 titanium alloy”. In: *Materials & Design* 109 (2016), p. 112-122 (cf. p. 35, 95).
- [Zha+17] Z. X. Zhang, S. J. Qu, A. H. Feng, J. Shen et D. L. Chen. “Hot deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy: Effect of initial microstructure”. In: *Journal of Alloys and Compounds* 718 (2017), p. 170-181 (cf. p. 34-36).
- [Zha10] J.S. Zhang. “Superplasticity”. In: *High Temperature Deformation and Fracture of Materials*. Woodhead Publishing, 2010, p. 154-171 (cf. p. 36).
- [Zhe+16] S.V. Zherebtsov, E.A. Kudryavtsev, G.A. Salishchev, B.B. Straumal et S.L. Semiatin. “Microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine Ti6Al4V during low-temperature superplastic deformation”. In: *Acta Materialia* 121 (2016), p. 152-163 (cf. p. 2, 29, 30, 94, 97).
- [Zho+18] G. Zhou, L. Chen, L. Liu, H. Liu, H. Peng et Y. Zhong. “Low-Temperature Superplasticity and Deformation Mechanism of Ti-6Al-4V Alloy”. eng. In: *Materials (Basel, Switzerland)* 11.7 (2018), p. 1212 (cf. p. 18).
- [Zhu+18] Z. W. Zhu, C. Y. Xiong, J. Wang, R. G. Li, Y. Ren, Y. D. Wang et Y. Li. “In situ synchrotron X-ray diffraction investigations of the physical mechanism of ultra-low strain hardening in Ti-30Zr-10Nb alloy”. In: *Acta Materialia* 154 (2018), p. 45-55 (cf. p. 48).

## Résumé

### Étude des mécanismes de plasticité lors de la mise en forme de l'alliage de titane Ti-6Al-4V : influence de la microstructure initiale et des conditions de sollicitations thermomécaniques

L'objectif de ce travail de thèse est de mieux comprendre l'influence de la température, de la vitesse de déformation et de la microstructure initiale sur les mécanismes de déformation mis en jeu, lors de la mise en forme à chaud de tôles d'un alliage de titane Ti-6Al-4V. Pour y parvenir, deux états microstructuraux, présentant des tailles de grains  $\alpha$  différentes (2  $\mu\text{m}$ -FG et 0,4  $\mu\text{m}$ -UFG), ont été sollicités en traction à différentes températures ( $T=650\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $750\text{ }^\circ\text{C}$  et  $920\text{ }^\circ\text{C}$ ) et vitesses de déformation ( $10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ,  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ). Les évolutions microstructurales (fraction de phase, taille et morphologie des phases, sous-structure granulaire, orientation cristallographique des phases) ont été étudiées, à l'issue de différents taux de déformation, par des outils complémentaires de caractérisation (MEB et analyse d'image, EBSD, diffraction des rayons X et synchrotron). De plus, des essais originaux de traction en température, combinés à de la diffraction synchrotron haute énergie (PETRA III-Hambourg), ont permis de suivre in-situ l'évolution de plusieurs grandeurs cristallographiques. Des mécanismes de déformation sont ainsi proposés et discutés en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la microstructure initiale. Pour la microstructure FG déformée en traction à  $750\text{ }^\circ\text{C}$  à une vitesse de déformation de  $10^{-2}\text{ s}^{-1}$ , le mouvement intragranulaire de dislocations dans la phase  $\alpha$  est favorisé. Une diminution de la vitesse de déformation permet une contribution additionnelle du glissement aux joints de grains probablement accommodé par le mouvement de dislocations dans la phase  $\beta$ . Avec l'augmentation de la température, d'importantes modifications de fraction et de répartition spatiale des phases liées à la transformation de phases  $\alpha \rightarrow \beta$  induisent l'activation de mécanismes majoritairement diffusifs en particulier pour une faible vitesse de déformation. Par ailleurs, l'utilisation d'une microstructure initialement ultra-fine et hétérogène présente un atout majeur pour la mise en forme SPF, en raison des modifications microstructurales induites en début d'essai (globularisation) qui conduisent à un nombre important d'interfaces bénéfiques pour la contribution de mécanismes intergranulaires (GBS). Ainsi, la microstructure UFG favorise un comportement de type superplastique à plus basse température et pour des vitesses de déformation plus importantes. L'ensemble des investigations a ainsi permis d'apporter des éléments nouveaux pour la compréhension des mécanismes de déformation contrôlant le comportement à chaud et superplastique.

MOTS-CLÉS : Alliage de titane, Superplasticité, Texture cristallographique, Microstructure, Transformation de phase.

---

## Abstract

### Study of plasticity mechanisms during forming process of the Ti-6Al-4V titanium alloy : influence of the initial microstructure and the thermomechanical stress conditions

The aim of this thesis is to better understand the influence of temperature, strain rate and initial microstructure on the mechanisms involved during hot forming of Ti-6Al-4V titanium alloy sheets. To achieve this, two initial microstructures with different  $\alpha$  grain sizes (2  $\mu\text{m}$ -FG and 0,4  $\mu\text{m}$ -UFG) were tested in tension at different temperatures ( $T=650\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $750\text{ }^\circ\text{C}$  and  $920\text{ }^\circ\text{C}$ ) and strain rates ( $10^{-2}\text{ s}^{-1}$ ,  $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  and  $10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ). The microstructural evolutions (fraction, size, morphology and preferential orientation of phases, subgrains) were studied for different deformation levels by complementary microstructure characterisation techniques (SEM and image analysis, EBSD, X-ray and synchrotron diffraction). In addition, original high-temperature tensile tests combined with high-energy synchrotron diffraction (PETRA III-Hamburg) made it possible to monitor the in-situ evolution of crystallographic parameters. Deformation mechanisms are thus proposed and discussed as a function of the temperature, the strain rate and the initial microstructure. For the FG microstructure a condition of  $750\text{ }^\circ\text{C}$   $10^{-2}\text{ s}^{-1}$  favours the intragranular dislocations motion in  $\alpha$ . A decrease of the strain rate allows an additional contribution from GBS which seems to be accommodated by the dislocations motion in  $\beta$ . With increasing the temperature, significant changes of the phase fraction and distribution related to the  $\alpha \rightarrow \beta$  phase transformation induce the activation of rather diffusive mechanisms, especially at low strain rate. Moreover, the use of an initial ultrafine grained microstructure is a major advantage for SPF forming, due to microstructural modifications induced at the beginning of the deformation (globularization) which lead to a large number of beneficial interfaces for the contribution of intergranular mechanisms (GBS). Thus, the UFG microstructure favours a superplastic behaviour at lower temperatures and higher strain rates. All these investigations have thus provided new understanding elements of the hot and superplastic behaviours.

KEYWORDS: Titanium alloy, Superplasticity, Crystallographic texture, Microstructure, Phase transformation.