



HAL
open science

**Rhéologie globale et structurale des alliages de titane
TA6V et BETACEZ dans les domaines [alpha] + [bêta]
et [bêta]**

Denis Dajno

► **To cite this version:**

Denis Dajno. Rhéologie globale et structurale des alliages de titane TA6V et BETACEZ dans les domaines [alpha] + [bêta] et [bêta]. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole nationale supérieure des mines de Saint-Etienne, 1991. Français. NNT: . tel-01235709

HAL Id: tel-01235709

<https://hal-emse.ccsd.cnrs.fr/tel-01235709>

Submitted on 30 Nov 2015

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.

N° D'ORDRE : 57 MD

THESE

Présentée par

Denis DAJNO

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE
ET DE
L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

(Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux)

**RHEOLOGIE GLOBALE ET STRUCTURALE DES ALLIAGES DE TITANE
TA6V ET BETA6Z
DANS LES DOMAINES $\alpha + \beta$ ET β**

soutenue à SAINT-ETIENNE le 3 juillet 1991

COMPOSITION du JURY :

Monsieur M. SUERY	Président
Messieurs B. CHAMPIN A. SIMON	Rapporteurs
Madame A.M. CHAZE	Examineurs
Messieurs P.-E. MOSSER F. MONTHEILLET	

N° D'ORDRE : 57 MD

THESE

Présentée par

Denis DAJNO

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE
ET DE
L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

(Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux)

**RHEOLOGIE GLOBALE ET STRUCTURALE DES ALLIAGES DE TITANE
TA6V ET BETACEZ
DANS LES DOMAINES $\alpha + \beta$ ET β**

soutenue à SAINT-ETIENNE le 3 juillet 1991



COMPOSITION du JURY :

Monsieur M. SUERY	Président
Messieurs B. CHAMPIN A. SIMON	Rapporteurs
Madame A.M. CHAZE	Examineurs
Messieurs P.-E. MOSSER F. MONTHEILLET	

BOULEVARD

Direction de l'Éducation
N° 1000000000

1968

PERSONNEL

- B. BONNET
- C. BONNET
- D. BONNET
- E. BONNET
- F. BONNET
- G. BONNET
- H. BONNET
- I. BONNET
- J. BONNET
- K. BONNET
- L. BONNET
- M. BONNET
- N. BONNET
- O. BONNET
- P. BONNET
- Q. BONNET
- R. BONNET
- S. BONNET
- T. BONNET
- U. BONNET
- V. BONNET
- W. BONNET
- X. BONNET
- Y. BONNET
- Z. BONNET

PERSONNEL

PERSONNEL

- A. BONNET
- B. BONNET
- C. BONNET
- D. BONNET
- E. BONNET
- F. BONNET
- G. BONNET
- H. BONNET
- I. BONNET
- J. BONNET
- K. BONNET
- L. BONNET
- M. BONNET
- N. BONNET
- O. BONNET
- P. BONNET
- Q. BONNET
- R. BONNET
- S. BONNET
- T. BONNET
- U. BONNET
- V. BONNET
- W. BONNET
- X. BONNET
- Y. BONNET
- Z. BONNET

PERSONNEL

- A. BONNET
- B. BONNET
- C. BONNET
- D. BONNET
- E. BONNET
- F. BONNET
- G. BONNET
- H. BONNET
- I. BONNET
- J. BONNET
- K. BONNET
- L. BONNET
- M. BONNET
- N. BONNET
- O. BONNET
- P. BONNET
- Q. BONNET
- R. BONNET
- S. BONNET
- T. BONNET
- U. BONNET
- V. BONNET
- W. BONNET
- X. BONNET
- Y. BONNET
- Z. BONNET

PERSONNEL

- A. BONNET
- B. BONNET
- C. BONNET
- D. BONNET
- E. BONNET
- F. BONNET
- G. BONNET
- H. BONNET
- I. BONNET
- J. BONNET
- K. BONNET
- L. BONNET
- M. BONNET
- N. BONNET
- O. BONNET
- P. BONNET
- Q. BONNET
- R. BONNET
- S. BONNET
- T. BONNET
- U. BONNET
- V. BONNET
- W. BONNET
- X. BONNET
- Y. BONNET
- Z. BONNET

PERSONNEL

- A. BONNET
- B. BONNET
- C. BONNET
- D. BONNET
- E. BONNET
- F. BONNET
- G. BONNET
- H. BONNET
- I. BONNET
- J. BONNET
- K. BONNET
- L. BONNET
- M. BONNET
- N. BONNET
- O. BONNET
- P. BONNET
- Q. BONNET
- R. BONNET
- S. BONNET
- T. BONNET
- U. BONNET
- V. BONNET
- W. BONNET
- X. BONNET
- Y. BONNET
- Z. BONNET

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT ETIENNE

Directeur : M. Philippe SAINT RAYMOND
Directeur délégué à la recherche : M. Michel DARRIEULAT
Directeur des études et de la formation : M. Jean-Pierre LOWYS
Secrétaire général : M. Jean.Claude PIATEK

PROFESSEURS DE 1ère CATEGORIE

MM.	BISCONDI	Michel	Matériaux
	COINDE	Alexandre	Economie
	DAVOINE	Philippe	Hydrogéologie
	FORMERY	Philippe	Mathématiques Appliquées
	GOUX	Claude	Matériaux
	LE COZE	Jean	Matériaux
	LOWYS	Jean-Pierre	Physique
	MATHON	Albert	Gestion
	PEROCHE	Bernard	Informatique
	PLA	Jean-Marie	Mathématiques
	RIEU	Jean	Matériaux
	SOUSTELLE	Michel	Génie des procédés
	VAUTRIN	Alain	Mécanique et Matériaux
	VERCHERY	Georges	Mécanique et Matériaux

PROFESSEUR DE 2ème CATEGORIE

M.	TOUCHARD	Bernard	Physique Industrielle
----	----------	---------	-----------------------

DIRECTEURS DE RECHERCHE

MM.	LESBATS	Pierre	Matériaux
	THEVENOT	François	Génie des Matériaux

MAITRES DE RECHERCHE

MM.	COURNIL	Michel	Chimie
	DRIVER	Julian	Matériaux
	GIRARDOT	Jean-Jacques	Informatique
	GUILHOT	Bernard	Génie des procédés
	GUY	Bernard	Géologie
	KOBYLANSKI	André	Matériaux
	LALAUZE	René	Génie des procédés
	LANCELOT	Francis	Génie Industriel-Biotechnologie
	MONTHEILLET	Frank	Matériaux
	THOMAS	Gérard	Génie des procédés
	TRAN MINH	Cahn	Génie Industriel-Biotechnologie

PERSONNALITES HABILITEES OU DOCTEURS D'ETAT

MM.	AIVAZZADEH	Sahram	Mécanique et Matériaux
	BIGOT	Jean-Pierre	Génie Industriel-Biotechnologie
	BRODHAG	Christian	Matériaux
	DECHOMETS	Roland	Stratégie du Développement
Mme.	GOEURIOT	Dominique	Matériaux
MM.	LONDICHE	Henry	Génie Industriel-Biotechnologie
	PIJOLAT	Christophe	Génie des procédés
Mme.	PIJOLAT	Michèle	Génie des procédés

PERSONNALITES EXTERIEURES A L'ECOLE AUTORISEES A ENCADRER DES THESES

M.	BENHASSAINE	Ali	Génie des procédés (Ecole des mines Ales))
	BOURGOIS	Jacques	Génie Industriel-Biotechnologie (Univ St Etienne)
	GRAILLOT	Didier	Ingénieur RHEA
	MAGNIN	Thierry	Matériaux (Univ Lille)
	VERGNAUD	Jean-Marie	Génie des procédés (Univ St Etienne)

A mes parents

A ma grand-mère

A Michèle

10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100

101
102
103
104
105
106
107
108
109
110
111
112
113
114
115
116
117
118
119
120
121
122
123
124
125
126
127
128
129
130
131
132
133
134
135
136
137
138
139
140
141
142
143
144
145
146
147
148
149
150
151
152
153
154
155
156
157
158
159
160
161
162
163
164
165
166
167
168
169
170
171
172
173
174
175
176
177
178
179
180
181
182
183
184
185
186
187
188
189
190
191
192
193
194
195
196
197
198
199
200

201
202
203
204
205
206
207
208
209
210
211
212
213
214
215
216
217
218
219
220
221
222
223
224
225
226
227
228
229
230
231
232
233
234
235
236
237
238
239
240
241
242
243
244
245
246
247
248
249
250
251
252
253
254
255
256
257
258
259
260
261
262
263
264
265
266
267
268
269
270
271
272
273
274
275
276
277
278
279
280
281
282
283
284
285
286
287
288
289
290
291
292
293
294
295
296
297
298
299
300

301
302
303
304
305
306
307
308
309
310
311
312
313
314
315
316
317
318
319
320
321
322
323
324
325
326
327
328
329
330
331
332
333
334
335
336
337
338
339
340
341
342
343
344
345
346
347
348
349
350
351
352
353
354
355
356
357
358
359
360
361
362
363
364
365
366
367
368
369
370
371
372
373
374
375
376
377
378
379
380
381
382
383
384
385
386
387
388
389
390
391
392
393
394
395
396
397
398
399
400

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé dans le Département Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne sous la direction de Monsieur F. MONTHEILLET, Directeur de Recherche au C.N.R.S., que je tiens à remercier très sincèrement pour les conseils et les encouragements qu'il m'a apportés tout au long de ce travail.

Je remercie Monsieur M. SUERY d'avoir accepté de présider le jury.

Je remercie également Messieurs A. SIMON et B. CHAMPIN d'avoir accepté la charge de rapporteurs de ce travail et d'avoir bien voulu faire partie du jury.

Je ne saurais oublier Madame A.M. CHAZE et Monsieur P.E. MOSSER qui m'ont fait profiter, par d'enrichissantes discussions et de judicieux conseils, de leur expérience sur la déformation à chaud des alliages de titane. Ils ont de plus accepté de participer à mon jury, qu'ils en soient remerciés.

Je ne saurais oublier enfin les personnes du Département qui ont bien voulu s'intéresser à ce travail et me faire profiter de leur expérience, notamment Messieurs B. BAYLE et P. RIEUX.

SOMMAIRE

SOMMAIRE

	Page
I. INTRODUCTION	1
II. LES ALLIAGES DE TITANE : LE TA6V ET LE BETACEZ	5
II.1. Généralités sur les alliages de titane	7
II.1.1. Classification des alliages de titane - Influence des éléments d'alliage	7
II.1.2. Caractérisation des phases présentes dans les alliages de titane	9
II.1.2.1. La phase α	9
II.1.2.2. La phase α'	11
II.1.2.3. La phase β	13
II.1.2.4. La phase ω	13
II.1.2.5. Les phases intermétalliques	13
II.1.2.6. Evolutions des microstructures lors des traitements thermiques	15
II.2. Présentation des alliages étudiés	19
II.2.1. L'alliage TA6V	19
II.2.2. L'alliage BETACEZ	21
II.2.3. Caractéristiques mécaniques et domaine d'emploi des alliages TA6V et BETACEZ	23

1711

1712

1713

1714

1715

1716

1717

1718

1719

1720

1721

1722

1723

III. ETUDE EXPÉRIMENTALE DU COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE	27
III.1. Synthèse bibliographique	29
III.1.1. Résultats rhéologiques concernant les alliages de type $\alpha + \beta$	31
III.1.2. Résultats rhéologiques concernant les alliages de type β	41
III.2. Méthode expérimentale	51
III.2.1. Description du dispositif de compression à chaud	51
III.2.2. Les essais réalisés	53
III.2.3. Détermination des courbes contrainte-déformation	59
III.3. Etude des courbes contrainte-déformation	69
III.4. Etude du coefficient de sensibilité à la vitesse	77
III.5. Etude de la sensibilité à la température	85
III.6. Discussion et conclusion	91
IV. APPROCHE THERMODYNAMIQUE DU COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE	99
IV.1. Présentation de la méthode de "Modélisation Dynamique des Matériaux"	101
IV.2. Expression analytique du coefficient d'efficacité	111
IV.3. Résultats	121
IV.4. Discussion et conclusion	131

V. ETUDE MICROSTRUCTURALE DES ÉTATS DÉFORMÉS	137
V.1. Synthèse bibliographique	139
V.1.1. Phénomènes intervenant au cours de la déformation	139
(i) - Restauration dynamique	139
(ii) - Recristallisation dynamique	141
(iii) - Recristallisation continue	141
(iv) - Recristallisation dynamique géométrique	143
V.1.2. Phénomènes intervenant après une déformation à chaud	143
V.1.3. Résultats bibliographiques concernant les alliages de titane	145
(i) - Mécanismes de déformation de la phase α	147
(ii) - Mécanismes de déformation de la phase β	147
V.2. Etude qualitative des états déformés	151
V.2.1. Méthode expérimentale	151
V.2.2. Résultats obtenus sur les alliages TA6V et BETACEZ	151
V.2.2.1. L'alliage TA6V	153
V.2.2.2. L'alliage BETACEZ	153
V.3. Etude quantitative des états déformés sur l'alliage TA6V : évolution de la texture morphologique	159
V.3.1. Méthode d'étude	159
V.3.2. Résultats	161
V.4. Interprétation théorique des résultats	165
V.5. Discussion et conclusion	171

VI. CONCLUSION GÉNÉRALE	179
ANNEXE I. DESCRIPTION DU DISPOSITIF DE COMPRESSION A CHAUD ET DÉROULEMENT DES ESSAIS	187
I. Description du dispositif	187
II. Déroulement des essais - Informatisation	191
ANNEXE II. DÉTERMINATION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT PAR LA MÉTHODE DE L'ANNEAU	195
I. Présentation de la méthode	195
II. Résultats	197
ANNEXE III. EVOLUTION DE LA FORME D'UNE PARTICULE ELLIPSOÏDALE DE RÉVOLUTION DANS UNE MATRICE VISCOPLASTIQUE LINÉAIRE	201
I. Description de la méthode de calcul utilisée	201
II. Résultats	211
BIBLIOGRAPHIE	217



CHAPITRE I

INTRODUCTION

I. INTRODUCTION

Le titane et ses alliages jouent un rôle majeur partout dans le monde et en particulier en France dans le domaine aéronautique (60% de la consommation nationale). Cependant, les recherches fondamentales sur ce type de matériau s'étaient quelque peu ralenties au cours des dernières années. Aussi sous l'impulsion des principaux partenaires industriels utilisateurs de ces alliages (CEZUS, SNECMA, AEROSPATIALE, C3F, TURBOMECA) et de la DRET, un Groupement Scientifique a été créé par le C.N.R.S. Son objectif était de relancer et de coordonner des recherches fondamentales sur les traitements thermomécaniques des alliages de titane, menées par plusieurs unités de recherche du secteur public en collaboration avec les laboratoires des entreprises industrielles précédemment citées.

Le présent travail concerne plus particulièrement l'étude expérimentale et la modélisation du comportement rhéologique des alliages de titane. Dans un premier temps il a été nécessaire de mettre au point l'ensemble d'une méthodologie, depuis la conception et la réalisation d'un dispositif de compression à chaud jusqu'aux logiciels d'acquisition et de traitement des paramètres rhéologiques. L'étude expérimentale a d'abord été menée sur un alliage modèle, le TA6V*, sur lequel une très abondante bibliographie était disponible. Dans un second temps, les investigations ont porté sur un nouvel alliage développé par CEZUS, le BETACEZ*, dans le but d'analyser et d'optimiser les traitements thermomécaniques de première mise en forme de cet alliage.

Le **chapitre II** contient un certain nombre de rappels nécessaires sur les alliages de titane ainsi qu'une présentation détaillée des deux alliages étudiés.

(*) : Dans tout ce travail les alliages étudiés seront désignés :

- le premier par sa norme AFNOR, soit TA6V (alliage contenant 6% d'aluminium et 4% de vanadium) ;
- le second par sa désignation commerciale, soit BETACEZ (alliage de composition nominale 5%Al, 2%Sn, 4%Zr, 4%Mo, 1%Fe, 2%Cr, 82%Ti).

Le **chapitre III** est consacré à l'étude expérimentale du comportement rhéologique des deux alliages. Les principaux points développés sont les suivants :

- description de la méthodologie utilisée pour les essais et leur dépouillement ;
- présentation des courbes contrainte-déformation ;
- étude des variations du coefficient de sensibilité à la vitesse avec la température, la déformation et la vitesse de déformation ;
- étude de la sensibilité à la température.

Dans le **chapitre IV**, une caractérisation du comportement rhéologique est proposée à partir d'une approche faisant appel à la thermodynamique des processus irréversibles (GEGEL, 1986). Une critique de la méthode et de sa formulation mathématique est effectuée. Les résultats d'un calcul modifié sont ensuite appliqués aux données obtenues sur les alliages TA6V et BETACEZ et discutés.

Enfin, dans le **chapitre V**, une étude microstructurale des états déformés est présentée. Les observations qualitatives permettent de mettre en évidence les mécanismes de déformation des alliages. L'analyse quantitative des facteurs de forme des domaines α dans le cas de l'alliage TA6V, conduit à modéliser l'évolution de la texture morphologique d'un alliage biphasé au cours de la déformation.

Enfin il est important de noter que chaque chapitre comporte une première partie constituant une étude bibliographique. Cette présentation est motivée par le fait que chacun des chapitre se réfère à une discipline différente ; elle a donc pour objectif une meilleure clarté dans la présentation des résultats.

CHAPITRE II

LES ALLIAGES DE TITANE : LE TA6V ET LE BETACEZ

Eléments	Sol. solide d'insertion	Sol. solide de substitution
Alphagènes	O, N, B, C	Al
Bêtagènes isomorphes		Mo, V, Nb, Ta
Bêtagènes eutectoïdes	H	Mn, Fe, Cr, Co, W Ni, Cu, Au, Ag, S
Neutres		Sn, Zr

Tableau II.1. Classification des éléments d'alliage.

Inversement l'addition d'éléments stabilisant la phase β (V par ex.) diminue la température du point de transition $\alpha+\beta/\beta$. Les alliages qui contiennent une forte proportion de phase β sont intéressants industriellement car ils présentent une plus grande facilité de mise en œuvre. Ils sont par contre moins stables du fait des transformations structurales qui interviennent sur les pièces en fonctionnement (apparition de phases fragilisantes, par exemple la phase ω).

Dans l'intervalle, les alliages biphasés $\alpha+\beta$, présentent une bonne stabilité structurale ainsi qu'une aptitude moyenne aux traitements thermiques (obtention de caractéristiques mécaniques élevées).

II.1.2. Caractérisation des phases présentes dans les alliages de titane

Il faut tout d'abord noter que la plupart des alliages de titane contenant de nombreux éléments d'addition, il est très difficile de trouver des diagrammes de phases dans la bibliographie. On peut cependant citer les travaux de RAUSCH, CROSSLEY et KESSLER (1956), qui ont étudié une partie du diagramme de phases Ti-Al-V dans l'intervalle de températures 600-1200°C, ou encore FARRAR et MARGOLIN (1961).

En plus des phases α et β précédemment citées, d'autres constituants tels que α' , ω ou des intermétalliques de type Ti_3Al par exemple peuvent apparaître lors des traitements thermomécaniques.

II.1.2.1. La phase α

Elle possède une structure hexagonale compacte dont les paramètres, calculés à l'aide d'expériences de diffractométrie sont pour le TA6V, d'après HADJ SASSI, QUIVY et LEHR (1973):

$$a = 2,918 \pm 0,003 \text{ \AA}$$

$$\text{d'où } c/a = 1,600_7$$

$$c = 4,671 \pm 0,005 \text{ \AA}$$

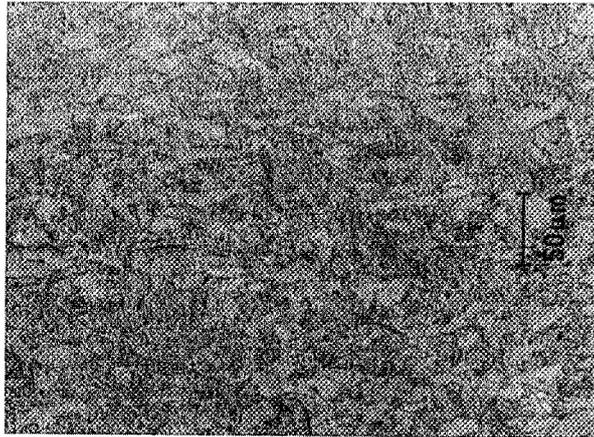


Figure II.1. Structure en vannerie ou de WIDMANSTÄTTEN obtenue après refroidissement lent d'un échantillon d'alliage TA6V depuis le domaine $\alpha + \beta$.

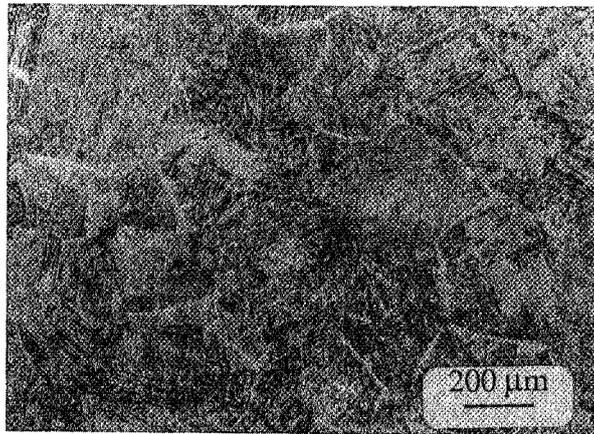


Figure II.2. Structure martensitique α' obtenue après trempe d'un échantillon d'alliage TA6V depuis le domaine β .

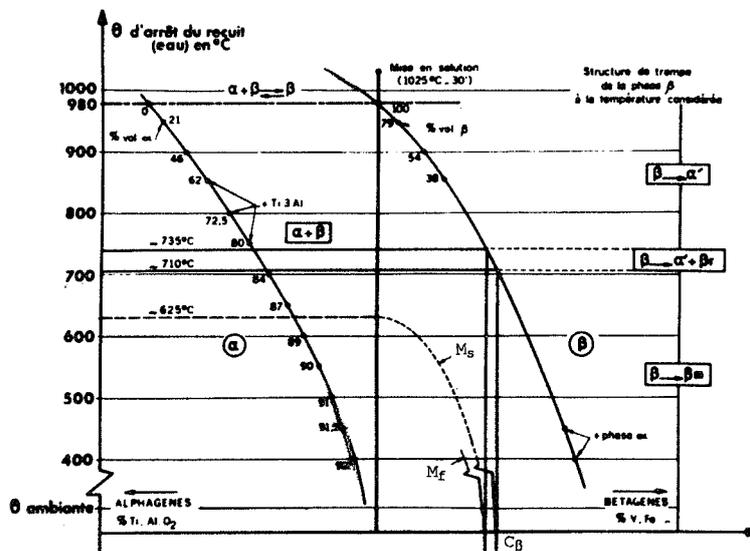


Figure II.3. Diagramme pseudo-binaire schématique dans le cas de l'alliage TA6V (CASTRO et SERAPHIN, 1966).

Ces valeurs restent proches de celles obtenues dans le cas du titane pur (cf. II.1.1.).

Certains auteurs (BARTLO, 1968) distinguent cependant :

- la phase α primaire qui ne subit pas de transformation lorsque le matériau est traité thermiquement dans le domaine biphasé ;
- la phase α dite aciculaire (en fait lamellaire) formée au cours du refroidissement lent par nucléation et croissance le long d'un ensemble de plans cristallographiques préférentiels de la matrice β . Cette phase est également désignée sous le nom de structure en vannerie ou de WIDMANSTÄTTEN (Fig. II.1.). CASTRO et SERAPHIN (1966) distinguent également les phases α_1 et α_2 selon leur texture morphologique.

II.1.2.2. La phase α'

C'est une phase aiguillée (BARTLO, 1968) (Fig. II.2.) obtenue par transformation martensitique de la phase β ; elle existe en fait sous deux formes cristallographiques (WILLIAMS, 1972) :

- une phase α' de structure hexagonale compacte ;
- une phase α'' de structure orthorhombique.

L'orientation des aiguilles de martensite α' par rapport à la matrice est donnée par les relations classiques de BURGERS:

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

Il faut noter également que cette phase martensitique ne peut apparaître que lorsque la concentration en éléments bêtagènes est inférieure à une concentration critique C_{β} , de sorte que lors d'un refroidissement rapide la température M_s de début de transformation martensitique puisse être atteinte (Fig. II.3.).

II.1.2.3. La phase β

Elle possède la structure cubique centrée du titane β , forme allotropique de haute température. Elle ne peut pas être présente à température ambiante lorsque la concentration en éléments d'alliage bêtagènes est supérieure à C_β (Fig. II.3.).

Quoi qu'il en soit cette phase est métastable et se transforme en phase α lors de recuits à basse température (RHODES et WILLIAMS, 1975). Ces auteurs distinguent la phase 1α qui obéit aux relations d'orientation de BURGERS et se forme lors de recuits à des températures comprises entre 400°C et 650°C et la phase 2α qui n'obéit pas à ces relations d'orientation cristallographiques et se forme à partir de la phase 1α lors de recuits assez longs.

II.1.2.4. La phase ω

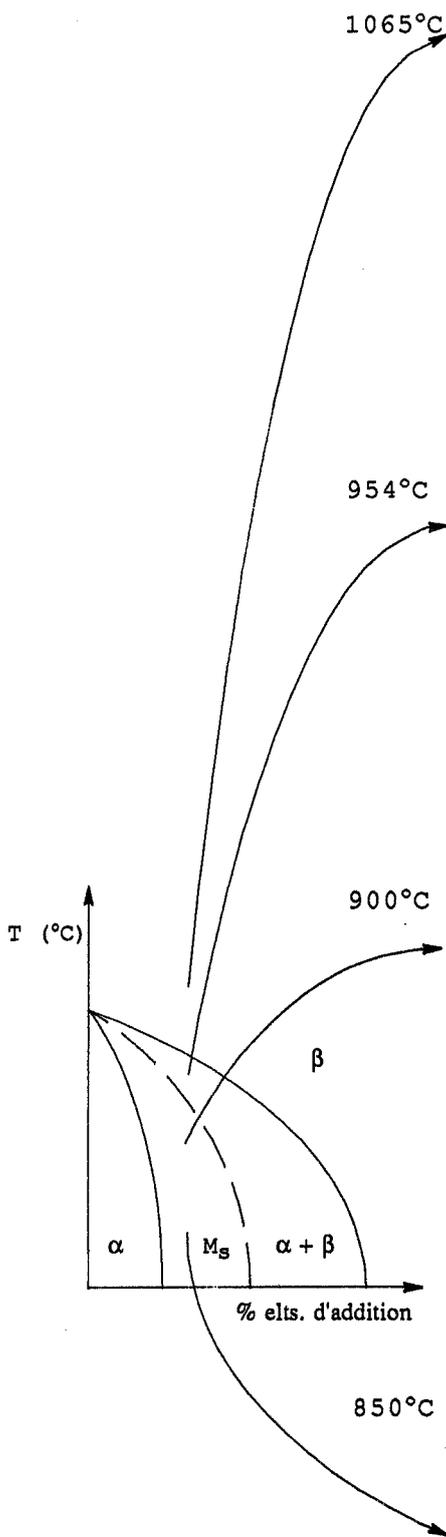
C'est une phase également métastable qui apparaît sous forme de fins précipités lors de vieillissements entre 400°C et 500°C d'alliages contenant de la phase β métastable. La cinétique de la transformation $\beta \rightarrow \omega$ est très rapide (WILLIAMS, 1972). Elle a un effet fragilisant sur le matériau et on est parfois amené à la remettre en solution par un traitement thermique approprié (SERAPHIN, 1971).

II.1.2.5. Les phases intermétalliques

Peu d'études ont été effectuées sur ce sujet. Cependant on observe dans certains alliages l'apparition de phases de type Ti_3Al ou Ti_3Sn lors de maintiens à chaud prolongés dans le domaine de températures intermédiaires (450-700°C) (SERAPHIN, 1971).

Une meilleure connaissance des cinétiques de décomposition de la phase β métastable en composés intermétalliques permettrait d'améliorer le durcissement des alliages par précipitation.

TREMPE A L'EAU

REFROIDISSEMENT
A L'AIRREFROIDISSEMENT
FOUR COUPE

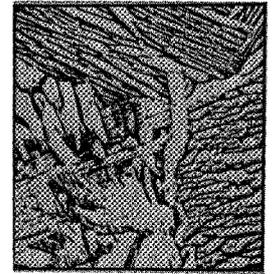
A α' + β et anciens joints
de grains β

1108/ 954/7,7/19,2
1170/1057/8,5/19,2



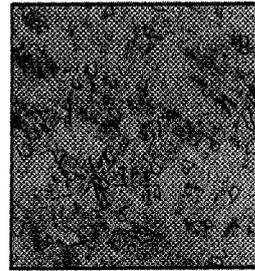
E α aciculaire + β et
anciens

joints de grains β
1060/944/7,0/10,3
1060/940/9,8/16,0



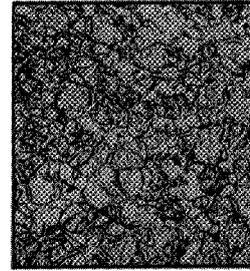
I α aiguillée + β et
anciens

joints de grains β
1041/938/10,5/15,6
1011/938/ 9,5/15,4



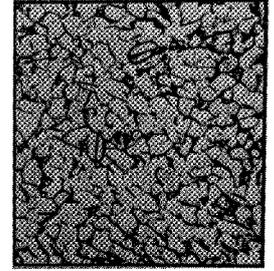
B α primaire et α' + β

1119/ 954/17,0/60,2
1183/1069/16,5/56,4



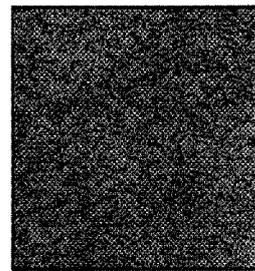
F α primaire et
 α aciculaire + β

955/846/17,8/54,7
1020/898/16,1/45,7



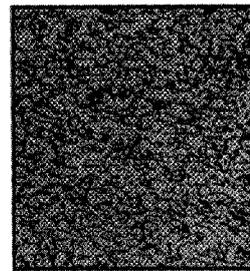
J α équiaxe et

β intergranulaire
940/836/18,8/46,0
967/883/18,2/49,1



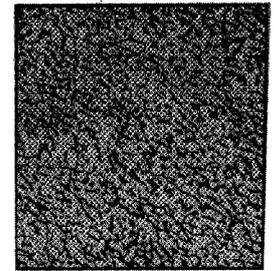
C α primaire et α' + β

1117/ 924/15,2/53,9
1117/1014/15,3/47,5



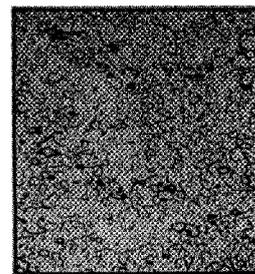
G α primaire et
 α aciculaire + β

1002/869/17,5/54,7
1029/938/17,3/50,2



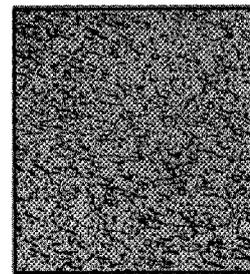
K α équiaxe et β

intergranulaire
763/855/16,5/43,3
963/876/16,8/48,3



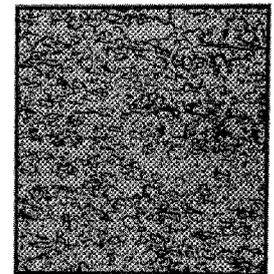
D α primaire et β
métastable

1009/772/20,0/54,7
1178/977/16,5/48,8



H α primaire et β

1020/878/17,8/47,7
1036/831/16,8/46,9



L α équiaxe et
 β intergranulaire

997/924/17,3/48,9
1060/954/17,0/49,6

σ_R (MPa), $\sigma_{0,2}$ (MPa), Allongement (%), Striction (%)
- après recuit d'une heure aux différentes temp.
- après un second recuit de 4 h. à 540°C suivi
d'un refroidissement à l'air.

Figure II.4. Microstructures obtenues après différents recuits d'une heure suivis de refroidissements à différentes vitesses (DATA SHEET, 1975)

II.1.2.6. Evolutions des microstructures lors des traitements thermiques

La figure II.4. résume parfaitement toutes les microstructures que l'on peut obtenir après différents traitements thermiques suivis de refroidissements plus ou moins rapides dans le cas d'un alliage biphasé, en l'occurrence le TA6V (DATA SHEET, 1975).

En règle générale, lorsque le traitement thermique a été effectué à une température inférieure à la température de transition $\alpha+\beta/\beta$, on observe la phase α primaire présente avant le traitement thermique et qui ne s'est pas transformée.

Lors d'une trempe à l'eau, et pour un traitement thermique effectué à une température supérieure à M_f (température de fin de transformation martensitique), tout ou partie de la phase β alors présente s'est transformée en phase α' par transformation martensitique.

Dans le cas d'un refroidissement à l'air, à des vitesses de l'ordre de 15 à 100°Cx min^{-1} , la phase β se transforme pour donner une structure aciculaire, l'épaisseur des plaquettes qui ont une composition chimique proche de celle de la phase α , est très faible (de l'ordre de quelques microns).

Enfin lors d'un refroidissement en four coupé (quelques °Cx min^{-1}) depuis une température supérieure à la température de transition $\alpha+\beta/\beta$, la phase β va se transformer en phase α par un mécanisme de germination et croissance et donner une structure en vannerie permettant de discerner les anciens joints de grains β . Pour des températures inférieures, les grains β présents lors du traitement thermique sont de dimensions plus faibles et la phase α ainsi formée à l'intérieur de ces grains est plus équiaxe et entourée d'un liseré de phase β intergranulaire.

Les principales caractéristiques mécaniques après le traitement thermique ainsi qu'après un recuit de quatre heures à 540°C suivi d'un refroidissement à l'air sont également mentionnées. L'augmentation des valeurs de la limite d'élasticité et de la contrainte d'écoulement après ce traitement de vieillissement est due à la présence de phases métastables

(α' , β métastable, etc...). Elle est donc plus importante dans le cas de structures obtenues après trempe à l'eau. On note également que la ductilité est plus faible lorsque le traitement thermique est effectué dans le domaine monophasé.

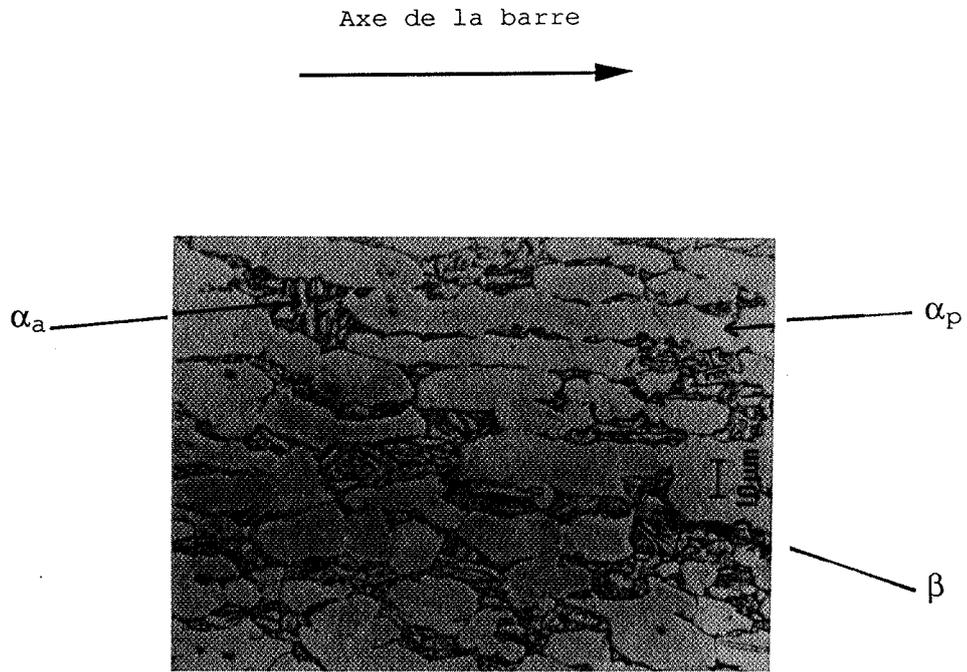


Figure II.5. Microstructure initiale de l'alliage TA6V.

II.2. Présentation des alliages étudiés

II.2.1. L'alliage TA6V

Cet alliage de type $\alpha+\beta$, fourni par la société CEZUS, se présente sous la forme de barres de diamètre 50 mm et est issu de la coulée n° 285010 dont la composition chimique est donnée ci-dessous :

Eléments	Al	V	Fe	C	N ₂	O ₂ ppm	H ₂ ppm	Ti
%	6,12	4,06	0,158	0,01	0,008	1894	23	complément

La température de transus $\alpha+\beta/\beta$ mesurée est de : 988°C par résistivité et 984°C par dilatométrie (COME, 1988).

La dernière opération de forgeage ayant été effectuée dans le domaine biphasé à 930°C la microstructure ainsi obtenue est de type bimodal $\alpha_p + (\alpha_a + \beta)$: on note la présence de grains de phase α primaire (α_p) (dont la taille est de l'ordre de 15 à 20 μm) allongés dans le sens de la barre (Fig. II.5.). Entre ces grains, la phase β présente à 930°C s'est transformée au cours du refroidissement qui a suivi le forgeage. On obtient ainsi, par germination et croissance, de la phase α aciculaire (α_a), les plaquettes ayant une épaisseur de l'ordre de 2 μm , ainsi que de la phase β résiduelle. La proportion de phase β mesurée par diffractométrie est de $12 \pm 1\%$.

Les principales caractéristiques physiques de cet alliage sont les suivantes (DONACHIE, 1974) :

- Module d'élasticité : $E = 1,13 \times 10^5$ MPa
- Module de cisaillement : $\mu = 4,3 \times 10^4$ MPa
- Chaleur spécifique : $C_p = 564$ J/kg \times °C
- Conductivité thermique : 6,68 J/m \times s \times °C (à 55°C)
11,7 J/m \times s \times °C (à 427°C)

De plus cet alliage est amagnétique, sa température de solidus est de 1650°C et sa densité de 4,43.

Axe de la barre

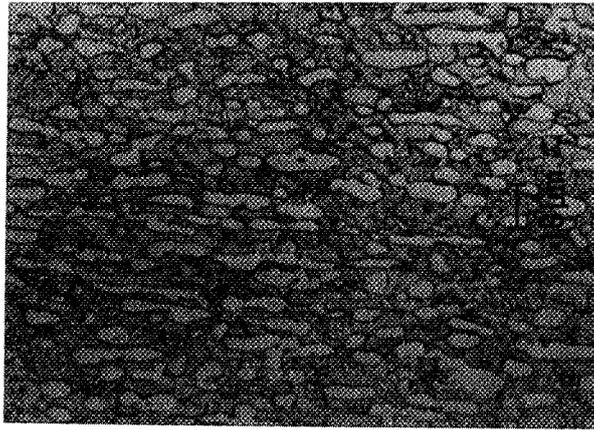


Figure II.6. Microstructure initiale de l'alliage BETACEZ.

II.2.2. L'alliage BETACEZ

Ce nouvel alliage de type bêta métastable, également fourni par la société CEZUS, se présente à l'état de demi-produit sous la forme d'octogones de "diamètre" 55 mm issus de la coulée n° 200487.

La composition massique nominale de cet alliage est la suivante :

Eléments	Al	Sn	Zr	Mo	Cr	Fe	Ti
%	5	2	4	4	2	1	complément

La microstructure ainsi obtenue est de type α nodulaire (Fig. II.6.). Les grains de phase α , dont la taille est de l'ordre de 5 μm , sont allongés dans le sens de la barre. Ils sont entourés de grains de phase β qui a pu être retenue sous sa forme haute température, par opposition à l'alliage TA6V, grâce à l'abaissement de la température de début de transformation martensitique en-dessous de la température ambiante. Ceci résulte de l'addition d'éléments d'alliage bêtagènes.

La température de transus $\alpha+\beta/\beta$ est de 890°C.

Cet alliage ayant été développé au cours de ces cinq dernières années on ne dispose pas comme pour l'alliage TA6V de caractéristiques complètes. Il est cependant possible d'avoir une idée de leur valeur en prenant celles d'un autre alliage dont la composition est voisine, par exemple le Ti 17.

- Module d'élasticité : $E = 1,1 \times 10^5$ MPa
- Chaleur spécifique : $C_p = 502$ J/kg°C
- Conductivité thermique : 11,25 W/mxK (à 20°C)

II.2.3. Caractéristiques mécaniques et domaine d'emploi des alliages TA6V et BETACEZ

Les caractéristiques typiques de traction à 20°C des alliages TA6V et BETACEZ sont résumées ci-dessous (DATA SHEET, 1975 ; PRANDI et al., 1988).

	TA6V	BETACEZ
Contrainte à la rupture (MPa)	1020	1250
Limite d'élasticité (MPa)	898	1150
Allongement (%)	16	7
Ductilité (%)	45	20

Les caractéristiques mécaniques données ci-dessus le sont seulement à titre indicatif dans un souci de comparaison des deux alliages car elles varient en fonction de divers paramètres tels que la microstructure, le traitement thermique, etc... D'une manière générale les alliages de type β métastables possèdent des résistances mécaniques plus élevées que les alliages de type $\alpha + \beta$, mais leur tenue à chaud est plus faible. Leurs températures maximales d'utilisation sont respectivement de 400 à 450°C (pour l'alliage BETACEZ) et 250°C (pour l'alliage TA6V). Leur comportement à chaud dépend également du durcissement en solution solide.

Il a été choisi de développer un alliage bêta métastable tel que le BETACEZ car la trempabilité d'un tel alliage est bonne. De plus, lorsque cet alliage est forgé dans le domaine β , on obtient un bon compromis entre la limite d'élasticité, la tenue au fluage et la ténacité au détriment de l'initiation de fissures en fatigue et de la ductilité.

CHAPITRE III

ETUDE EXPERIMENTALE DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE

III. ETUDE EXPERIMENTALE DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE

Dans cette première partie du travail, l'étude du comportement rhéologique des deux alliages a été abordée de manière classique. En effet il est utile pour le forgeron, par exemple, de connaître les paramètres rhéologiques tels que le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, la sensibilité de la contrainte à la température ou l'énergie d'activation apparente.

Dans un premier temps on présentera les résultats bibliographiques concernant le comportement à chaud de deux grandes classes d'alliage : les alliages $\alpha+\beta$ et les alliages β métastables, qui nous intéressent plus particulièrement ici.

Ensuite la méthodologie expérimentale utilisée sera détaillée, de la description du montage utilisé jusqu'aux calculs permettant le dépouillement des courbes force-contraction relative pour obtenir des courbes contrainte-déformation.

Enfin, on effectuera une étude détaillée des paramètres rhéologiques cités ci-dessus ainsi que de leurs évolutions en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la déformation.

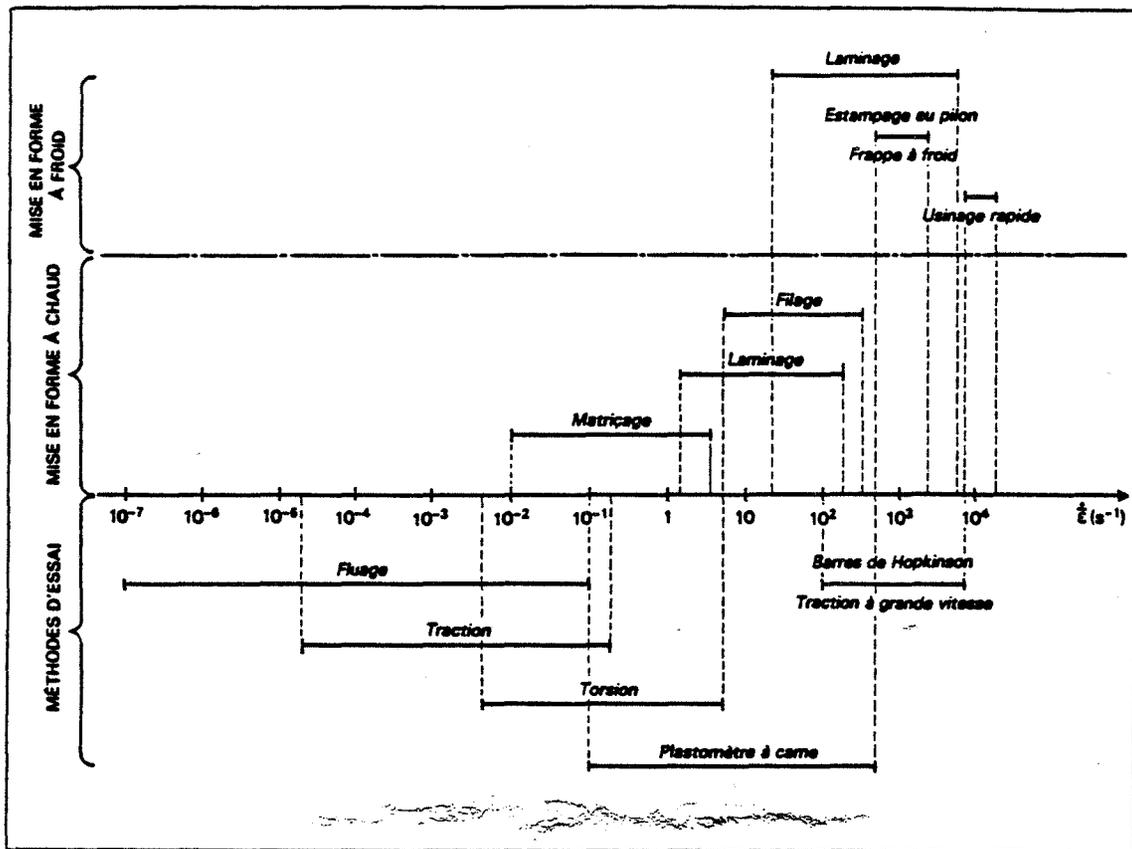


Figure III.1. Gammes de vitesses de déformation équivalentes imposées en mise en forme et gammes accessibles par les méthodes d'essai habituelles (MONTHEILLET, 1981).

III.1. Synthèse bibliographique

Afin de pouvoir optimiser les traitements thermomécaniques* des alliages de titane d'un point de vue industriel, il est nécessaire de reproduire à l'échelle du laboratoire les conditions dans lesquelles ces matériaux sont mis en forme. Pour cela on dispose de trois principaux types d'essais mécaniques : traction, compression et torsion (Mc QUEEN et JONAS, 1971).

Ces essais sont assez faciles à mettre en œuvre et permettent d'étudier l'influence d'un seul paramètre à la fois, qu'il s'agisse de la température (T), de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$), de la déformation ($\bar{\epsilon}$) ou de la microstructure initiale. On peut ainsi modéliser le comportement rhéologique du matériau en utilisant des relations semi-empiriques qui relient par exemple la contrainte d'écoulement aux paramètres physiques précédemment cités (SELLARS et TEGART, 1972).

Parmi celles qui sont le plus souvent utilisées on peut noter la relation suivante (SELLARS et TEGART, 1966):

$$\dot{\epsilon} = A \left[\sinh (\alpha \sigma) \right]^p \exp (-Q/kT)$$

où les paramètres A, α , p et Q sont généralement déterminés par ajustement numérique.

Mais ces relations ne sont pas toujours directement utilisables car il faut extrapoler les résultats expérimentaux aux conditions réelles de mise en forme qui diffèrent parfois de plusieurs ordres de grandeurs en ce qui concerne notamment les vitesses de déformation (Fig. III.1.). Le comportement mécanique des alliages de titane dépendant de plus très fortement de la vitesse de déformation, il est indispensable de maintenir ce paramètre constant lors de l'essai, dans la mesure du possible (LUTON, IMMARIGEON et JONAS, 1974 ; DADRAS et THOMAS, 1981). Quoi qu'il en soit, il est nécessaire la plupart du temps d'effectuer des corrections sur les

(*) : On définira comme traitement thermomécanique un traitement comportant une déformation plastique avant, ou pendant, une transformation allotropique (CHAMPIN, 1981).

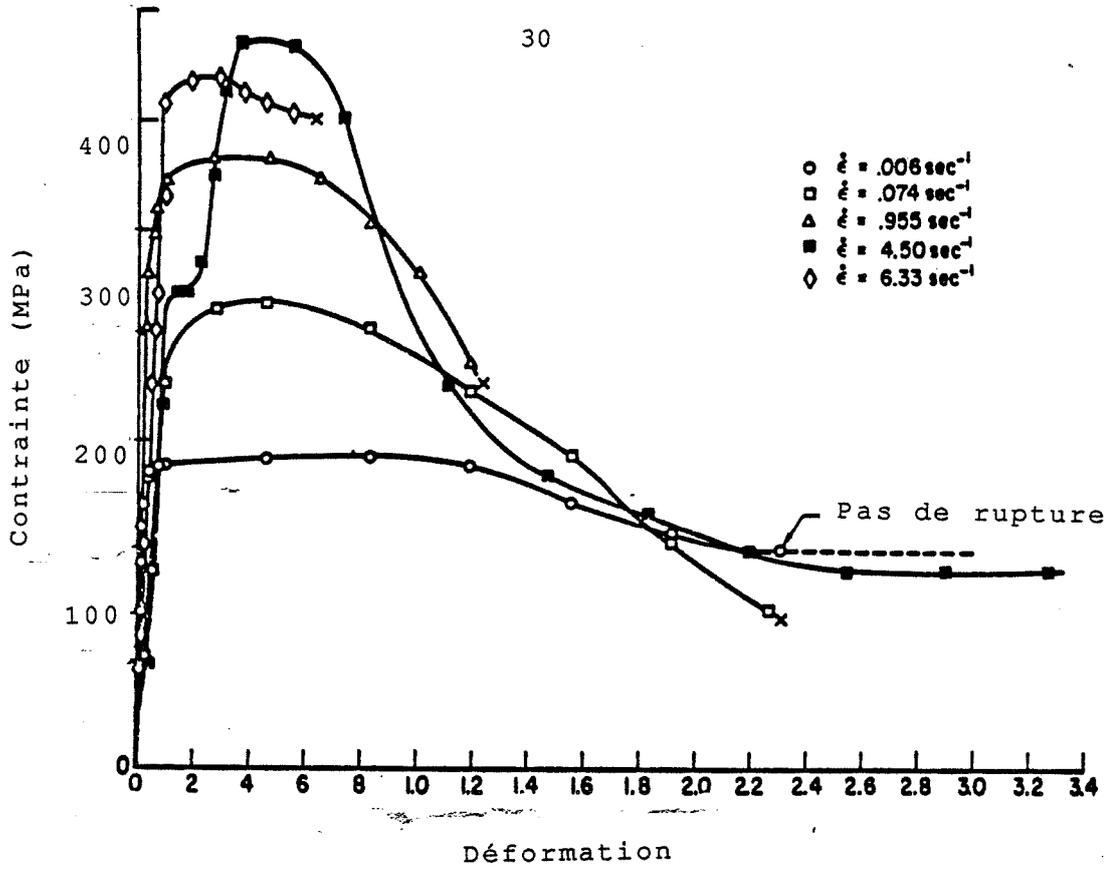
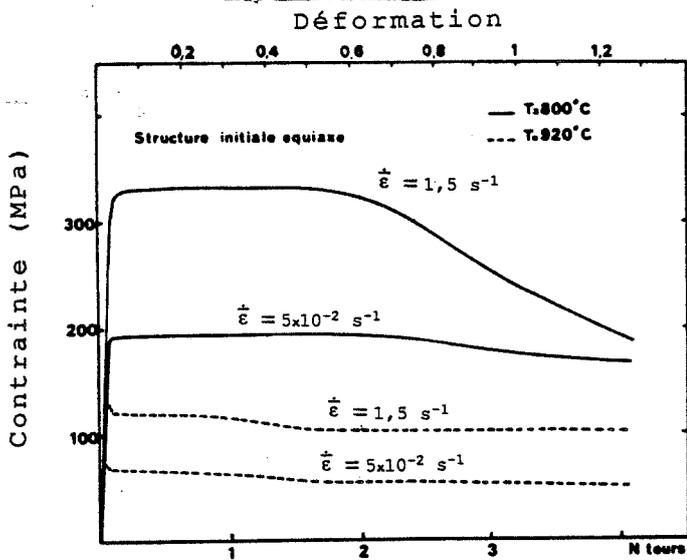
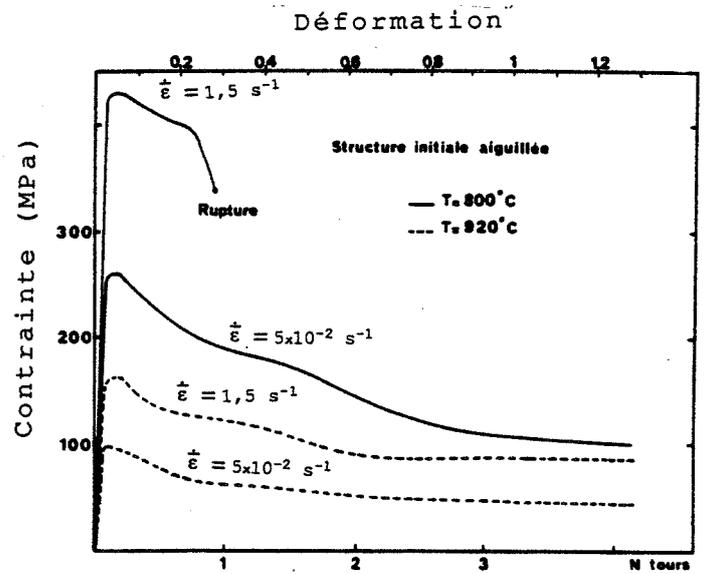


Figure III.2. Courbes contrainte-déformation obtenues par torsion à chaud à 750°C d'échantillons d'alliage TA6V de microstructure initiale du type WIDMANSTÄTTEN (YOUNG et SHERBY, 1970).



- a -



- b -

Figure III.3. Courbes contrainte-déformation obtenues par torsion à chaud d'échantillons d'alliage TA6V de microstructure initiale : (a) équiaxe et (b) aiguillée (MALCOR et MONTHEILLET, 1983).

courbes contrainte-déformation afin de tenir compte de l'hétérogénéité de vitesse de déformation dans le cas de l'essai de torsion ou de la déformation dans le cas de l'essai de traction (apparition d'une striction). Dans cette optique, l'essai de compression isotherme réalisé sur des échantillons de taille raisonnable et avec une lubrification appropriée, paraît être actuellement celui qui permet le mieux de caractériser jusqu'à des déformations moyennes (de l'ordre de l'unité) le comportement rhéologique d'un matériau.

III.1.1. Résultats rhéologiques concernant les alliages de type $\alpha + \beta$

L'alliage TA6V étant l'alliage de type $\alpha + \beta$ le plus employé depuis une quarantaine d'années, il a fait l'objet de nombreuses publications. La plupart d'entre elles ont pour but de caractériser le comportement rhéologique du matériau dans le domaine de la mise en forme finale et surtout les propriétés d'emploi. Les vitesses de déformation que nécessitent ces procédés, parmi lesquels on peut citer le procédé SPF/DB (formage superplastique et soudage par diffusion), sont relativement faibles, de l'ordre de $10^{-4} - 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Il est plus difficile de trouver des travaux concernant le domaine de la première mise en forme. Quelques résultats sont cependant représentés sur les figures III.2. à III.7.

Les figures III.2. et III.3. représentent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation au cours d'essais de torsion à chaud effectués sur des échantillons présentant différentes microstructures initiales (YOUNG et SHERBY, 1970 ; MALCOR et MONTHEILLET, 1983).

Pour les essais de YOUNG et SHERBY la microstructure initiale est de type WIDMANSTÄTTEN. Dans le cas de MALCOR et MONTHEILLET, deux microstructures initiales ont été étudiées. Avant réchauffage la première est une structure équiaxe (grains équiaxes de phase α dans une matrice β transformée) et la seconde est une structure aiguillée (aiguilles de phase α' à l'intérieur des anciens grains de phase β).

Lorsque la microstructure initiale résulte d'un traitement thermique dans le domaine monophasé β , les courbes contrainte-déformation présentent un maximum qui apparaît dès les premiers instants de la déformation et qui est plus important lorsque la vitesse de déformation est plus élevée. Ce

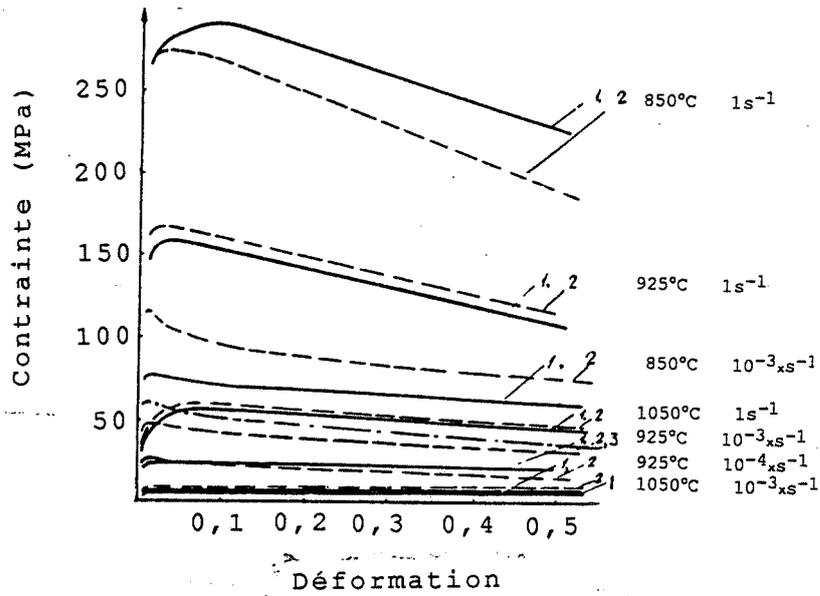


Figure III.4. Courbes contrainte-déformation obtenues par compression à chaud d'échantillons d'alliage TA6V de microstructure initiale :
 (1) équiaxe, (2) aiguillée épaisse et (3) aiguillée fine (SHAKHANOVA et al., 1980).

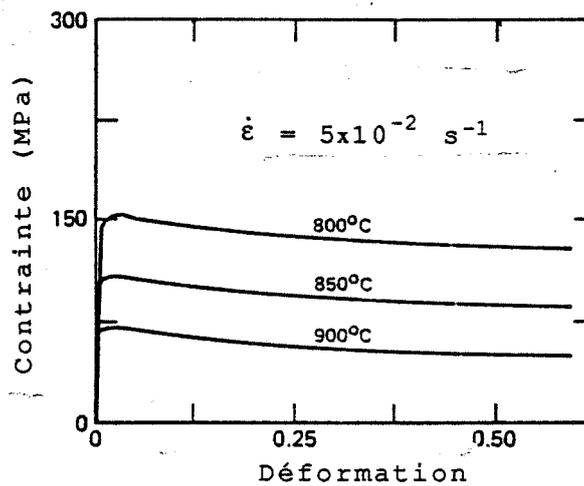


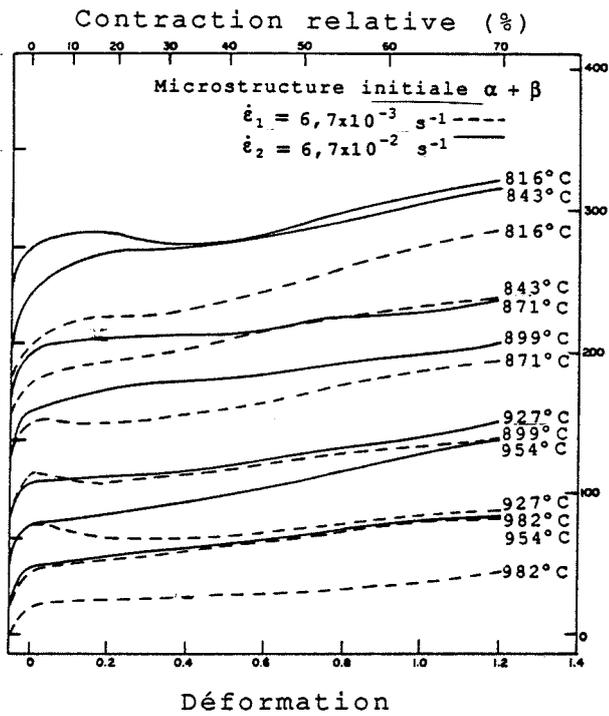
Figure III.5. Courbes contrainte-déformation obtenues par compression à chaud d'échantillons d'alliage TA6V (SASTRY, PAO et SANKARAN, 1980).

pic est suivi d'un adoucissement dynamique précédant un domaine où la contrainte est constante. Ces courbes ayant été corrigées de l'échauffement adiabatique, qui peut être très important aux vitesses de déformation élevées, le pic initial peut être attribué à la rupture des aiguilles ou des lamelles de phase α . Ce phénomène conduira lors d'un traitement thermique ultérieur à la formation d'une structure équiaxe.

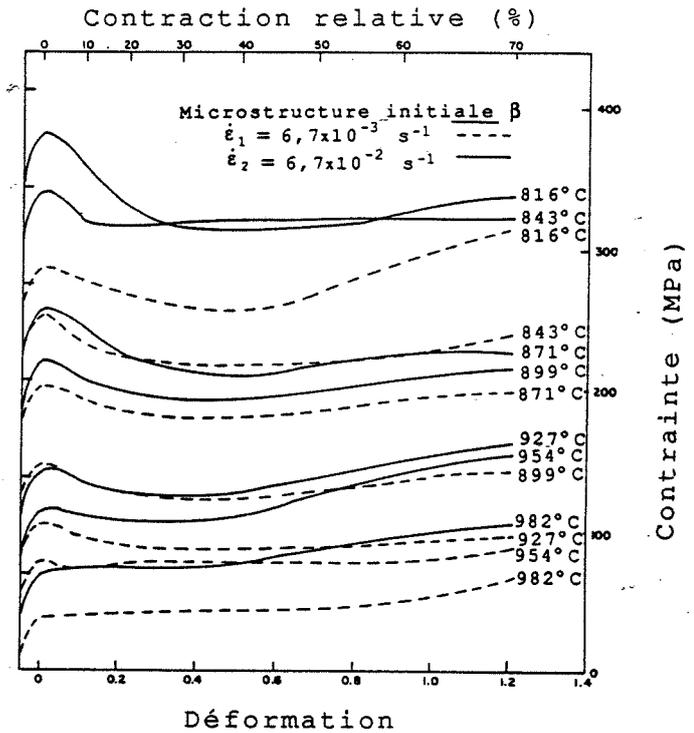
Au contraire, dans le cas d'une structure initiale équiaxe (Fig. III.3.a.), la contrainte atteint très rapidement un état stationnaire, précédé cependant d'un faible adoucissement à la température de 920°C. La décroissance rapide de la contrainte après une déformation de l'ordre de 0,5 à la température de 800°C et pour une vitesse de déformation de 1,5 s⁻¹ est sans doute due à une localisation de la déformation conjuguée à un échauffement adiabatique important.

Les figures III.4. à III.7. sont représentatives des résultats obtenus lors d'essais de compression à chaud de l'alliage TA6V (CHEN et COYNE, 1976 ; SASTRY, PAO et SANKARAN, 1980 ; SHAKHANOVA et al., 1980) ou de l'alliage Ti 6.2.4.2 (SEMIATIN et LAHOTI, 1981).

Toutes ces courbes contrainte-déformation présentent un domaine d'élasticité limité aux premiers pour cent de la déformation, tout comme dans le cas des essais de torsion d'ailleurs. Puis, après un maximum plus ou moins prononcé et surtout observé dans le cas des structures aiguillées, le matériau a tendance à s'adoucir, d'autant plus que la vitesse de déformation est plus élevée (Fig. III.4.). Les courbes de la figure III.6. font apparaître au contraire un durcissement du matériau. Ceci résulte de la méthode de dépouillement des courbes force-contraction relative qui ne prend pas en compte le coefficient de frottement entre les tas de presse et l'échantillon (CHEN et COYNE, 1976). Il est connu que cette correction peut atteindre 30 à 35% pour la déformation maximale, la contrainte d'écoulement du matériau étant inférieure à la contrainte non corrigée portée en ordonnée. Enfin la plus ou moins grande amplitude de l'adoucissement observé à partir de ces résultats expérimentaux doit dépendre en grande partie des conditions thermiques dans lesquelles ont été réalisés les essais (vitesse de montée en température, temps de palier, etc...) ainsi que de la microstructure initiale (taille des grains de phase α , des aiguilles, etc...).



- a -



- b -

Figure III.6. Courbes contrainte-déformation obtenues lors du forgeage isotherme d'échantillons d'alliage TA6V de microstructure initiale :
 (a) $\alpha + \beta$ et (b) β (CHEN et COYNE, 1986).

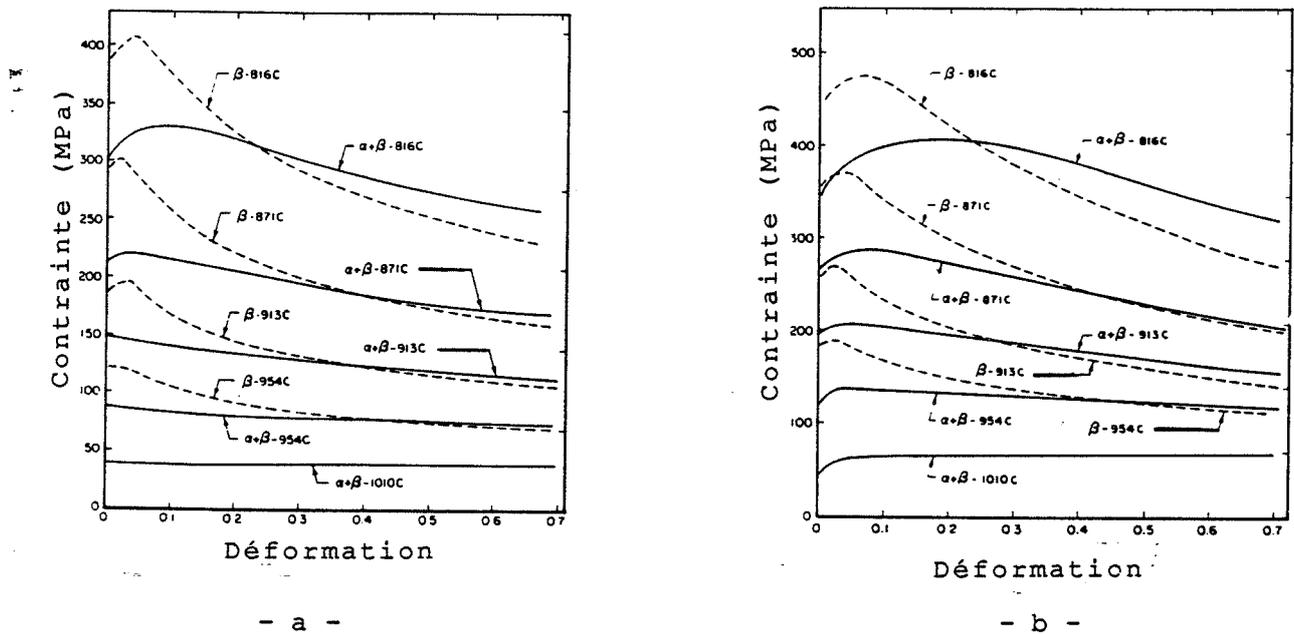


Figure III.7. Courbes contrainte-déformation obtenues par compression isotherme d'échantillons d'alliage Ti6242 de microstructure initiale $\alpha+\beta$ et β et pour des vitesses de déformation de :
(a) $0,1 \text{ s}^{-1}$ et (b) 1 s^{-1} (SEMIATIN et LAHOTI, 1981).

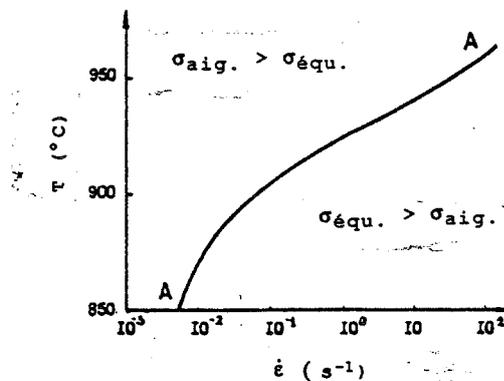


Figure III.8. Représentation des domaines de température-vitesse de déformation où la contrainte d'écoulement d'échantillons de TA6V de microstructure initiale équiaxe est supérieure à celle d'échantillons de microstructure initiale aiguillée et inversement (SHAKHANOVA et al., 1980).

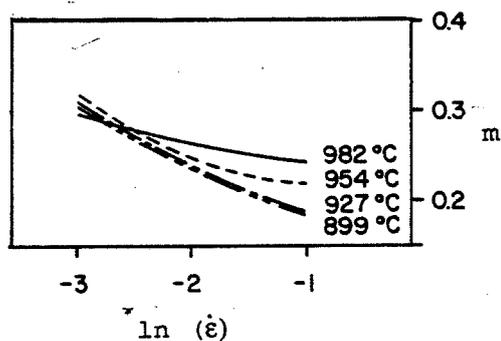


Figure III.9. Variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures et dans le cas d'une microstructure initiale α aciculaire (DADRAS et THOMAS, 1981).

Afin de synthétiser le comportement rhéologique des deux grandes classes de microstructures initiales (équiaxes et aiguillées) SHAKHANOVA et al. (1980) ont proposé pour l'alliage TA6V un diagramme caractérisant l'influence de la microstructure sur la contrainte d'écoulement (Fig. III.8.). Ces auteurs observent l'existence d'une zone caractérisée par des températures situées dans le domaine biphasé et des vitesses de déformation élevées (supérieures à 10^{-1} s^{-1}) où la contrainte d'écoulement d'une structure initiale équiaxe est supérieure à celle d'une structure initiale aiguillée. De la même manière ils observent une seconde zone (vitesses de déformation faibles) où les résultats sont inverses.

Si on reporte les résultats de CHEN et COYNE (1976) (Fig. III.6.), établis pour des températures de 816 et 843°C et une vitesse de déformation de $6,7 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, donc assez loin au dessus de la courbe limite AA de la figure III.8., on remarque que l'on n'observe pas le comportement attendu. De même les résultats de SEMIATIN et LAHOTI (1981) (Fig. III.7.), ne mettent pas en évidence un tel comportement. La contrainte d'écoulement est toujours plus élevée pour une structure aiguillée au début de la déformation. Lorsqu'elle atteint un état stationnaire les contraintes d'écoulement pour les deux types de microstructures initiales sont quasiment identiques car les microstructures elles-mêmes tendent alors vers un même état.

Les résultats de ces essais ne sont pas destinés à caractériser uniquement le niveau de contrainte nécessaire à la mise en forme des pièces industrielles. D'autres paramètres peuvent être étudiés à partir de la connaissance des courbes contrainte-déformation. Il s'agit principalement du coefficient de sensibilité à la vitesse et de la sensibilité à la température.

Quelques exemples de variations du coefficient de sensibilité à la vitesse ($m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon})_{T, \bar{\epsilon}}$ ou structuré) en fonction de la température et de la vitesse de déformation sont donnés sur les figures III.9. et III.10. On observe de manière générale une diminution de ce coefficient lorsque la vitesse de déformation augmente et une augmentation assez sensible avec la température, du moins dans le domaine biphasé. Les valeurs expérimentales obtenues dans les travaux de MALCOR (1983) et représentées sur la figure III.11. font apparaître un autre type de comportement lorsqu'on approche du domaine monophasé. On constate bien une augmentation du coefficient de

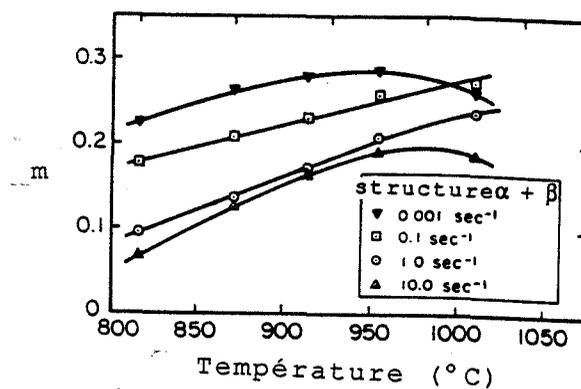


Figure III.10. Variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la température pour différentes vitesses de déformation et dans le cas d'une microstructure initiale α aciculaire (SEMIATIN et LAHOTI, 1981).

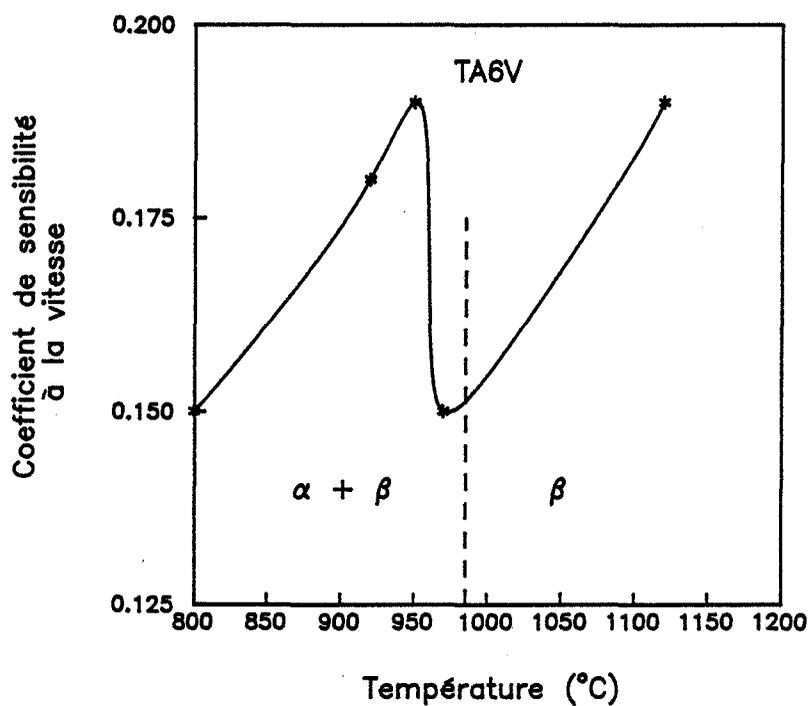


Figure III.11. Variation du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la température (d'après MALCOR, 1983).

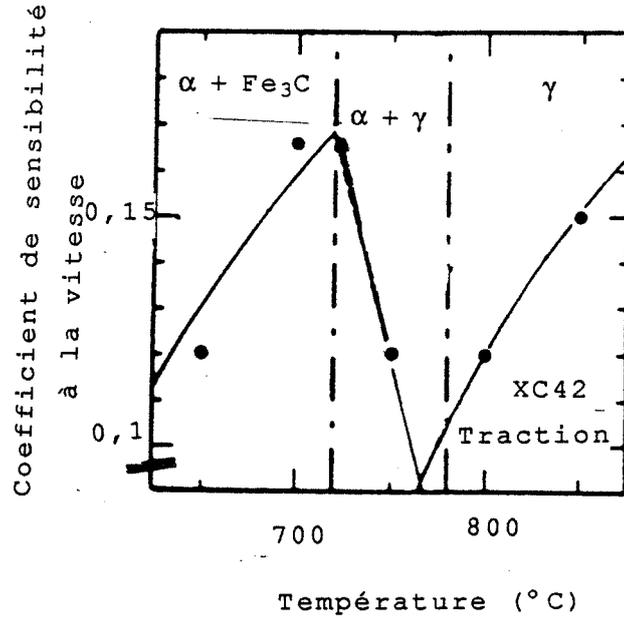


Figure III.12. Variation du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la température dans le cas d'un acier à 0,42% de carbone (PERRIN et al., 1986).

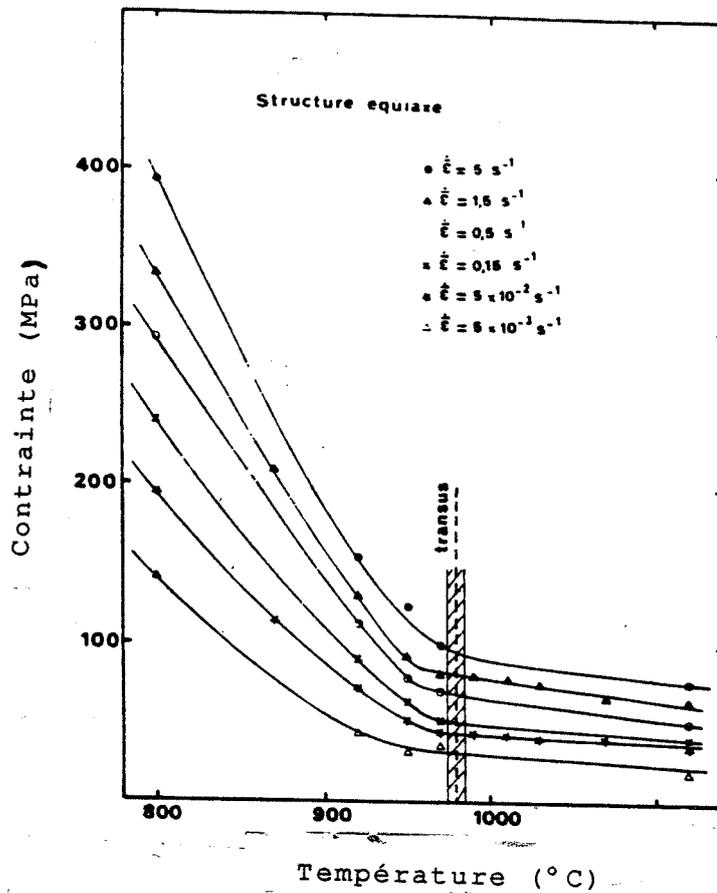


Figure III.13. Variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la température dans le cas d'une structure initiale équiaxe d'un alliage de TA6V (MALCOR et MONTHEILLET, 1983).

sensibilité à la vitesse lorsque la température augmente jusqu'à une valeur voisine de celle du transus $\alpha + \beta / \beta$, puis on observe une décroissance rapide et enfin de nouveau une augmentation du coefficient de sensibilité à la vitesse.

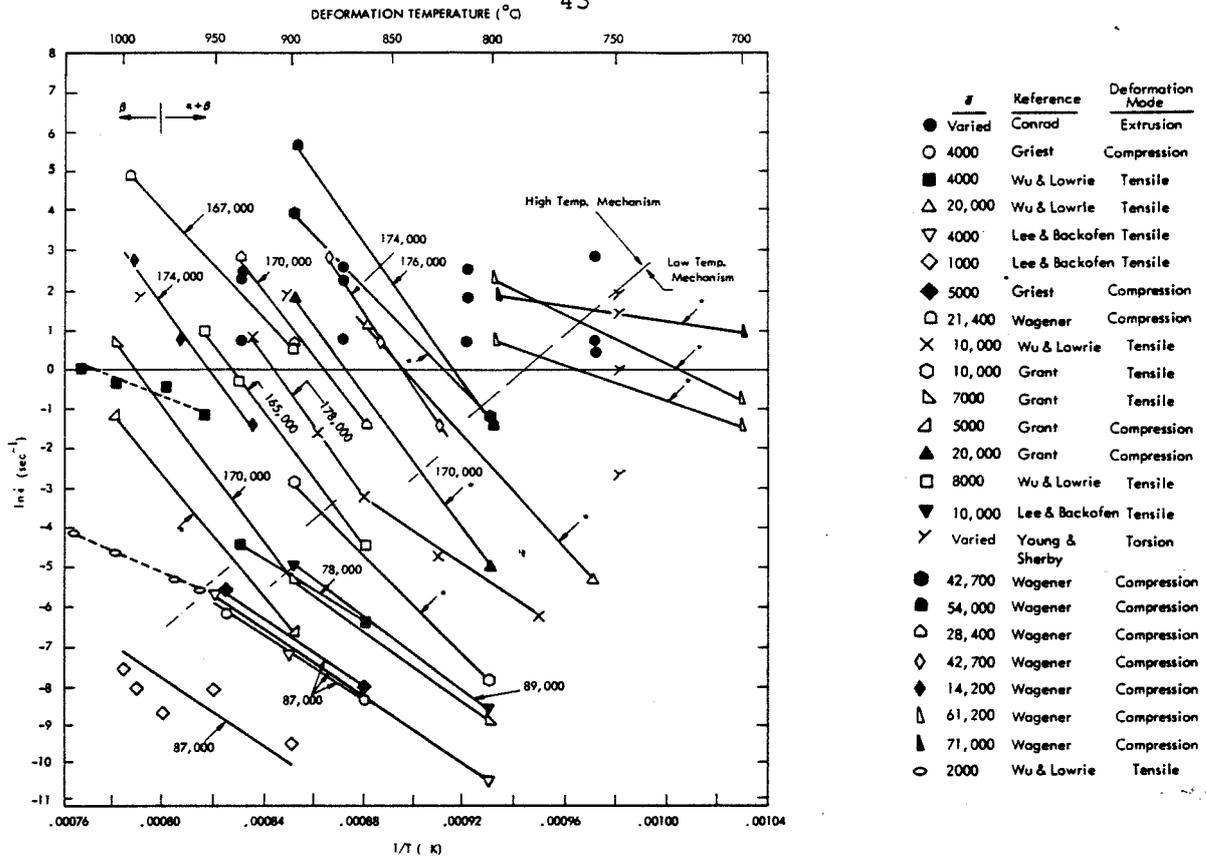
Ce type de variation a également été observé sur d'autres alliages biphasés par certains auteurs tels que PERRIN et al. (1986) (Fig. III.12.).

L'étude de la sensibilité à la température des alliages est également intéressante. Dans le domaine biphasé, la décroissance de la contrainte d'écoulement est très rapide jusqu'à des températures proches du transus. Elle décroît ensuite très lentement dans le domaine monophasé (Fig. III.13.).

Les mécanismes intervenant au cours de la déformation à chaud sont thermiquement activés et de ce fait la dépendance de la contrainte vis-à-vis de la température peut être exprimée à l'aide d'un paramètre de type ZENER-HOLLOMON. BRYANT (1975) a réalisé la synthèse de nombreux essais effectués sur le TA6V et mis en évidence l'existence de deux mécanismes de déformation dans le domaine biphasé (Fig. III.14.). Le premier est caractérisé par une énergie d'activation apparente de $350 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$. Il correspond à des essais effectués à basse température et faible vitesse de déformation. Cette valeur est trop élevée pour être reliée à des mécanismes d'auto-diffusion dans les phases α et β . Le second correspond à une énergie d'activation apparente d'environ $700 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$. D'après BRYANT, il traduit un mécanisme de recristallisation dynamique de la phase α à haute température. Comme nous le verrons dans le chapitre V ce processus a été également proposé par d'autres auteurs (YOUNG et SHERBY, 1970 ; SHAKHANOVA et al., 1980).

III.1.2. Résultats rhéologiques concernant les alliages de type β

Parmi les travaux concernant le comportement rhéologique à chaud d'alliages de titane β , on peut citer ceux de OIKAWA, NISHIMURA et CUI (1985) sur la phase β du titane pur ainsi que ceux d'ANKEM et al. (1989) et VIJAYSHANKAR et ANKEM (1990) sur des alliages Ti-Mn et Ti-Mn-V. La figure III.15. montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de déformation. Après un pic initial très aigu,



* High temperature point on curve belongs to "High Temperature" mechanism while low temperature point belongs to "Low Temperature" mechanism.

Figure III.14. Variations de la vitesse de déformation en fonction de l'inverse de la température pour l'alliage TA6V (BRYANT, 1975).

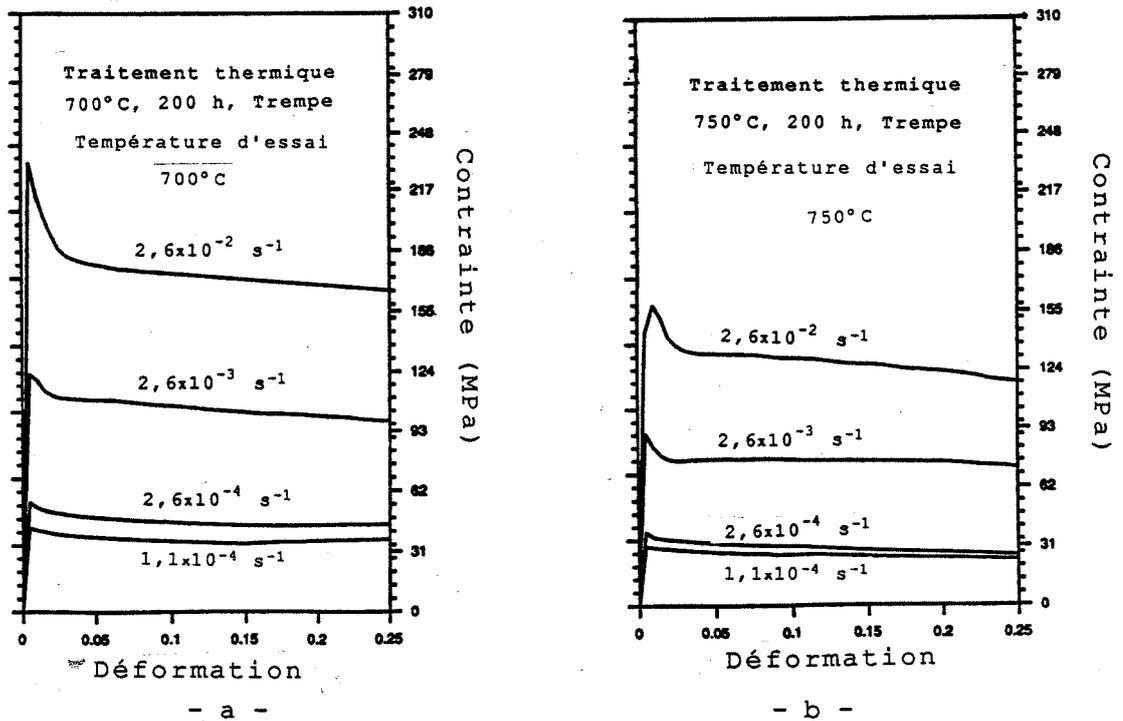


Figure III.15. Variations de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour un alliage de titane à 13% at. de manganèse et pour une température de : (a) 700°C et (b) 750°C (VIJAYSHANKAR et ANKEM, 1990).

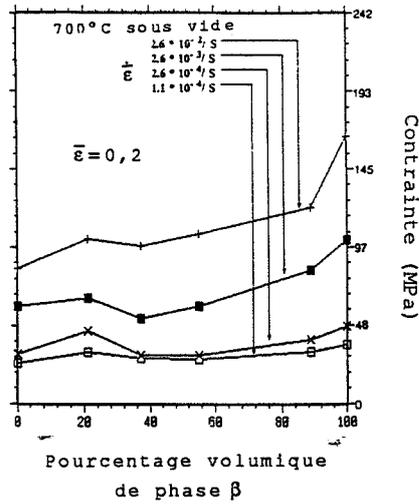


Figure III.16. Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction du pourcentage de phase β pour différents alliages Ti-Mn (ANKEM et al., 1989).

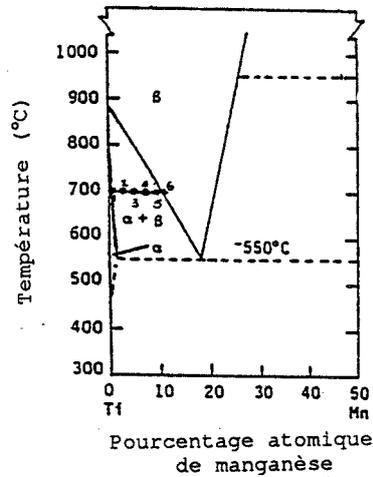


Figure III.17. Diagramme de phases partiel Ti-Mn représentant les différentes compositions étudiées (ANKEM et al., 1989).

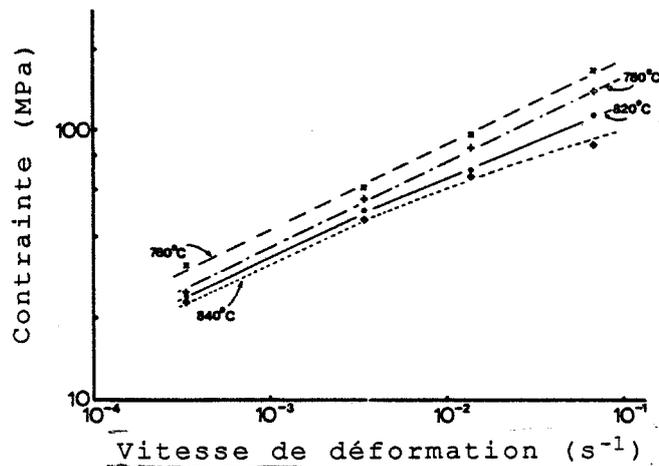


Figure III.18. Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation à différentes températures pour l'alliage Ti 10-2-3 (HALL, 1984).

la contrainte atteint rapidement un état stationnaire quelle que soit la vitesse de déformation.

Un résultat moins classique mis en évidence par la figure III.16. concerne la contrainte d'écoulement des phases α et β d'un alliage de titane biphasé. ANKEM et al. (1989) ont élaboré six alliages Ti-Mn et effectué des essais de traction à 700°C. Les phases α et β présentes en pourcentages différents selon l'alliage ont alors une composition constante à température donnée (Fig. III.17.). Ce travail est original par le fait qu'il compare la contrainte d'écoulement des phases α et β à la même température. Ces auteurs trouvent ainsi que la phase β est la phase dure de l'alliage, ce qui est contraire à tous les résultats précédemment trouvés (MALCOR, 1983). Cependant, les valeurs de contrainte obtenues lorsque le matériau est biphasé, ne montrent pas de manière significative une croissance avec le taux de phase β . La forte augmentation de la contrainte lorsqu'il n'y a plus de phase α , peut s'expliquer par un durcissement de la phase β dû à l'oxygène présent dans sa composition.

Une étude complète relative à la présence du pic initial avait déjà été effectuée par DADRAS et THOMAS (1981) qui l'attribuaient à un phénomène de vieillissement et donc à un piégeage des dislocations sur des atomes en solution solide de substitution, en l'occurrence des atomes de silicium. Pour VIJAYSHANKAR et ANKEM (1990) par contre, la chute de contrainte est due à la multiplication des dislocations dans les premiers instants de la déformation. La vitesse de celles-ci, peu nombreuses avant la mise en charge de l'échantillon, va augmenter en accord avec la relation d'OROWAN. La contrainte nécessaire pour déformer le matériau va donc être de plus en plus grande (relation de JOHNSTON-GILMAN) et la densité de dislocations va alors augmenter. Leur vitesse va alors diminuer et la contrainte également.

Les résultats concernant le coefficient de sensibilité à la vitesse sont peu nombreux. On peut citer ceux de HALL (1984) sur l'alliage Ti 10.2.3 (Fig. III.18.). La valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse est de l'ordre de 0,31 à 0,33. Elle diminue lorsque la vitesse de déformation augmente pour atteindre par exemple 0,21 pour $\dot{\epsilon} = 6,6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Ce résultat classique peut être illustré par la figure III.19. Pour de faibles vitesses de déformations ($\dot{\epsilon} < 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), le coefficient de sensibilité à la vitesse est généralement très élevé (typiquement supérieur à 0,5) et donc caractéristique d'un comportement de type superplastique. La

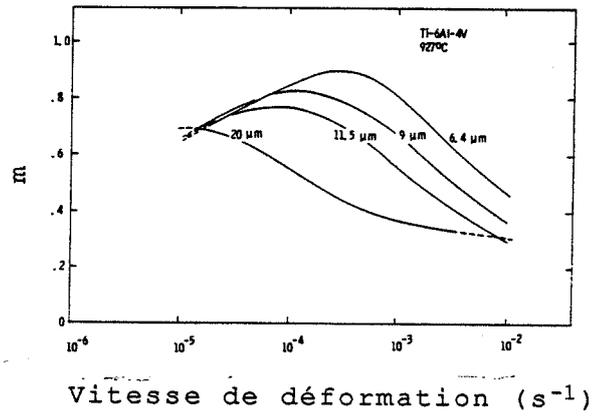


Figure III.19. Variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la vitesse de déformation pour des échantillons de TA6V de tailles de grains différentes (GHOSH et HAMILTON, 1979).

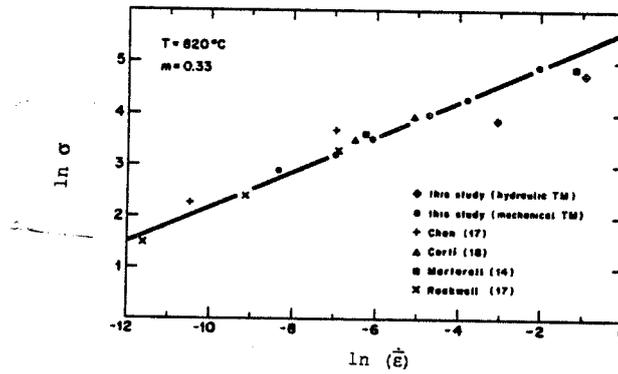


Figure III.20. Variations de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation pour l'alliage Ti 10-2-3 (SCHRÖDER et DUERIG, 1984).

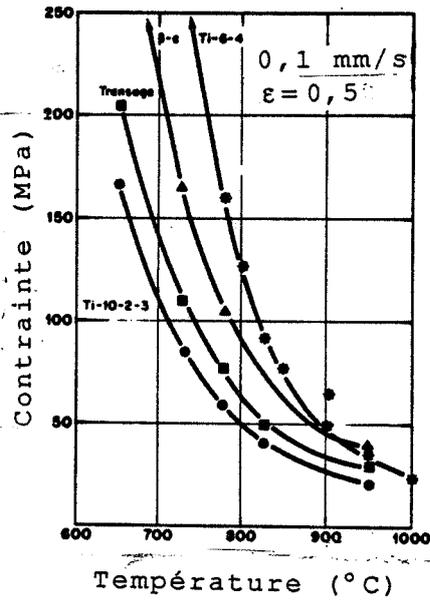


Figure III.21. Variations de la contrainte d'écoulement en fonction de la température pour différents alliages de titane (SCHRÖDER et DUERIG, 1984).

déformation se produit dans ce cas là essentiellement par glissement aux joints de grains. Lorsque la vitesse de déformation est plus grande, ce coefficient diminue pour atteindre des valeurs couramment observées en déformation à chaud de l'ordre de 0,2 à 0,3.

Il semble donc important de considérer que le coefficient de sensibilité à la vitesse n'est constant que sur un faible intervalle de vitesse de déformation, une ou deux décades par exemple. Les résultats tels que ceux présentés sur la figure III.20., d'après les travaux de SCHRÖDER et DUERIG (1984), ne rendent pas compte de la réalité physique du comportement du matériau.

L'étude de la sensibilité à la température pour cette classe d'alliages ne diffère guère des résultats observés pour d'autres. La figure III.21. compare l'évolution de la contrainte en fonction de la température pour différents alliages. Elle est semblable pour tous : la contrainte décroît rapidement jusqu'à la température du transus et nettement plus lentement ensuite.

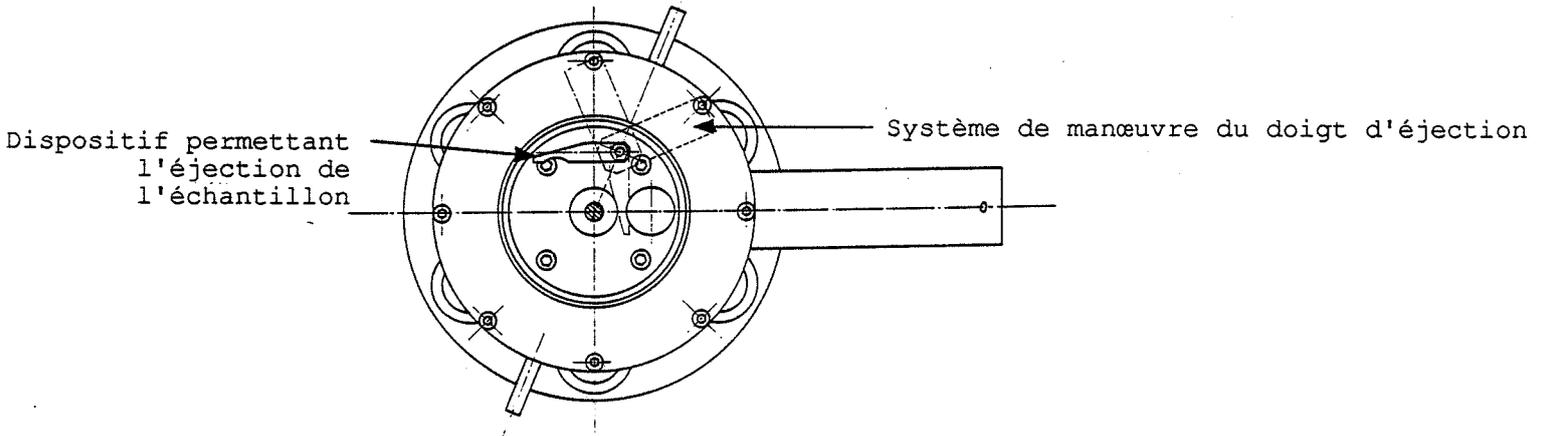
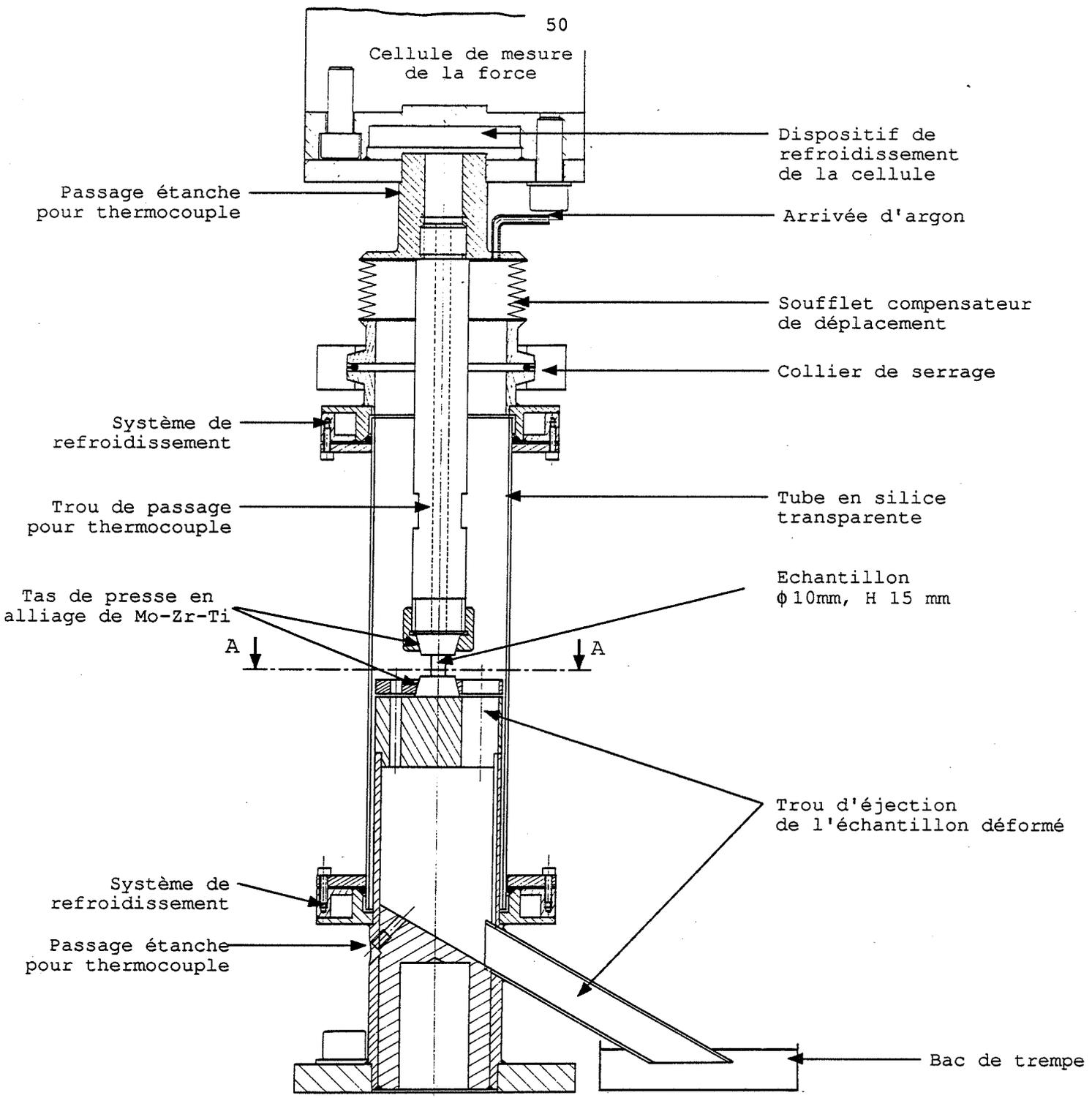


Figure III.22. Dispositif de compression a chaud

III.2. Méthode expérimentale

III.2.1. Description du dispositif de compression à chaud

Parmi les essais de déformation à chaud couramment réalisés, l'essai de compression est le mieux adapté à la présente étude. En effet, contrairement à l'essai de traction, il permet d'atteindre des déformations de l'ordre de l'unité. En améliorant les conditions de lubrification à l'interface échantillon-tas de presse, on peut obtenir une déformation assez homogène dans l'échantillon. Cette homogénéité de la déformation ainsi que de la vitesse de déformation ne se retrouve pas dans l'essai de torsion. La méthode de dépouillement utilisée généralement pour celui-ci tient compte bien entendu des gradients entre le cœur de l'éprouvette et la périphérie de celle-ci. La déformation que l'on peut atteindre est bien supérieure à celle obtenue lors d'un essai de compression (d'environ un ordre de grandeur). Enfin lors de l'essai de torsion, le matériau est sollicité en cisaillement simple alors qu'au cours de sa mise en forme il est sollicité le plus souvent par une déformation de type compression plane ou axisymétrique.

C'est pour toutes ces raisons qu'un dispositif de compression à chaud permettant d'effectuer la trempe de l'échantillon en fin d'essai a été conçu et réalisé à l'E.M.S.E.

Les principales caractéristiques de cet appareillage représenté sur la figure III.22., et dont une description plus détaillée est donnée en annexe I, sont les suivantes :

- Echantillons cylindriques : $\varnothing = 10$ mm H = 15 mm ;
- Lubrifiant : suspension colloïdale de nitrure de bore dans un solvant ;
- Chauffage : four à image (chauffage par infrarouge) ;
- Atmosphère : argon ;
- Système de refroidissement : trempe à l'eau ou refroidissement programmé ;
- Essais réalisés à vitesse de traverse constante.

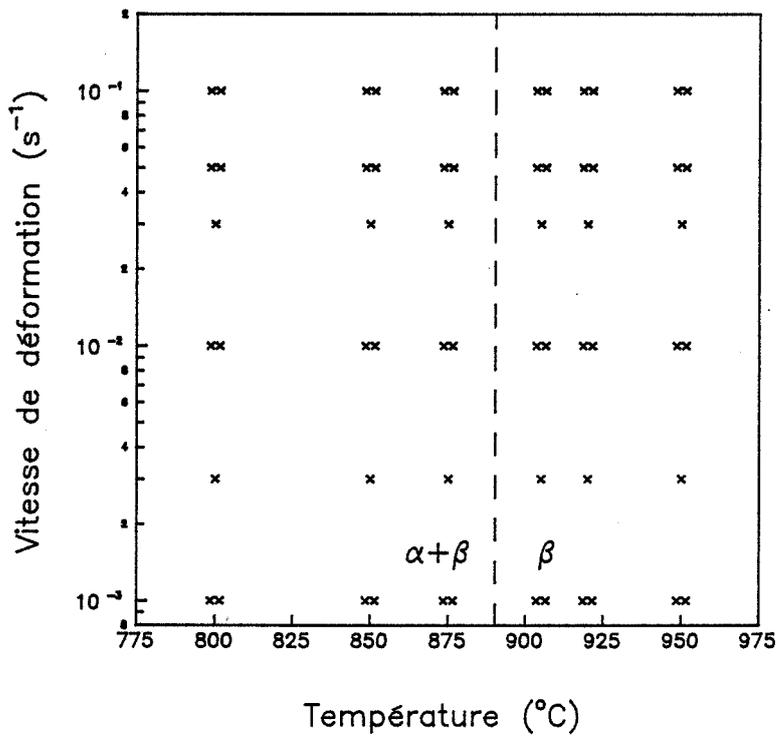
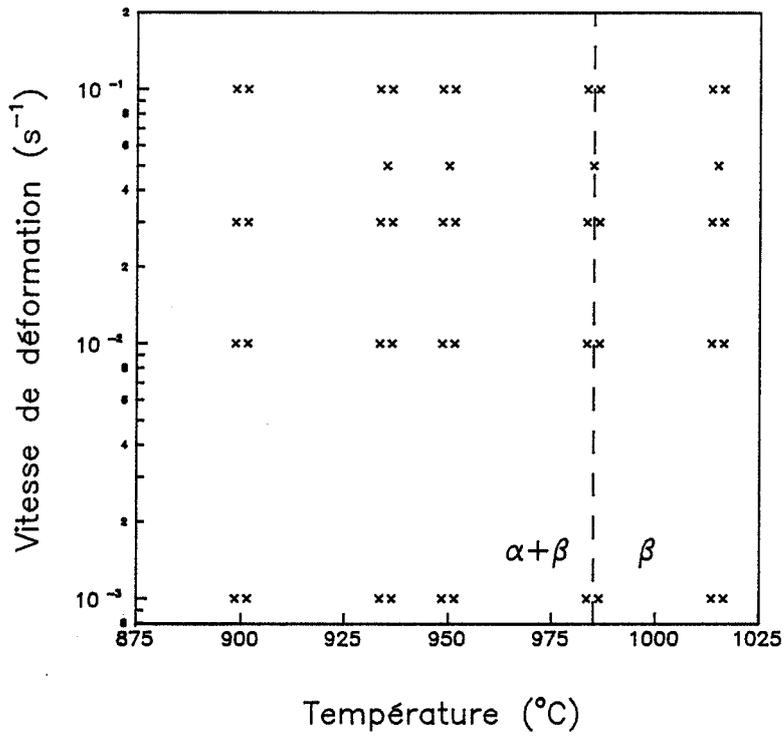


Figure III.23. Représentation des essais réalisés sur les alliages :
 (a) TA6V et (b) BETACEZ.

Les échantillons utilisés ne présentent pas de rainures concentriques destinées à retenir le lubrifiant sur leurs faces, comme c'est le cas généralement. Il est apparu que la présence de ces rainures ne diminuait pas notablement la déformation "en tonneau" de l'échantillon qui reste cependant faible. Le rapport $(D - D_h) / D_h$, où D désigne le plus grand diamètre mesuré sur l'échantillon et D_h le diamètre théorique pour une même déformation réalisée de manière homogène, est de 5% pour une déformation de l'unité. Cette valeur est quasiment la même quels que soient les essais.

De plus les tas de presse étaient indentés par les rainures. Le coefficient de frottement augmentait donc et de plus il devenait difficile de tremper les échantillons.

III.2.2. Les essais réalisés

Le détail des essais de compression réalisés pour les deux alliages est représenté sur la figure III.23.

Le domaine de vitesses étudié est le même pour les deux alliages : $10^{-3} - 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

Le domaine de températures s'étend de 900 à 1015°C pour l'alliage TA6V et de 800 à 950°C pour l'alliage BETACEZ. Ces valeurs correspondent environ à l'intervalle compris entre 0,6 et 0,7 T_f (où T_f désigne la température du solidus du matériau).

Les échantillons déformés ont été prélevés dans les barres de TA6V et les octogones de BETACEZ selon le plan de découpage présenté sur la figure III.24. L'axe de compression est confondu avec l'axe de la barre. Ils n'ont pas subi de traitement thermique avant déformation. La microstructure initiale est donc celle qui a été présentée dans le chapitre précédent. Le dispositif de chauffage utilisé (four à image) permet en théorie de chauffer rapidement l'échantillon (jusqu'à $300^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$). Dans la pratique ceci n'est pas possible car l'inertie du système est trop grande et ne permet pas d'effectuer un essai réellement isotherme. Les cycles thermomécaniques choisis sont représentés sur la figure III.25. pour les deux alliages.

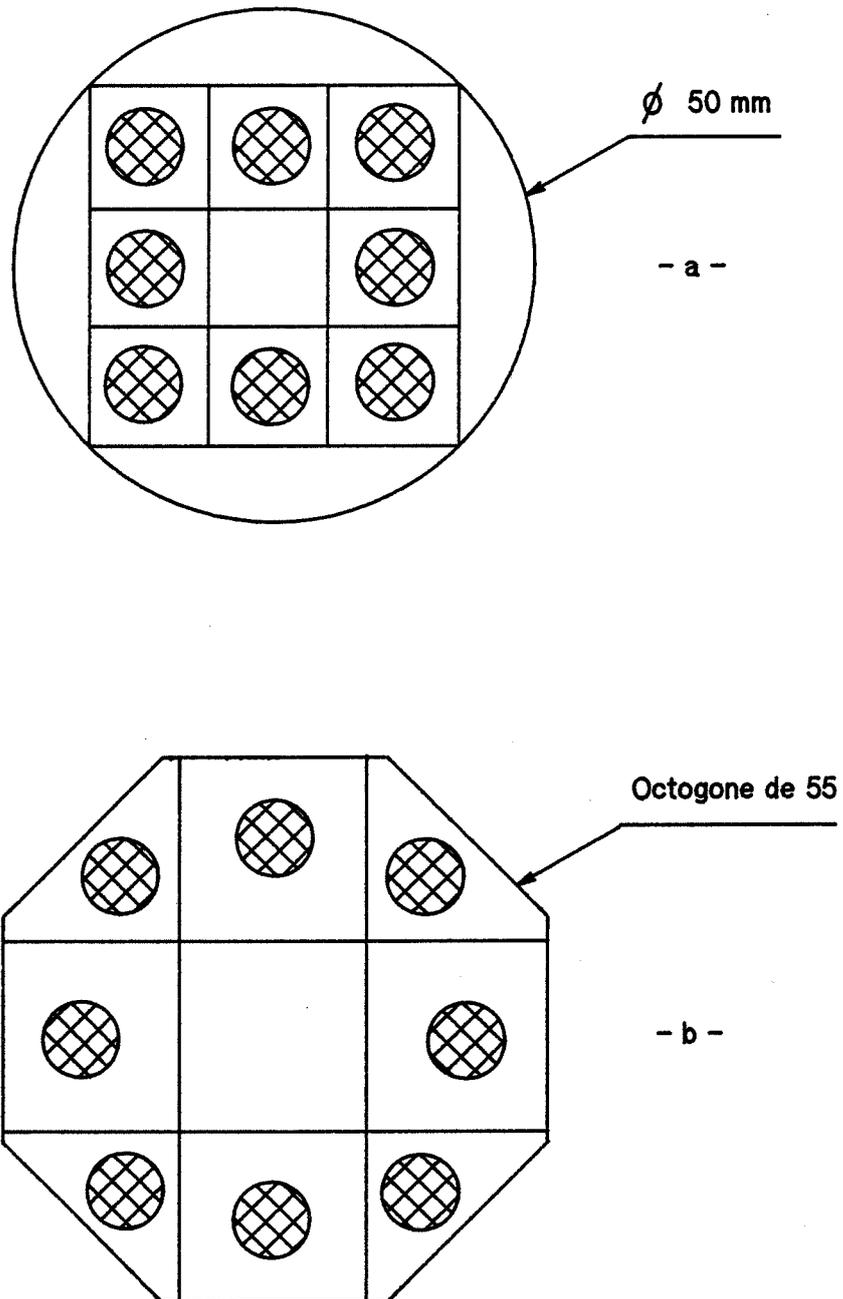


Figure III.24. Plan de découpage des éprouvettes de compression pour les alliages :
(a) TA6V et (b) BETACEZ.

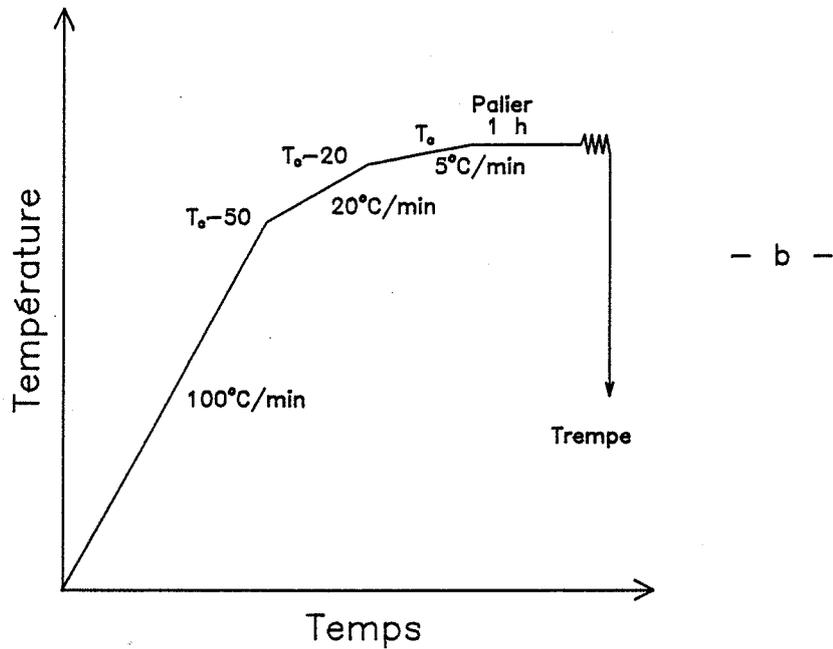
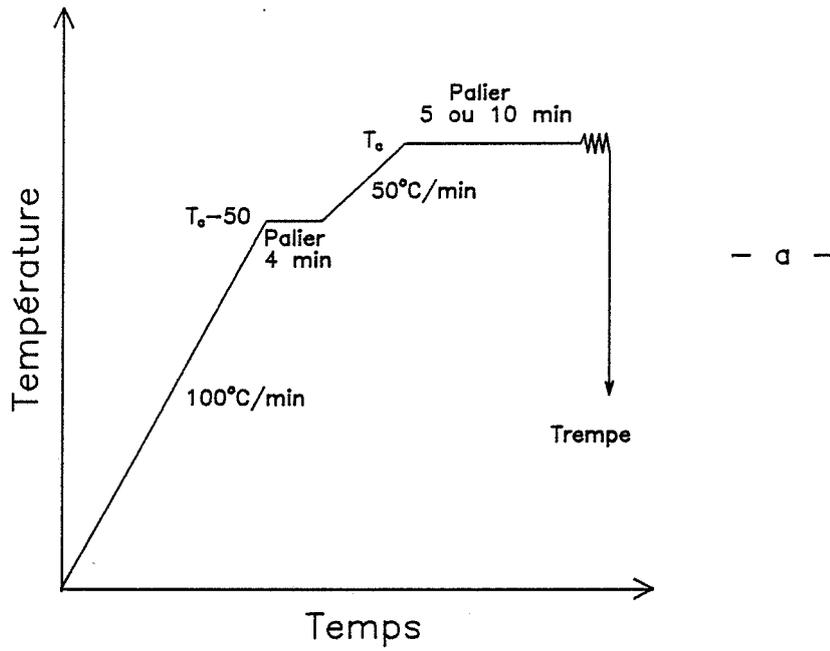
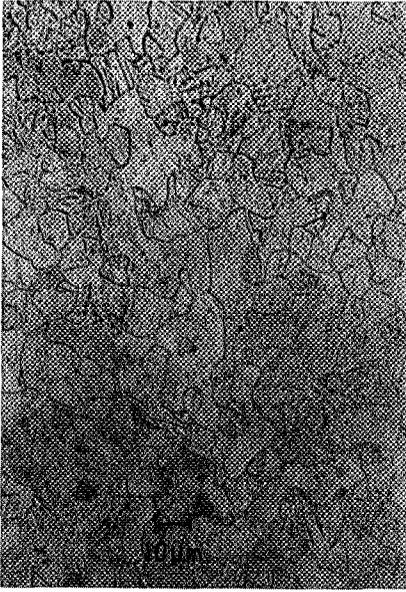
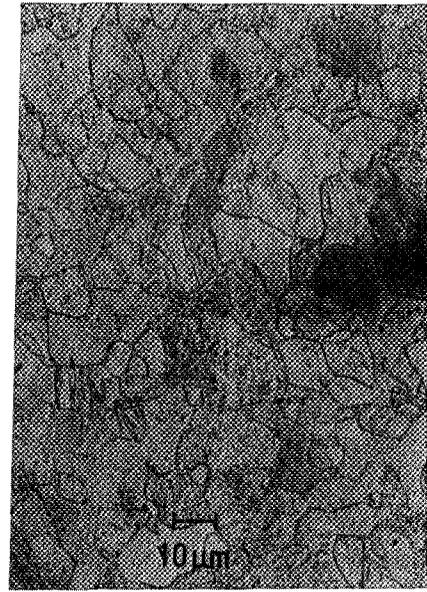


Figure III.25. Schémas des cycles thermomécaniques effectués pour les essais réalisés sur les alliages :
 (a) TA6V et (b) BETACEZ.



- a -



- b -



- c -



- d -

Figure III.26. Microstructures d'échantillons de TA6V traités thermiquement à 935°C (a et b) et 1015°C (c et d) puis trempés après des paliers de 5 min (a et c) et 30 min (b et d).

Dans le cas du TA6V, le maintien en température avant déformation a été fixé à 5 minutes pour les essais réalisés dans le domaine monophasé et à 10 minutes pour ceux réalisés dans le domaine biphasé. Les microstructures des échantillons traités thermiquement à 935 et 1015°C pendant une durée de 5 à 30 min sont représentées sur la figure III.26.

Le palier de cinq minutes dans le domaine monophasé avait été choisi précédemment pour des essais de traction. Il était volontairement court pour éviter un grossissement exagéré des grains. Le nombre de grains présent dans une section de l'éprouvette aurait alors été trop faible et les résultats auraient été moins significatifs. On a donc effectué le même cycle thermomécanique pour les essais de compression réalisés sur l'alliage TA6V.

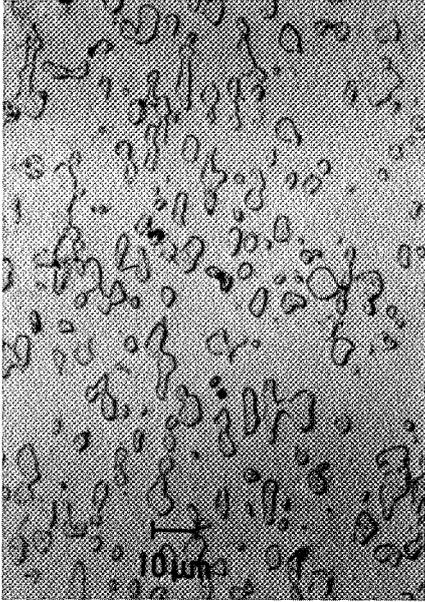
Dans le cas de l'alliage BETACEZ, le cycle thermomécanique choisi est plus proche de celui réalisé industriellement. Le temps de palier a été fixé à une heure pour tous les essais. Du fait d'une vitesse de chauffage plus faible lorsque l'on approche de la température de l'essai T_c , le début du palier est décompté lorsque la température de l'échantillon atteint $T_c - 10^\circ\text{C}$. Ce palier assez long permet d'obtenir une meilleure homogénéité de température à l'intérieur de l'échantillon mais également une microstructure plus stable. Cela est vrai plus spécialement dans le domaine β où la taille de grains est de l'ordre de 100 μm après 5 minutes de palier pour atteindre 200 à 300 μm après une heure de maintien (Fig. III.27.).

III.2.3. Détermination des courbes contrainte-déformation

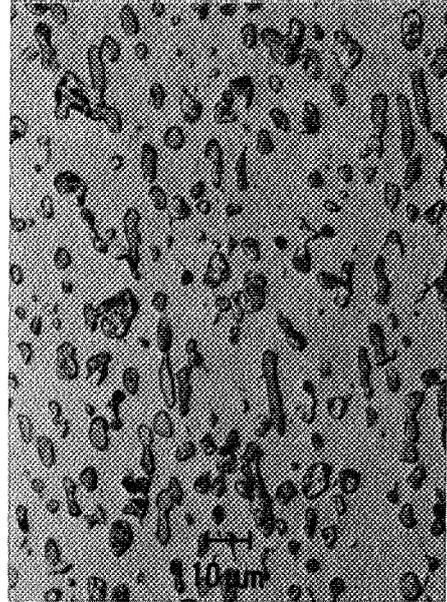
Il avait été envisagé dans un premier temps de réaliser des essais de compression à vitesse de déformation constante. Cependant, il est apparu que le fonctionnement de la machine électromécanique INSTRON (modèle 1186) n'était pas satisfaisant dans de telles conditions. Lors d'un essai de ce type, la position de la traverse, mesurée par un capteur inductif de déplacement, est comparée à chaque instant à la position qu'elle devrait avoir théoriquement.

A chaque instant la vitesse de déformation dans l'échantillon est :

$$\dot{\epsilon} = -\dot{H}/H = -\dot{H}/H_0 = \text{cte}$$



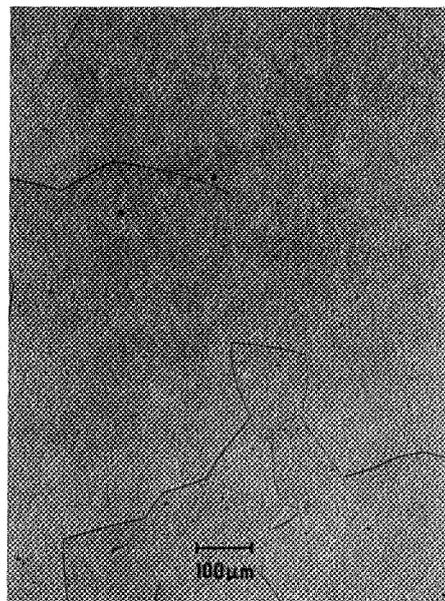
- a -



- b -



- c -



- d -

Figure III.27. Microstructures d'échantillons de BETACEZ traités thermiquement à 850°C (a et b) et 920°C (c et d) puis trempés après des paliers de 5 min (a et c) et 1 h. (b et d).

$$\Rightarrow \ln \frac{H_0}{H} = \dot{\epsilon} t$$

L'équation représentative du déplacement de la traverse est donc une fonction exponentielle :

$$H = H_0 \exp(-\dot{\epsilon} t)$$

Puis un signal d'erreur est transmis à la machine afin de corriger l'écart de position ΔH . Les oscillations ainsi engendrées de part et d'autre de la courbe de déplacement théorique de la traverse étaient telles que la courbe contrainte nominale-contraction relative présentait elle-même des ondulations de même période. L'interprétation de tels essais était donc rendue impossible.

C'est pour cette raison que les essais ont été effectués à vitesse de traverse constante.

Pour connaître le comportement rhéologique du matériau (courbes contrainte-déformation à vitesse de déformation constante) il a donc été nécessaire d'effectuer une correction dont le détail est donné ci-dessous. Cette correction suppose bien entendu que la déformation de l'échantillon est homogène.

La vitesse de déformation augmente alors au cours de l'essai depuis la valeur $\dot{\epsilon}_0 = v / H_0$ jusqu'à une valeur $\dot{\epsilon} = v / H$ où v désigne la vitesse de la traverse, H_0 la hauteur initiale de l'échantillon et H sa hauteur à un instant t .

Si l'on suppose en première approximation que le comportement du matériau suit une loi du type puissance, ce qui est généralement le cas en déformation à chaud, alors la contrainte de compression est :

$$\sigma_c = K \dot{\epsilon}^m$$

où m est le coefficient de sensibilité à la vitesse.

On souhaite connaître la contrainte d'écoulement σ du matériau pour la vitesse de déformation initiale $\dot{\epsilon}_0$, qui s'exprime par la relation suivante :

$$\sigma = K \dot{\epsilon}_0^m = K \left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \right)^m = \sigma_c \left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \right)^m = \sigma_c \left(\frac{H}{H_0} \right)^m$$

Or le taux de compression ou contraction relative de l'échantillon s'écrit :

$$e = \frac{H_0 - H}{H_0}$$

d'où :

$$\sigma = \sigma_c (1 - e)^m \quad (\text{III.1.})$$

D'autre part, la contrainte nominale mesurée s'exprime par :

$$\sigma_n = \frac{F}{A_0} = \frac{F}{A} \times \frac{A}{A_0} = \frac{F}{A} \times \frac{H_0}{H} = \frac{\sigma_c}{1 - e} \quad (\text{III.2.})$$

où F est la force mesurée au cours de l'essai, A_0 et A respectivement les aires initiales et à l'instant t.

En reportant la relation (III.2.) dans (III.1.), on obtient finalement :

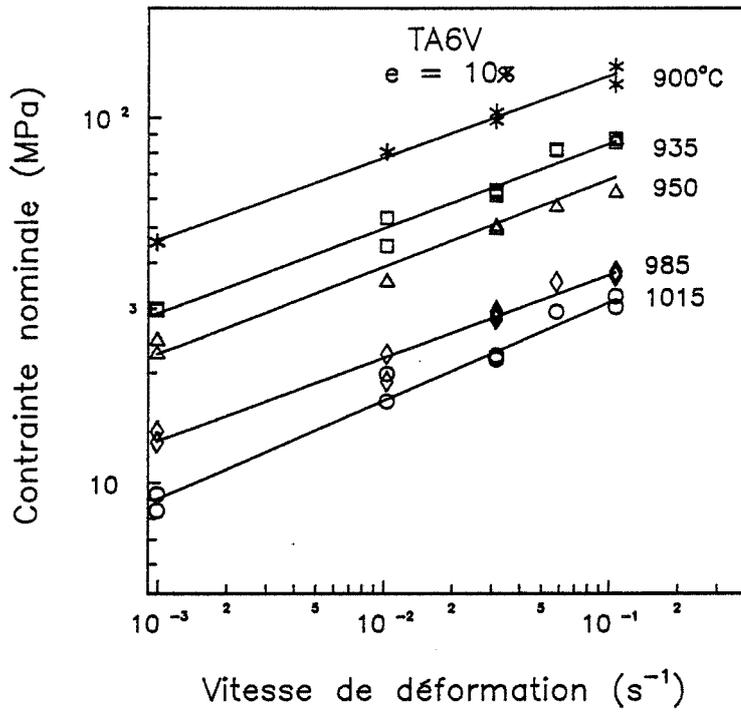
$$\sigma = \sigma_n (1 - e)^{m+1} \quad (\text{III.3.})$$

Par ailleurs, la déformation est calculée en supposant que l'échantillon se déforme de manière homogène, ce qui s'exprime par :

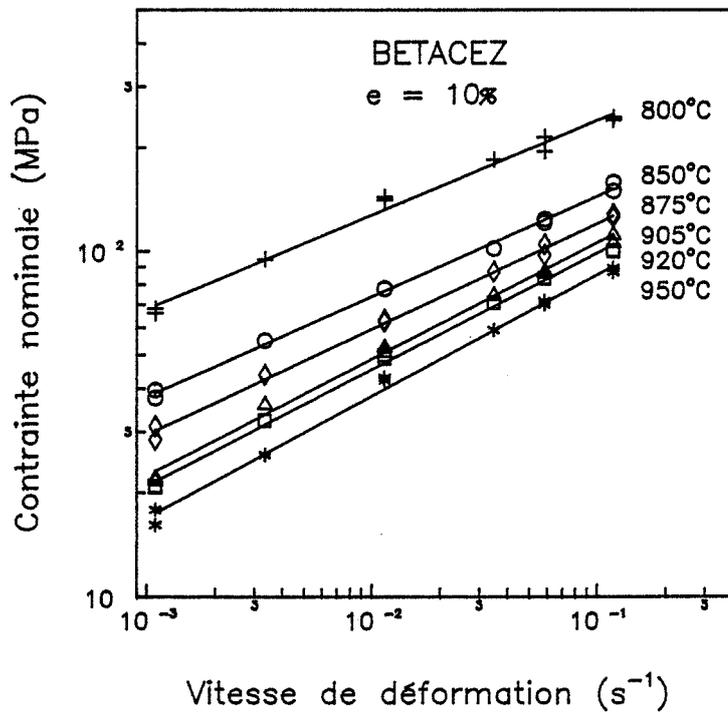
$$\bar{\epsilon} = \ln (1 - e)$$

Le calcul de la correction de vitesse de déformation qui vient d'être présenté, nécessite la connaissance du coefficient de sensibilité à la vitesse du matériau $m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon})_{\dot{\epsilon}}$.

Or les courbes contrainte-déformation sont inconnues a priori. C'est pourquoi on utilise un coefficient approché $\tilde{m} = (\partial \ln \sigma_n / \partial \ln \dot{\epsilon}_0)_e$ déterminé pour $e = 10\%$ sur tout le domaine de vitesse de déformation. Les



- a -



- b -

Figure III.28. Courbes contrainte nominale-vitesse de déformation utilisées pour la détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse \tilde{m} dans le cas des alliages : (a) TA6V et (b) BETACEZ.

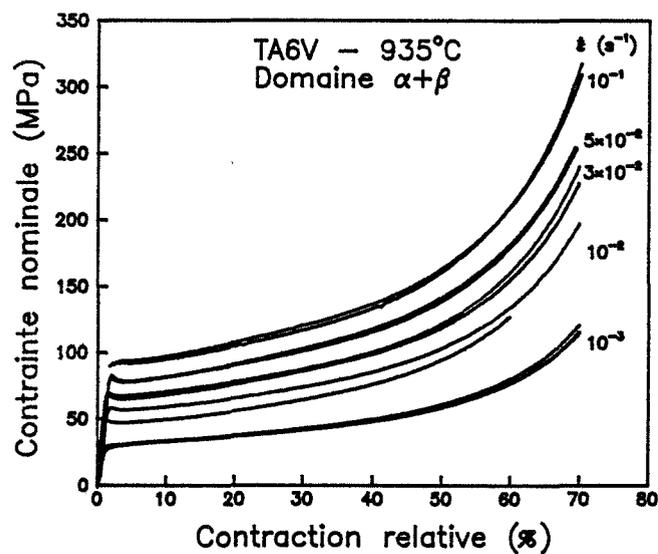
valeurs de \tilde{m} déterminées à partir des courbes représentées sur la figure III.28. sont regroupées dans les tableaux III.1. et III.2. ci-dessous.

Température (°C)	\tilde{m}	Coefficient de corrélation
900	0,24	0,99
935	0,24	0,98
950	0,24	0,98
985	0,23	0,97
1015	0,27	0,99

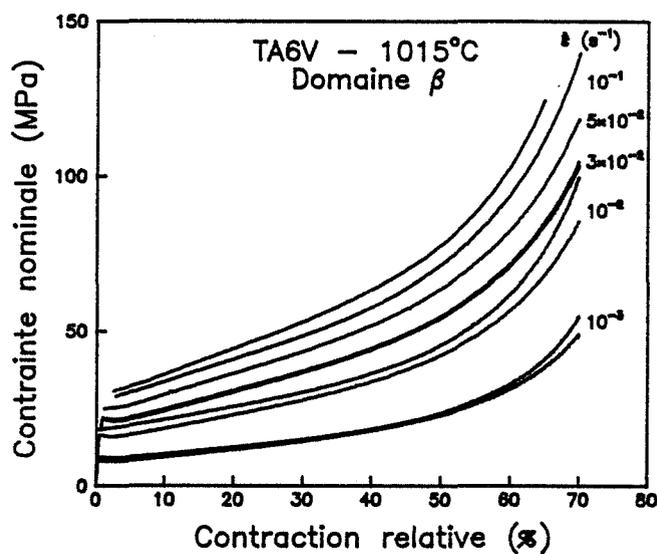
Tableau III.1. Coefficients de sensibilité à la vitesse \tilde{m} utilisés pour le dépouillement des essais réalisés sur l'alliage TA6V.

Température (°C)	\tilde{m}	Coefficient de corrélation
800	0,25	0,99
850	0,265	1
875	0,28	1
905	0,31	1
920	0,31	1
950	0,32	0,99

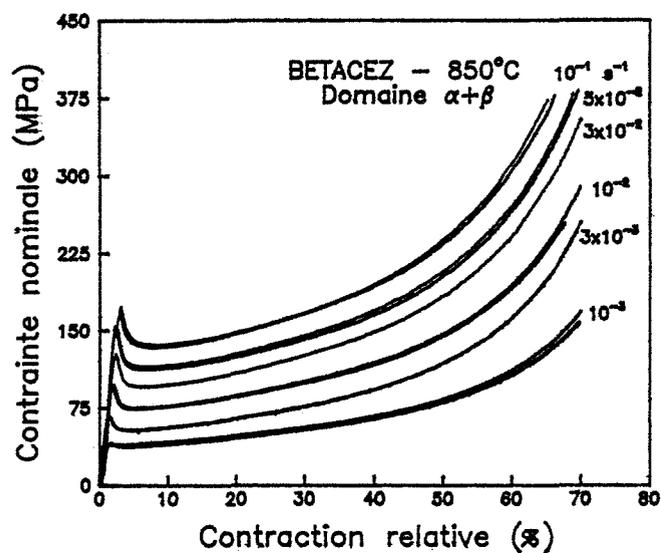
Tableau III.2. Coefficients de sensibilité à la vitesse \tilde{m} utilisés pour le dépouillement des essais réalisés sur l'alliage BETACEZ.



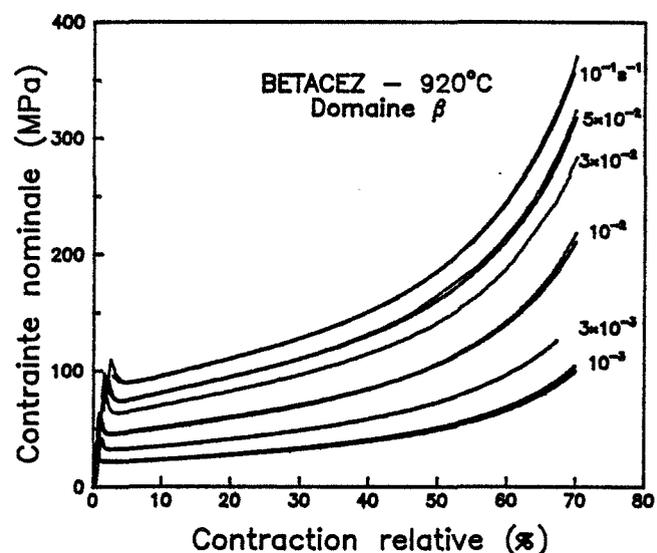
- a -



- b -



- c -



- d -

Figure III.29. Exemples de courbes contrainte nominale-contraction relative obtenues pour les alliages TA6V (a et b) et BETACEZ (c et d) dans les domaines biphasés (a et c) et monophasés (b et d), pour différentes vitesses de déformation.

III.3. Etude des courbes contrainte-déformation

La détermination des courbes contrainte-déformation est effectuée à partir des courbes contrainte nominale-contraction relative dont quelques exemples sont donnés sur la figure III.29.

On peut remarquer tout d'abord l'excellente reproductibilité des essais, plus spécialement dans le cas de l'alliage BETACEZ où le caractère isotherme des essais était amélioré par l'augmentation de la durée du palier.

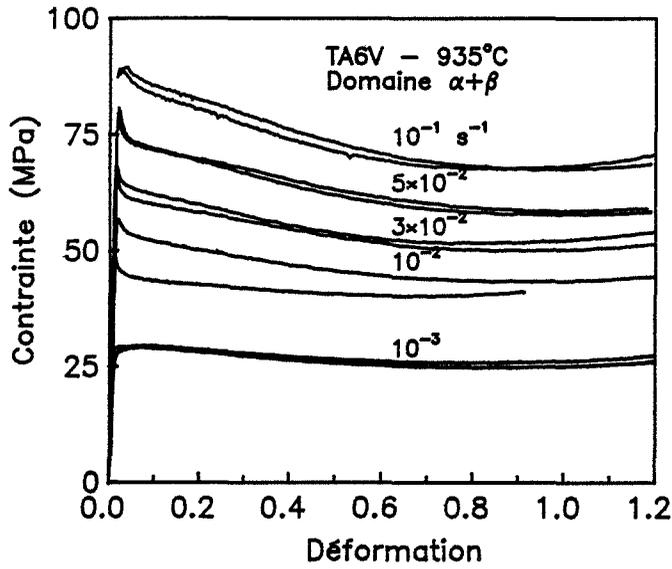
Dans le cas de l'alliage TA6V à 935°C et 10^{-2} s^{-1} la différence observée entre les deux essais s'explique par un écart de température de l'ordre de 5°C dans un domaine où la sensibilité à la température est importante (domaine biphasé).

Une fois dépassée la limite d'élasticité la contrainte nominale évolue de façon monotone et augmente de plus en plus vite d'une part à cause de l'augmentation de la section de l'échantillon, et d'autre part à cause de l'augmentation de la vitesse de déformation moyenne imposée au cours de l'essai.

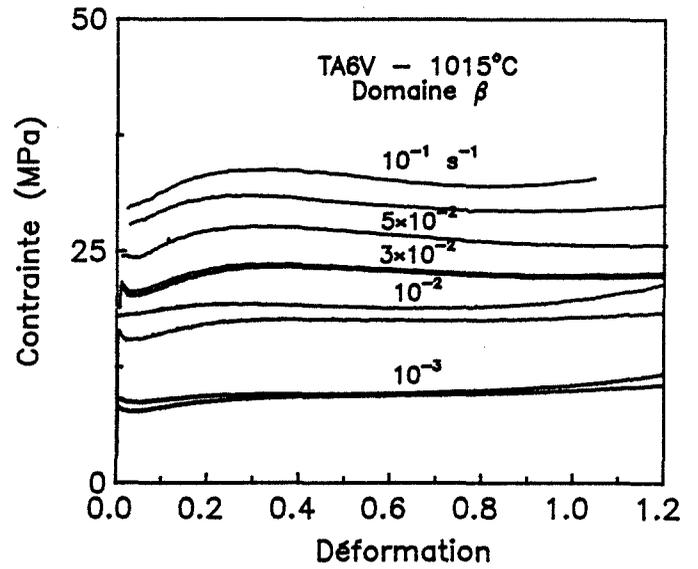
Examinons maintenant les courbes contrainte-déformation déduites des diagrammes précédents (Fig. III.30.). Elles conduisent aux remarques suivantes :

- Dans tous les cas la contrainte maximale est atteinte rapidement ($\bar{\epsilon} \leq 0,05$) ;
- Pour les essais effectués sur l'alliage TA6V, le comportement est légèrement différent dans les domaines $\alpha + \beta$ et β .

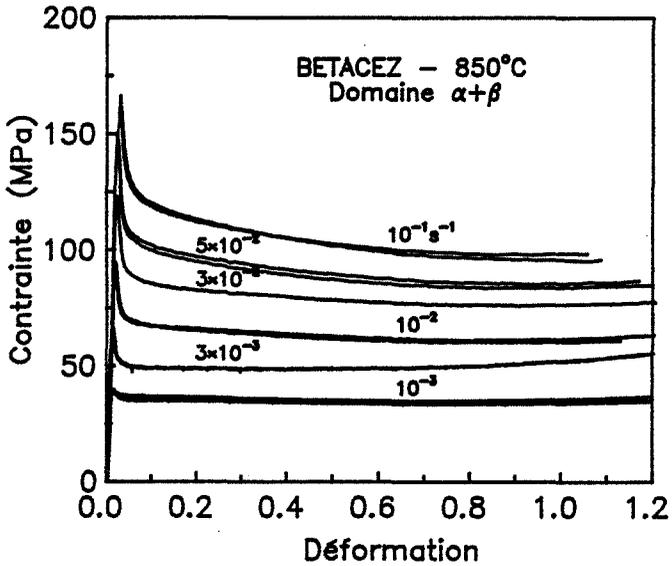
Dans le domaine biphasé, après un pic faiblement marqué, le matériau s'adoucit jusqu'à une déformation voisine de 0,5 puis la contrainte devient stationnaire (Fig. III.30.a). Au contraire dans le domaine monophasé on observe un léger durcissement jusqu'à une déformation de l'ordre de 0,3 avant que la contrainte n'atteigne également un état stationnaire (Fig. III.30.b). Le taux de durcissement augmente avec la vitesse de déformation.



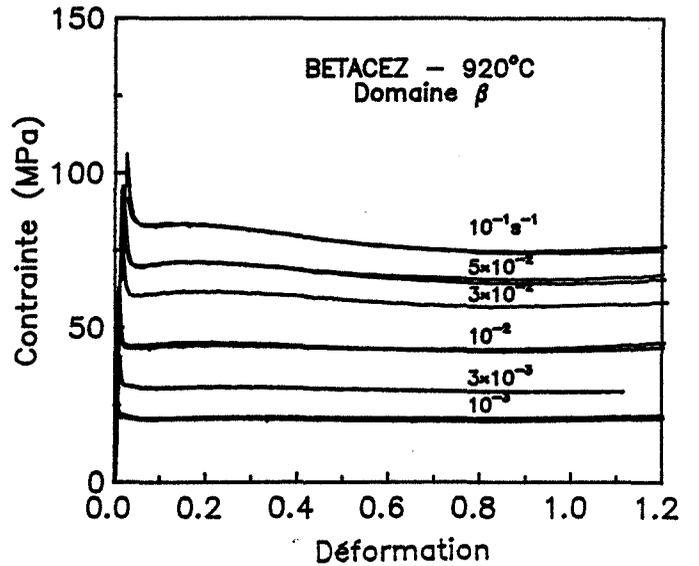
- a -



- b -



- c -



- d -

Figure III.30. Exemples de courbes contrainte-déformation obtenues pour les alliages TA6V (a et b) et BETACEZ (c et d) dans les domaines biphasés (a et c) et monophasés (b et d), pour différentes vitesses de déformation.

Pour les essais effectués sur l'alliage BETACEZ, le comportement du matériau est analogue quelle que soit la température. Après un pic initial très marqué, qui a tendance à augmenter avec la vitesse de déformation, le matériau s'adoucit légèrement jusqu'à une déformation voisine de 0,5, puis la contrainte devient stationnaire.

Cet adoucissement est plus important aux grandes vitesses de déformation, de même que pour l'alliage TA6V. Il peut être attribué à un autoéchauffement au cours de l'essai dont il n'a pas été tenu compte au cours du dépouillement. Il est en effet courant de considérer que l'échauffement adiabatique du matériau ne devient significatif que pour une vitesse de déformation supérieure à 10^{-1} s^{-1} .

Afin d'obtenir les caractéristiques rhéologiques les plus exactes possible, il est nécessaire de tenir compte, lors du dépouillement de l'essai, de l'influence du coefficient de frottement sur l'évolution de la contrainte d'écoulement. La détermination du coefficient de frottement \bar{m} (modèle de TRESCA) s'effectue généralement au moyen d'essais de compression réalisés sur des anneaux dans les mêmes conditions que lors de l'essai de compression lui-même. La mesure de la variation de diamètre intérieur de l'anneau permet de déterminer la valeur de ce coefficient sur des abaques (cf. annexe II.). Les essais réalisés sur l'alliage TA6V montrent qu'il n'y a pas de variation de \bar{m} , ni avec la température, ni avec la déformation. On prendra ainsi pour dépouiller tous les essais la valeur moyenne $\bar{m} = 0,15$.

L'expression de la contrainte σ_f corrigée est donnée par la relation suivante (CHEN et COYNE, 1976) :

$$\frac{\sigma}{\sigma_f} = 1 + \frac{\bar{m}}{3\sqrt{3}} \frac{D}{H} \quad (\text{III.4.})$$

où σ est la contrainte exprimée par l'équation (III.3.), \bar{m} le coefficient de frottement et D et H respectivement le diamètre et la hauteur de l'échantillon à chaque instant.

Comme l'échantillon est supposé se déformer de manière homogène, on a la relation suivante (conservation du volume) :

$$\frac{\pi D^2 H}{4} = \frac{\pi D_0^2 H_0}{4}$$

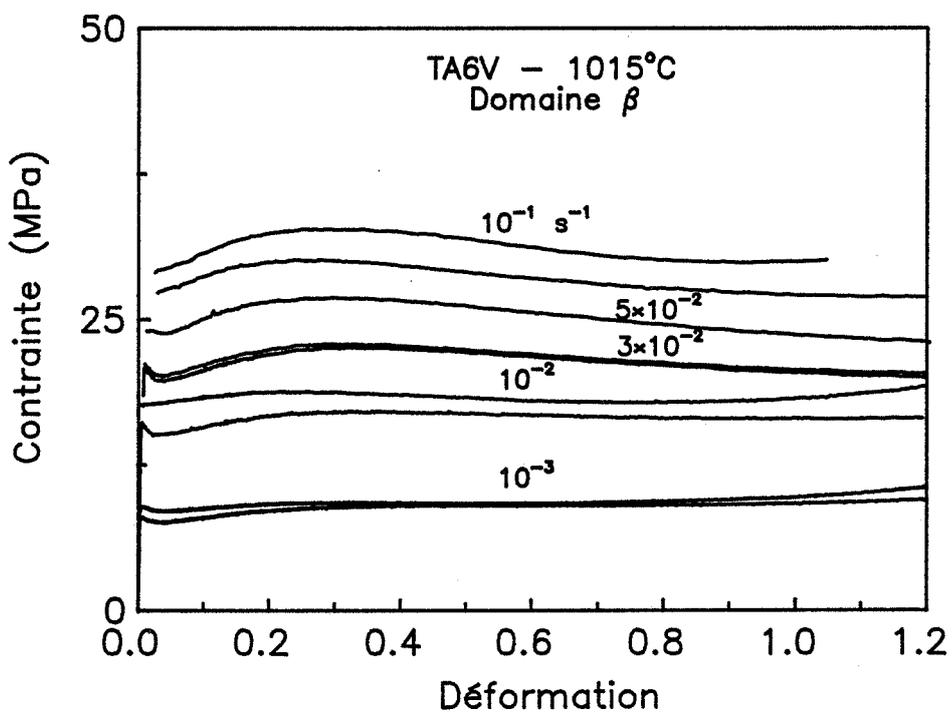
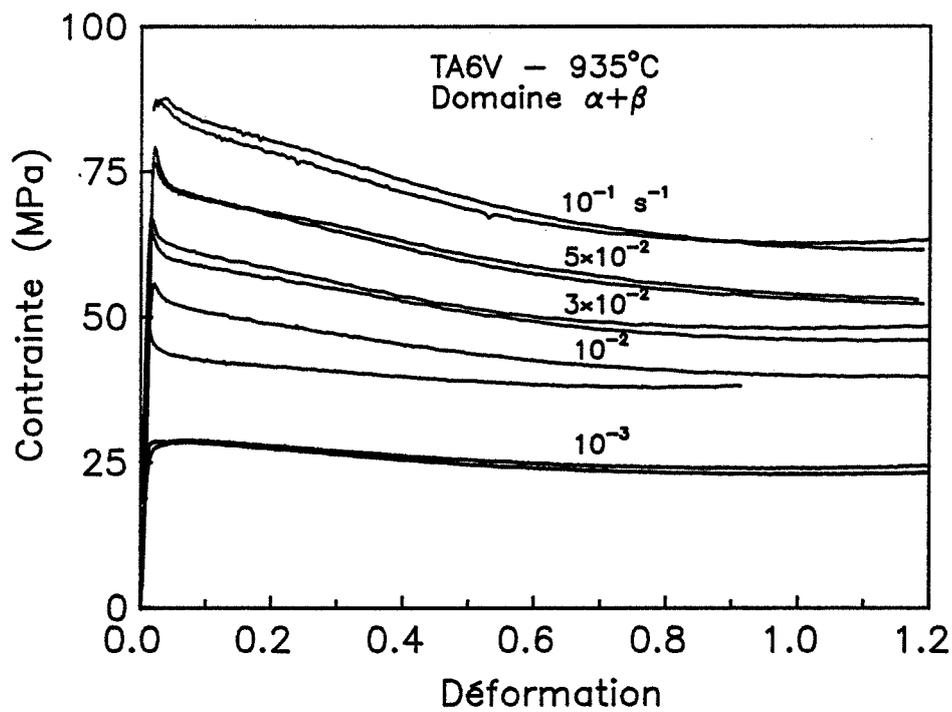


Figure III.31. Exemples de courbes contrainte-déformation obtenues pour l'alliages TA6V et corrigées en tenant compte du coefficient de frottement.

$$\Rightarrow D^2 = D_o^2 \frac{H_o}{H}$$

La relation (III.4.) s'écrit alors :

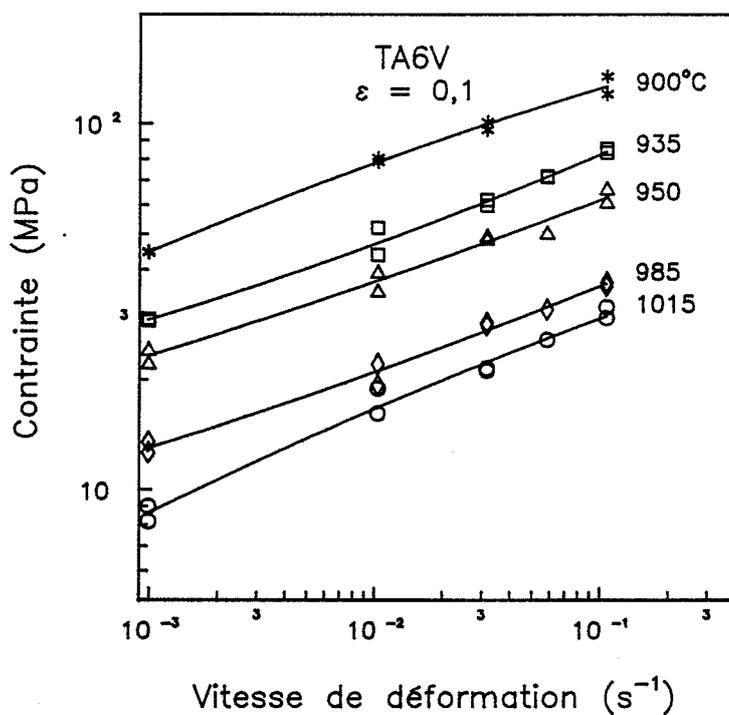
$$\frac{\sigma}{\sigma_f} = 1 + \frac{\bar{m}}{3\sqrt{3}} D_o \sqrt{H_o} \frac{1}{H^{3/2}}$$

ou bien encore avec $D_o = 10$ mm, $H_o = 15$ mm et $\bar{m} = 0,15$:

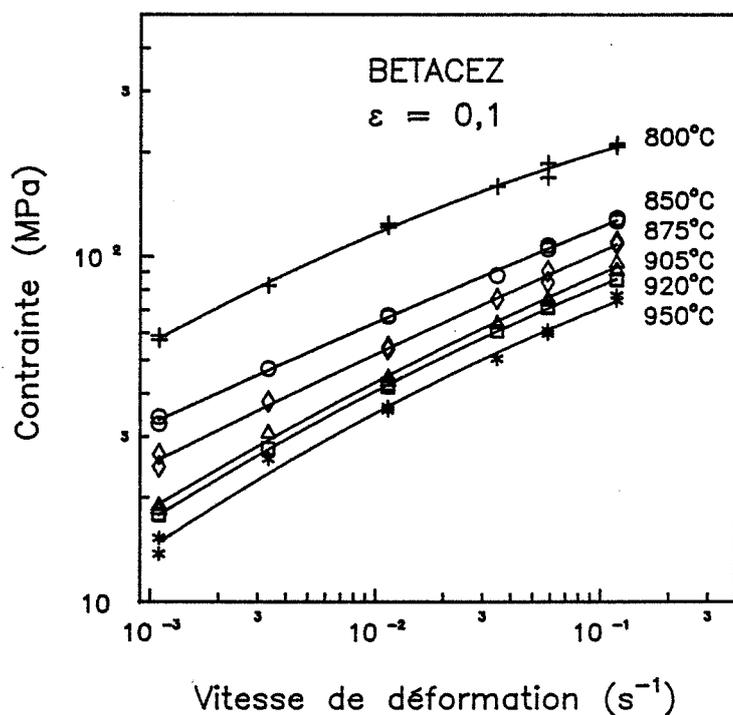
$$\frac{\sigma}{\sigma_f} \approx 1 + \frac{1,12}{H^{3/2}}$$

La correction effectuée sur les courbes contrainte-déformation est de l'ordre de 2% en début d'essai et de 10% pour la déformation maximale de 1,2.

Un exemple de courbes ainsi corrigées est donné sur la figure III.31. Cette correction est surtout sensible aux grandes déformations où elle permet de diminuer voire d'annuler la croissance de la contrainte.



- a -



- b -

Figure III.32. Courbes contrainte-vitesse de déformation utilisées pour la détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse m dans le cas des alliages :
(a) TA6V et (b) BETACEZ.

III.4. Etude du coefficient de sensibilité à la vitesse

Après avoir obtenu les courbes contrainte-déformation de la manière indiquée précédemment, il est maintenant possible de déterminer les valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse $m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon})_{\bar{\epsilon}}$, puis d'étudier ses variations avec la vitesse de déformation, la déformation et la température. La figure III.32. représente les variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation déterminées pour $\bar{\epsilon} = 0,1$ dans le cas des deux alliages. C'est à partir de ces courbes qu'a été déterminé le coefficient m , dont les valeurs sont regroupées dans les tableaux III.3. et III.4. On remarque un très bon accord entre les valeurs de \tilde{m} et celles de m .

A partir de ces courbes il est possible de ne pas se limiter à la détermination d'un coefficient de sensibilité à la vitesse constant sur tout le domaine d'étude.

Pour mettre en évidence les variations de ce paramètre en fonction de la vitesse de déformation, dont la connaissance est d'ailleurs nécessaire dans le cadre de l'approche thermodynamique (cf. chapitre IV), il est possible d'interpoler les résultats expérimentaux à l'aide par exemple d'un polynôme du second degré (Fig. III.32.). En accord avec la définition du coefficient de sensibilité à la vitesse, la tangente en tout point de la courbe donne la valeur de ce paramètre. Ses variations en fonction de la vitesse de déformation, pour toutes les températures d'essai, sont représentées sur la figure III.33.

Pour l'alliage TA6V, on note une augmentation du paramètre m avec la vitesse de déformation pour les températures de 935°C, 950°C et 985°C, et une diminution pour les deux autres températures, et ce quelle que soit la déformation.

Dans le cas de l'alliage BETACEZ, quelle que soit la température, on observe une diminution du coefficient de sensibilité à la vitesse lorsque la vitesse de déformation augmente.

Les résultats présentés sur la figure III.34., montrent la décroissance du coefficient de sensibilité à la vitesse lorsque la

Température (°C)	m	Coefficient de corrélation
900	0,23	0,99
935	0,23	0,98
950	0,22	0,98
985	0,22	0,99
1015	0,27	0,98

Tableau III.3. Valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse obtenues pour l'alliage TA6V à différentes températures.

Température (°C)	m	Coefficient de corrélation
800	0,25	0,99
850	0,26	1
875	0,28	1
905	0,31	1
920	0,30 ₅	1
950	0,31	0,99

Tableau III.4. Valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse obtenues pour l'alliage BETACEZ à différentes températures.

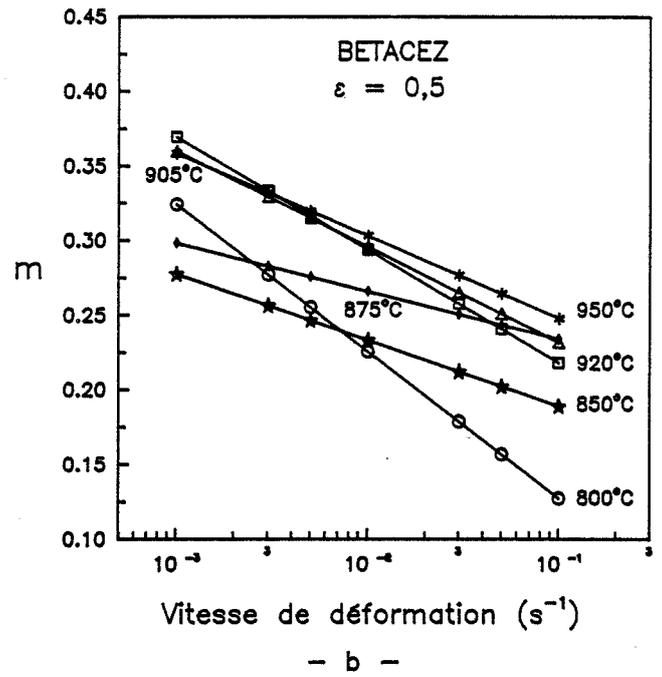
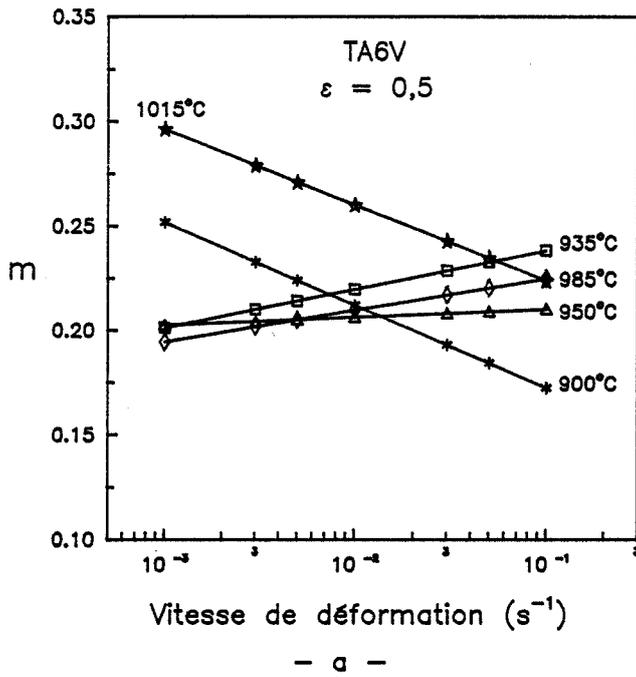


Figure III.33. Evolutions du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures dans le cas des alliages : (a) TA6V et (b) BETACEZ.

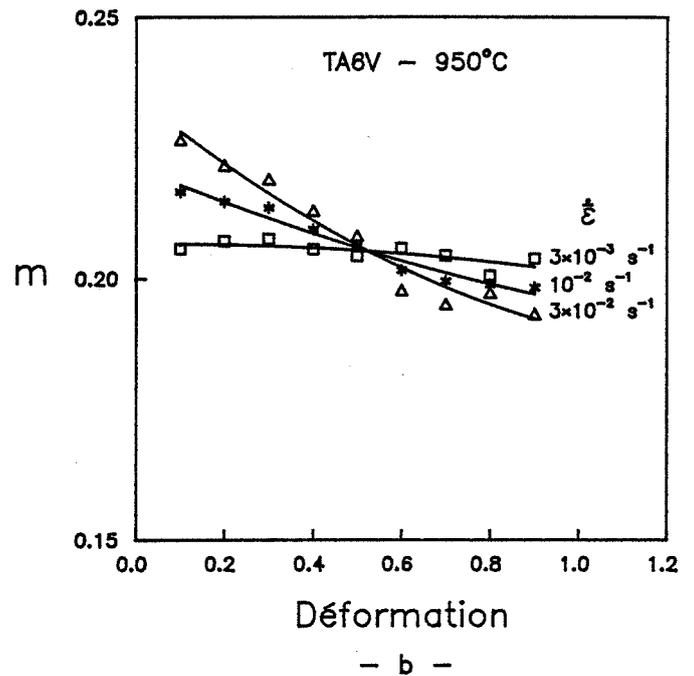
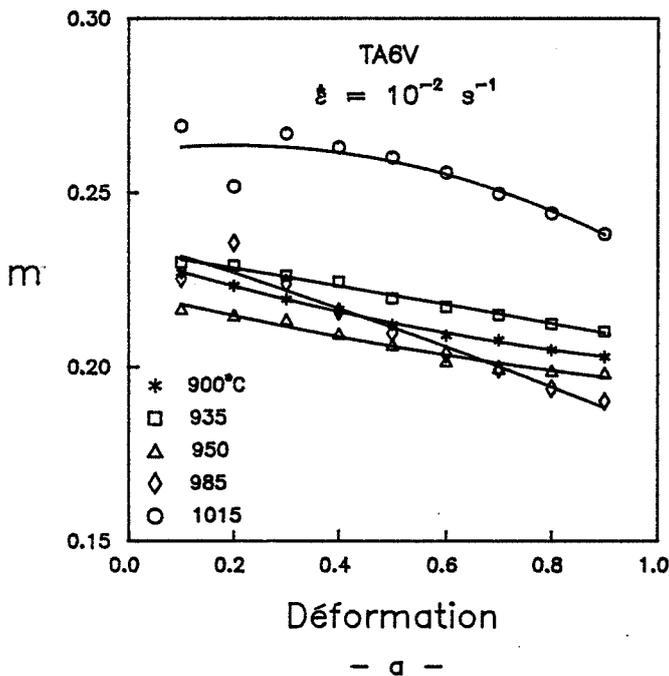


Figure III.34. Evolutions du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la déformation pour l'alliage TA6V : (a) pour une vitesse de déformation de $10^{-2} s^{-1}$ et différentes températures ; (b) pour une température de $950^{\circ}C$ et différentes vitesses de déformation.

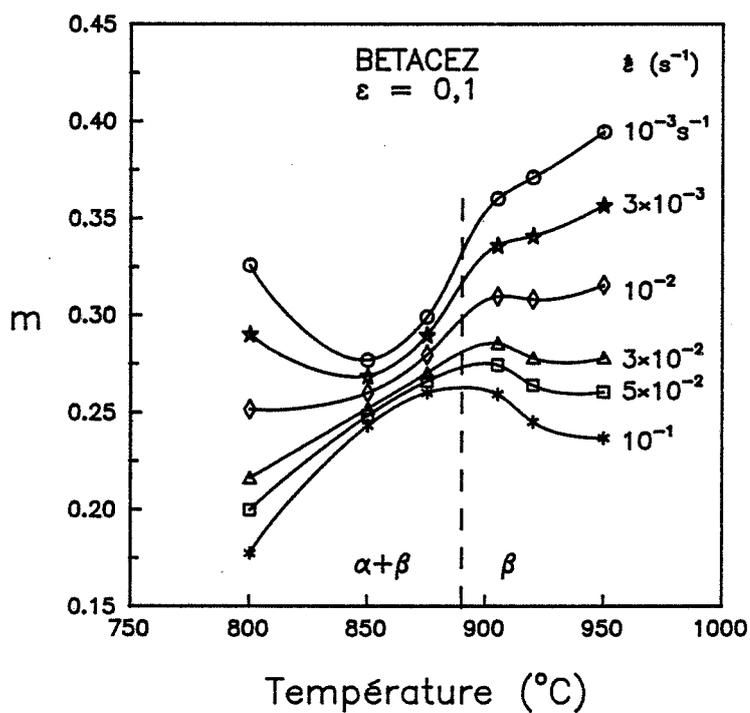
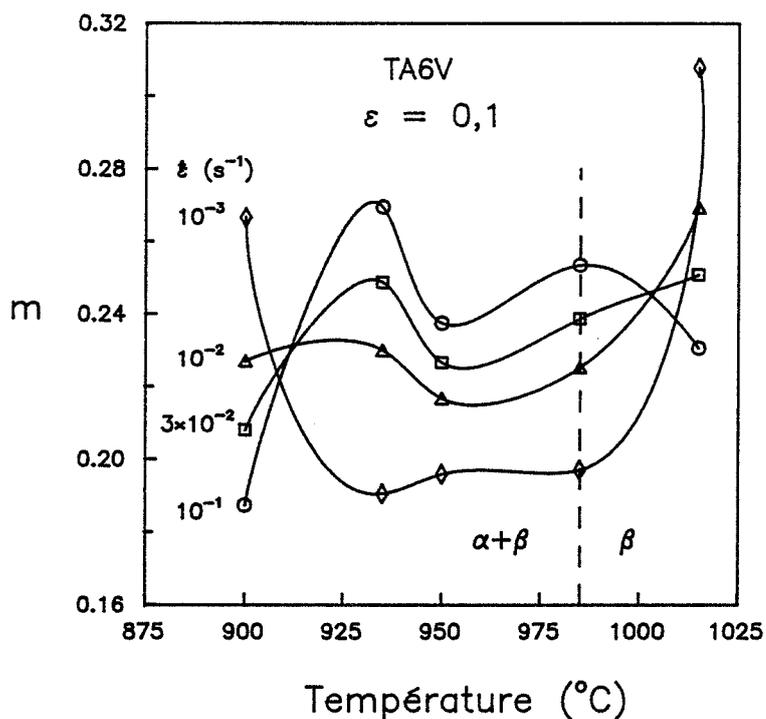


Figure III.35. Evolutions du coefficient de sensibilité à la vitesse déterminé à différentes vitesses de déformation en fonction de la température dans le cas des alliages : (a) TA6V et (b) BETACEZ.

déformation augmente quelles que soient la température et la vitesse de déformation.

Si l'on étudie maintenant les variations du paramètre m avec la température (Fig. III.35.) on remarque que les deux alliages se comportent dans l'ensemble de manière différente. Sur un domaine de températures situé au milieu du domaine d'étude, on observe une augmentation du coefficient de sensibilité à la vitesse avec la vitesse de déformation dans le cas de l'alliage TA6V et un comportement opposé dans le cas de l'alliage BETACEZ. Pour les températures situées aux extrémités du domaine d'étude les deux alliages se comportent de manière identique :

- pour les faibles vitesses de déformation (10^{-3} à 10^{-2} s $^{-1}$) on observe une décroissance du coefficient de sensibilité à la vitesse dans le domaine biphasé puis une croissance dans le domaine monophasé ;

- pour les vitesses de déformation plus élevées (10^{-2} à 10^{-1} s $^{-1}$) les variations sont opposées à celles décrites précédemment : croissance dans le domaine biphasé et décroissance dans le domaine monophasé.

Cette étude détaillée des variations du coefficient de sensibilité à la vitesse a pu être effectuée car nous disposons d'un nombre important de points expérimentaux. La reproductibilité des essais étant très bonne, les incertitudes sur les valeurs du paramètre m ainsi déterminé sont faibles.

Le seul moyen d'améliorer éventuellement la fiabilité du dépouillement consisterait à utiliser une autre courbe d'interpolation des points du diagramme $\ln \bar{\sigma} - \ln \dot{\epsilon}$. Des essais ont été effectués dans ce sens avec un polynôme du troisième degré. Les valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse ainsi obtenues dans certains domaines étaient alors incompatibles avec les mécanismes de déformation à chaud (valeurs négatives ou très élevées).

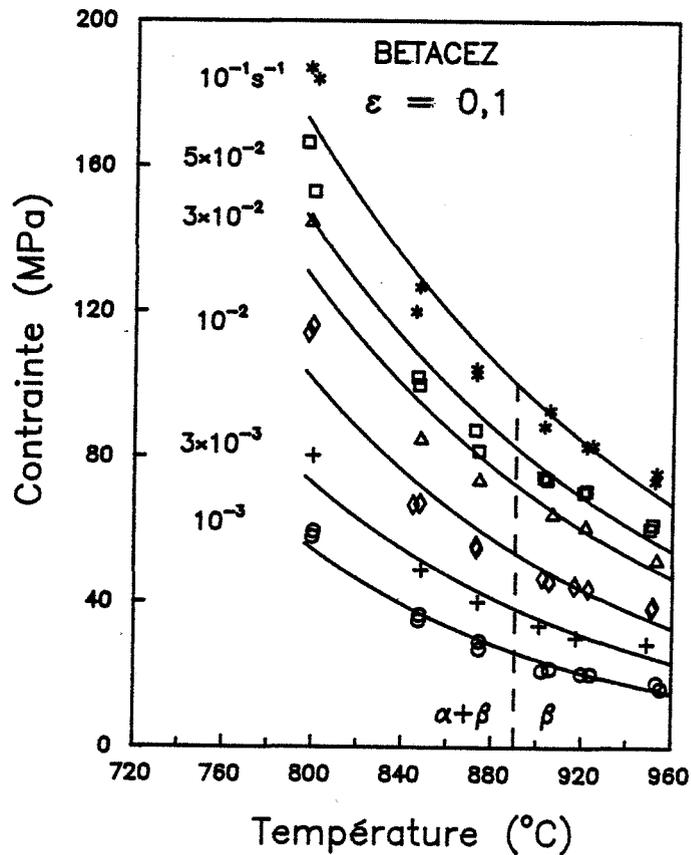
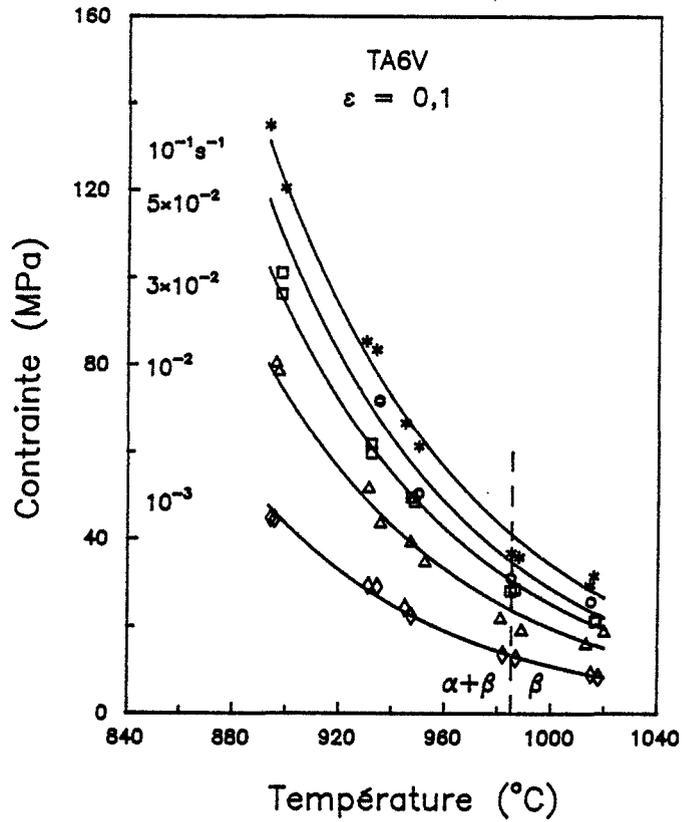


Figure III.36. Exemples de courbes contrainte-température obtenues pour différentes vitesses de déformation dans le cas des alliages :
(a) TA6V et (b) BETACEZ.

III.5. Etude de la sensibilité à la température

Quelques exemples de courbes contrainte-température relatives aux deux alliages étudiés et à l'ensemble des vitesses de déformation sont donnés sur la figure III.36. On retrouve le comportement classique des alliages de titane : la contrainte décroît rapidement dans le domaine biphasé puis beaucoup plus lentement dans le domaine monophasé. L'interpolation des résultats expérimentaux par des fonctions classiques n'est pas toujours facile. Le lissage des points expérimentaux, pour une vitesse de déformation donnée, a été effectué à l'aide d'une fonction exponentielle. Il ne faut chercher aucune interprétation physique pour justifier le choix de cette fonction de lissage, qui ne constitue qu'un moyen de représenter de manière continue l'évolution de la contrainte en fonction de la température.

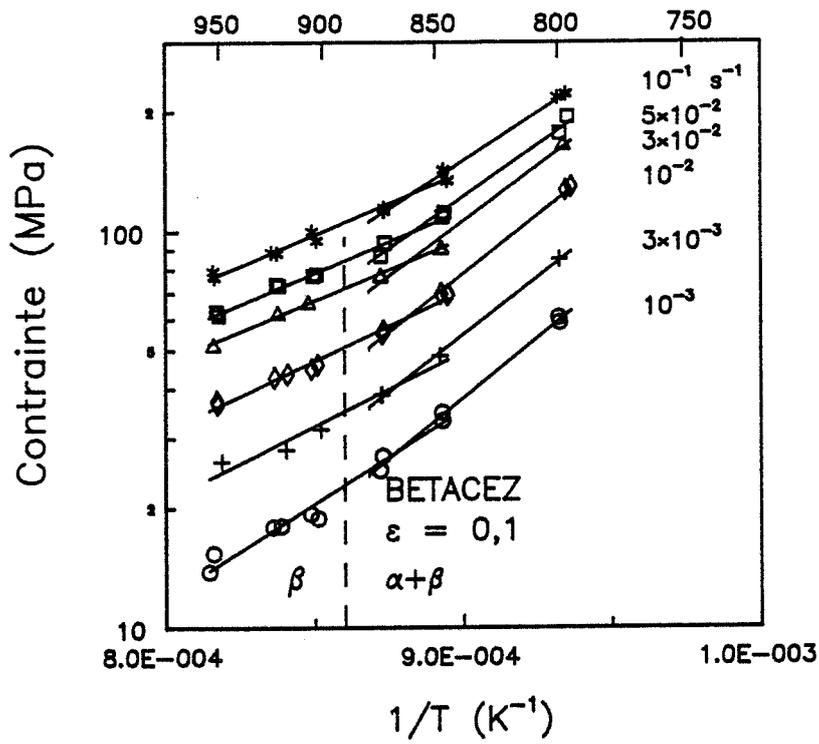
Si l'on s'intéresse uniquement aux points expérimentaux il faut noter que contrairement aux résultats de MALCOR et MONTHEILLET (1983) on n'observe pas de coude sur les courbes représentées sur la figure III.36. à une température située dix à quinze degrés au-dessous du transus. On remarque également que la contrainte demeure sensible à la température dans le domaine monophasé et ce d'autant plus que la vitesse est plus élevée.

Une autre représentation classique de ces résultats consiste à porter la contrainte en fonction de l'inverse de la température. De cette manière on détermine une énergie d'activation apparente Q

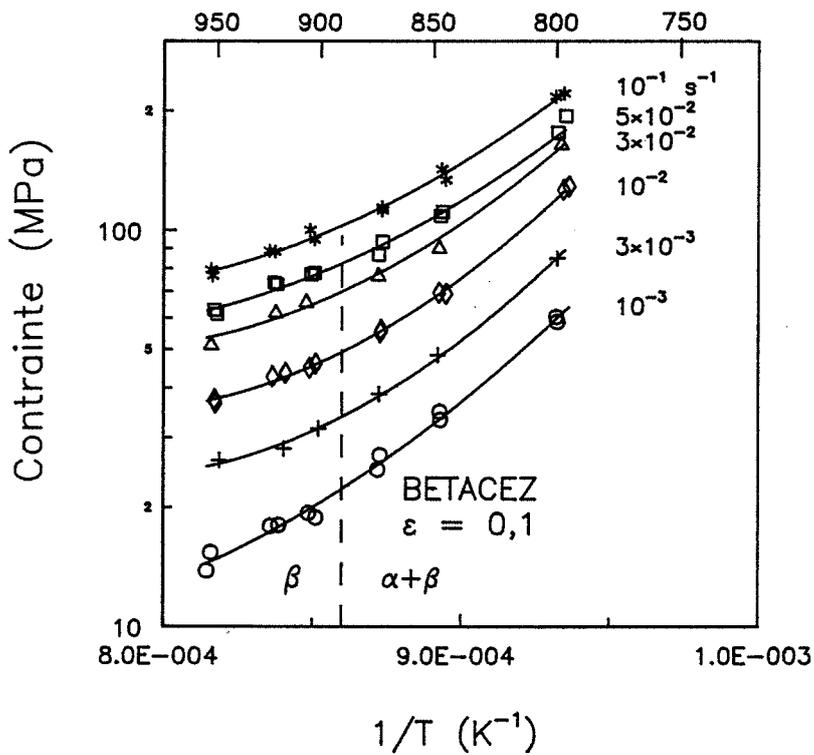
$$(Q = \frac{k}{m} \frac{\partial \ln \bar{\sigma}}{\partial \frac{1}{T}}) \quad (\text{Fig. III.37.}).$$

Dans le cas de l'alliage TA6V, si l'on suppose une énergie d'activation constante par morceaux dans différents domaines de température, on obtient une valeur de l'ordre de $550 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$ dans le domaine biphasé et de $180 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$ dans le domaine monophasé. Ces valeurs sont comparables à celles obtenues par MALCOR (1983) sur le même alliage. Dans le cas de l'alliage BETACEZ, on obtient une valeur voisine de $360 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$ pour les températures comprises entre 800 et 875°C . Pour les températures supérieures à 875°C , cette valeur diminue et vaut $204 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$.

Cependant, comme pour l'étude du coefficient de sensibilité à la vitesse, il est nécessaire dans le cadre de l'approche thermodynamique de tenir compte des variations de l'énergie d'activation apparente en fonction de la vitesse de déformation. La figure III.36. représente les résultats



- a -



- b -

Figure III.37. Exemples de courbes contrainte- $1/T$ obtenues pour l'alliage BETACEZ et pour différents types d'interpolation :
 (a) linéaire sur chaque domaine ;
 (b) polynômiale.

expérimentaux interpolés par un polynôme du second degré. On constate un bon accord entre les points expérimentaux et la courbe ainsi obtenue.

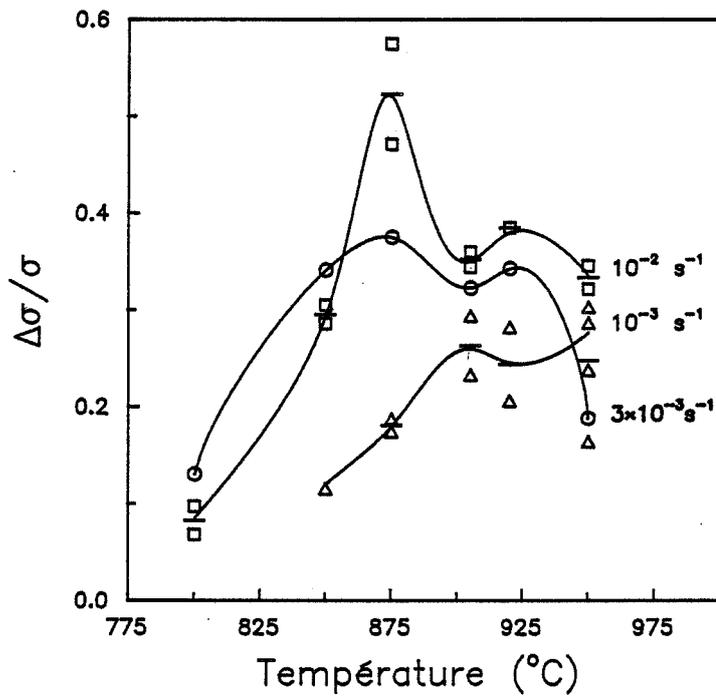
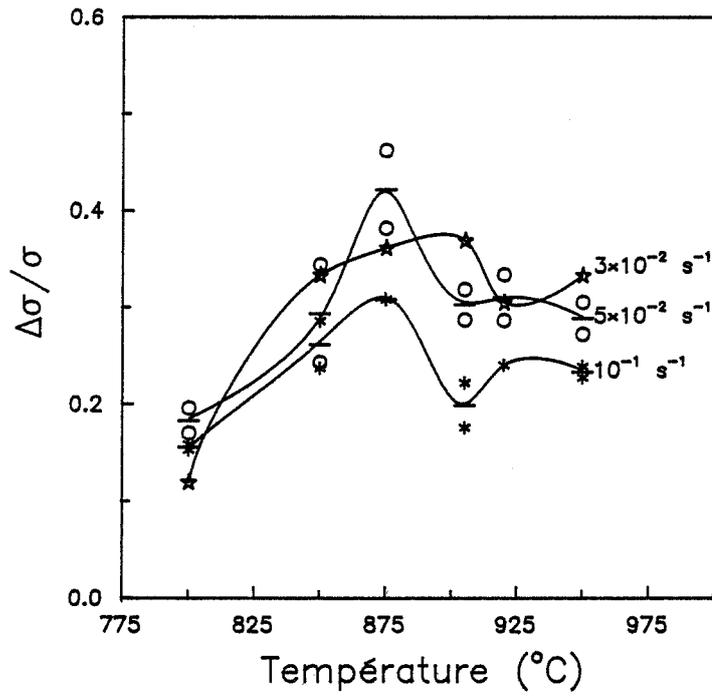


Figure III.38. Evolutions du pic initial en fonction de la température et pour différentes vitesses de déformation dans le cas du BETACEZ.

III.6. Discussion et conclusion

L'étude rhéologique qui précède a permis de caractériser complètement les deux alliages TA6V et BETACEZ du double point de vue de leurs lois de comportement ainsi que des évolutions des principaux paramètres permettant de caractériser celles-ci : sensibilité à la vitesse, sensibilité à la température, énergie d'activation apparente.

Il faut tout d'abord remarquer que les courbes contrainte-déformation présentent un domaine d'érouissage réduit aux premiers pourcent de la déformation.

Elles présentent ensuite un pic initial aigu, plus important dans le cas du BETACEZ que dans le cas du TA6V ; les évolutions de ce dernier en fonction de la température pour différentes vitesses de déformation sont présentées sur la figure III.38. Après une augmentation jusqu'à la température de 875°C, on observe pour les températures situées dans le domaine monophasé une valeur à peu près constante. De plus, à toute température, la valeur maximale est obtenue pour une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} . Les valeurs ainsi mesurées sont assez dispersées toutes conditions égales par ailleurs. Cette dispersion n'est pas uniquement due à l'échantillonnage du signal, car les valeurs ont été mesurées sur la courbe continue obtenue à l'aide d'une table traçante lors de l'essai. Elle est liée d'une part au choix du calibre de la cellule de force et d'autre part, et de manière plus importante, à la faible contrainte exercée sur l'échantillon lors du cycle thermique effectué avant la déformation. Cette faible contrainte, nécessaire pour assurer une bonne régulation de la température, peut modifier la densité de dislocations dans l'échantillon et donc la hauteur du pic. Ce résultat a déjà été observé par d'autres auteurs sur l'alliage Ti 6.2.4.2 (DADRAS et THOMAS, 1981). On peut supposer qu'il est le résultat du désancrage des dislocations initialement bloquées par des atomes de soluté en substitution. Ce phénomène peut être comparé à l'effet de "yield point" observé habituellement dans les aciers doux. Une étude par microscopie électronique d'échantillons déformés à 920°C et 10^{-2} s^{-1} n'a pas permis de confirmer cette hypothèse (SERVANT, 1990).

Après ce pic initial, les courbes contrainte-déformation sont assez régulières. Pour des déformations inférieures à 0,5 ou 0,6 et pour des tem-

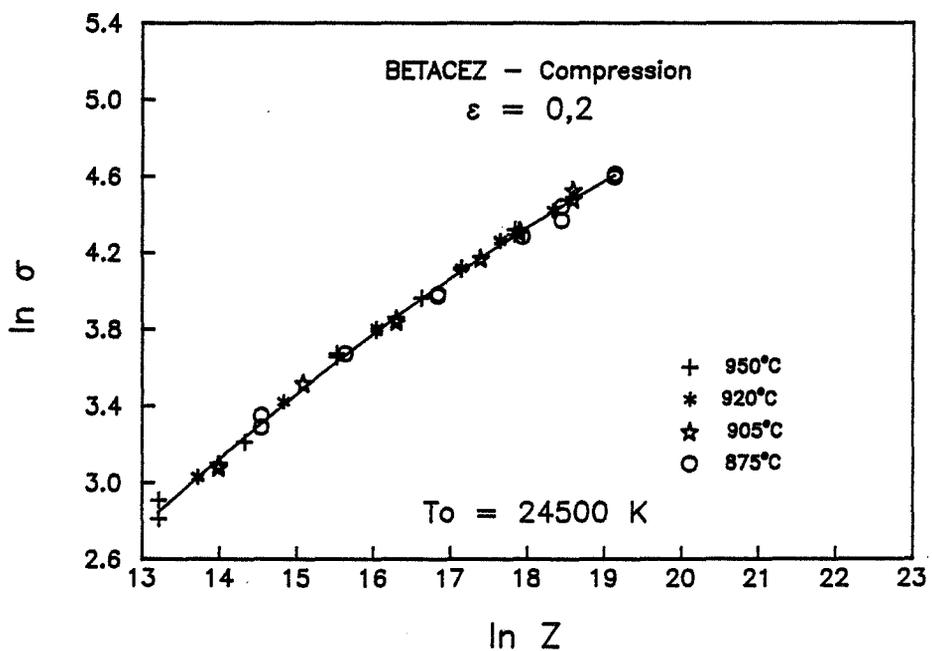
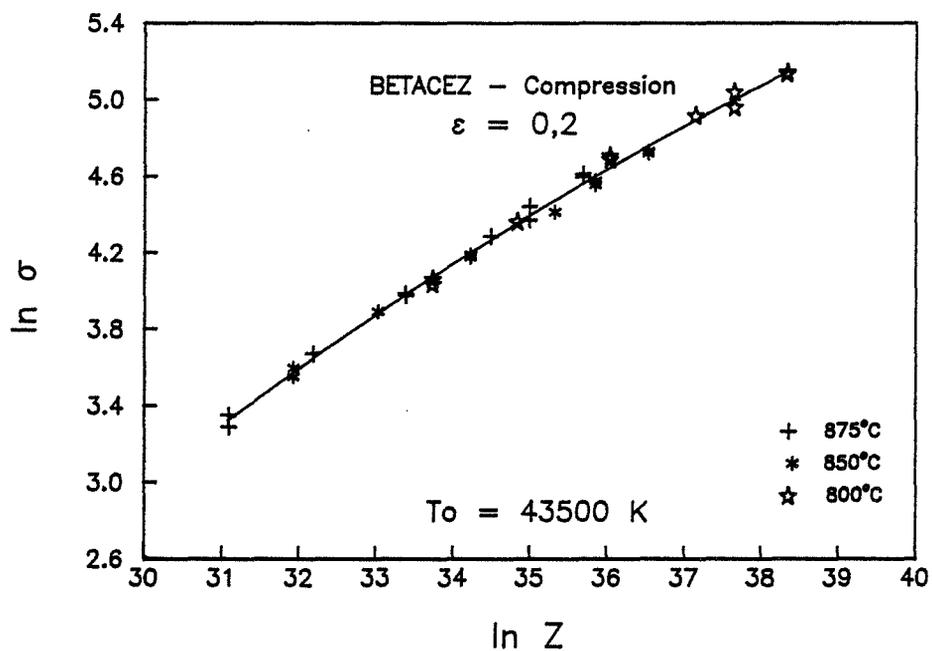


Figure III.39. Evolution de la contrainte en fonction du paramètre de ZENER-HOLLOMON dans le cas de l'alliage BETACEZ déformé de 0,2 dans les domaines biphasé (a) et monophasé (b).

pératures situées dans le domaine biphasé on note un taux d'adoucissement plus important dans le cas de l'alliage TA6V, qui est croissant avec la vitesse de déformation. Pour des températures situées dans le domaine monophasé, on observe au contraire un durcissement pour l'alliage TA6V et un très faible adoucissement pour l'alliage BETACEZ. Pour les déformations supérieures à 0,5, quelles que soient la température et la vitesse de déformation, on observe un état stationnaire dans le cas des deux alliages.

Les principaux résultats concernant le coefficient de sensibilité à la vitesse m ont permis de mettre en évidence sa décroissance en fonction de la déformation quelles que soient la vitesse de déformation et la température.

En ce qui concerne les variations de m en fonction de la vitesse de déformation, excepté pour le TA6V dans le domaine de températures 910-1000°C, on observe une augmentation de ce coefficient lorsque la vitesse de déformation diminue. Ce comportement est observé classiquement en déformation à chaud car on passe d'un comportement de type superplastique pour les faibles vitesses de déformation, où le coefficient de sensibilité à la vitesse est de l'ordre de 0,5, à des valeurs plus faibles lorsque la vitesse de déformation augmente.

L'évolution de la contrainte en fonction de la température fait apparaître un comportement classique pour les alliages de titane : décroissance rapide dans le domaine biphasé puis faible sensibilité à la température dans le domaine monophasé. Ces résultats peuvent également être représentés en fonction d'un paramètre de ZENER-HOLLOMON $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/kT)$ où Q désigne une énergie d'activation apparente moyenne (Fig. III.39.). Dans le cas du BETACEZ, on obtient ainsi deux valeurs de l'énergie d'activation apparente :

- $\approx 362 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$ dans le domaine biphasé ;
- $\approx 204 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$ dans le domaine monophasé.

Dans le diagramme $\ln \sigma - \ln Z$ tous les points expérimentaux sont bien corrélés si on les interpole par un polynôme du second degré. Il faut noter que pour les essais réalisés dans le domaine monophasé, la valeur de l'énergie d'activation ainsi obtenue est très voisine de celle obtenue par

la SNECMA pour des essais effectués sur une structure β métastable ou β entre 800 et 920°C et pour des vitesses de déformation comprises entre 2×10^{-3} et $6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ($Q = 187 \text{ kJ} \times \text{mol}^{-1}$).

CHAPITRE IV

APPROCHE THERMODYNAMIQUE DU COMPORTEMENT
RHEOLOGIQUE

IV. APPROCHE THERMODYNAMIQUE DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE

Les résultats de rhéologie présentés dans le chapitre précédent permettent de déterminer des paramètres physiques tels que le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, l'énergie d'activation apparente, etc... ainsi que leurs évolutions au cours d'une opération de mise en forme. Cependant l'étude du comportement au cours d'une déformation à chaud ne se limite pas à la connaissance des lois phénoménologiques représentatives du comportement mécanique du matériau. Les évolutions microstructurales dynamiques sont également importantes aussi bien à cause de la modification de la texture morphologique que de l'influence qu'elles peuvent avoir sur les niveaux des contraintes d'écoulement, comme on a pu le voir précédemment. C'est dans le but de relier les deux volets d'une étude rhéologique, la partie mécanique et la partie microstructurale, que PRASAD et al. (1984) ont proposé une méthode qualifiée de "Modélisation Dynamique des Matériaux" ("Dynamic Material Modeling"), qui sera présentée dans ce chapitre.

Dans une première partie, on présentera de manière théorique cette méthode et les résultats que l'on peut en attendre. Puis une nouvelle présentation des calculs sera proposée, qui tient compte dès le début des variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la vitesse de déformation. Enfin les résultats de compression à chaud obtenus sur les alliages TA6V et BETACEZ seront analysés à l'aide de cette méthode. Elle permet en principe de déterminer les domaines de température et de vitesse de déformation où la mise en forme s'effectue de manière stable.

IV.1. Présentation de la méthode de "Modélisation Dynamique des Matériaux"

Cette nouvelle méthode présentée entre autre dans des articles de PRASAD et al. (1984), MALAS (1985) et GEGEL (1986) se situe à l'opposé des approches utilisées jusqu'à présent pour caractériser le comportement des matériaux. En effet, les études du comportement rhéologique des alliages sont la plupart du temps orientées vers la recherche de lois de comportement phénoménologiques et de paramètres rhéologiques. Or les bureaux d'étude disposent de moyens de plus en plus performants (codes de calcul par éléments finis). D'autre part, les pièces actuellement développées sont de plus en plus complexes. Il est donc nécessaire et possible de tenir compte dès leur conception, non seulement des paramètres thermomécaniques (niveaux de contrainte, température, vitesses de déformation, etc...) à mettre en œuvre, mais aussi des microstructures obtenues. Ceci est d'autant plus important que les pièces ayant souvent des formes complexes, il existe des gradients de températures et de vitesses de déformation non négligeables dans le matériau. Ceux-ci conduisent à des microstructures différentes en divers points d'une même pièce, ce qui est parfois incompatible avec les propriétés d'emploi désirées.

Un des objectifs de cette méthode est donc de prévoir à partir d'essais de déformation à chaud réalisés en laboratoire des domaines de températures et de vitesses de déformation dans lesquels le matériau étudié devrait être mis en forme afin d'obtenir des microstructures acceptables. Pour cela, les auteurs cités utilisent deux approches, l'une mécanique et l'autre thermodynamique. L'utilisation de l'approche thermodynamique consiste à étudier le matériau du point de vue macroscopique et non plus microscopique comme c'était le cas pour les cartes de mécanismes de déformation proposées par ASHBY et FROST (1975).

L'idée de base de cette méthode consiste à considérer le matériau en cours de déformation comme un système capable d'absorber ou de transformer de l'énergie à chaque instant.

Au cours d'une opération de mise en forme, l'incrément de puissance plastique fourni à la pièce est :

$$d\dot{w} = d(\bar{\sigma} \dot{\bar{\epsilon}}) \quad T, \bar{\epsilon}, \text{ microstructure} \quad (\text{IV.1.})$$

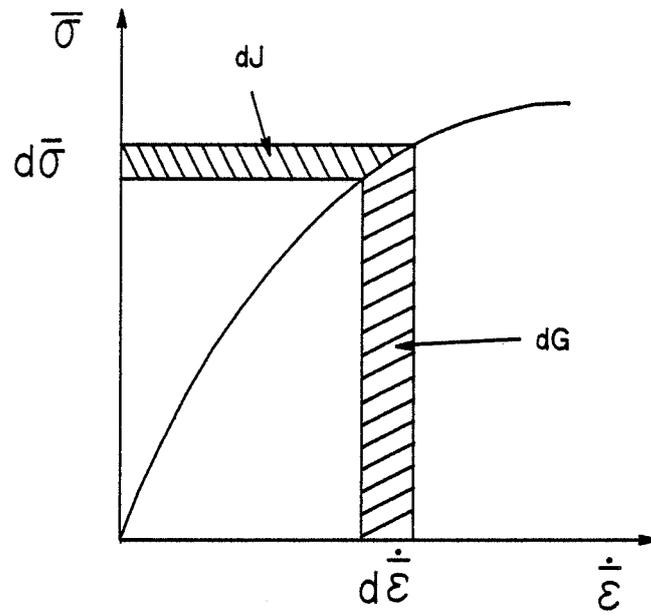


Figure IV.1. Représentation schématique de la loi de comportement d'un matériau linéaire en vitesse.

Cette relation peut aussi s'écrire :

$$dP = \bar{\sigma} d\dot{\epsilon} + \dot{\epsilon} d\bar{\sigma} = dG + dJ \quad (\text{IV.2.})$$

On fait ainsi apparaître la somme de deux termes appelés par les auteurs "G-content" et "J co-content", soit dG et dJ (Fig. IV.1.).

Le premier terme dG représente la fraction de puissance plastique convertie et dissipée en chaleur ainsi que l'énergie élastique stockée, qui est généralement faible, pendant une déformation à haute température. Le second terme dJ est relié à l'énergie potentielle du système, qui est employée pour effectuer des changements microstructuraux (restauration dynamique, croissance de grains, diffusion, superplasticité, etc...).

Si l'on suppose que le comportement du matériau est décrit par une loi puissance $\sigma = A \dot{\epsilon}^m$ on peut déduire de l'équation (IV.2.) :

$$\left(\frac{\partial J}{\partial G} \right)_{T, \dot{\epsilon}} = \left(\frac{\partial \ln \bar{\sigma}}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{T, \dot{\epsilon}} = m \quad (\text{IV.3.})$$

Le coefficient de sensibilité à la vitesse m représente donc le rapport des fractions de puissance plastique dissipées en évolutions microstructurales et en chaleur.

Le terme J peut s'écrire aussi :

$$J = \int_0^{\bar{\sigma}} \frac{\bar{\sigma}}{\dot{\epsilon}} d\bar{\sigma} = \frac{\bar{\sigma} \dot{\epsilon} m}{m+1} \quad (\text{IV.4.})$$

pour une température, une déformation et une microstructure données.

La valeur maximale de J est atteinte lorsque le matériau a un comportement newtonien ($m = 1$) et vaut $J_{\max} = \frac{\bar{\sigma} \dot{\epsilon}}{2}$.

On peut ainsi définir un paramètre η appelé efficacité de la dissipation de la puissance plastique :

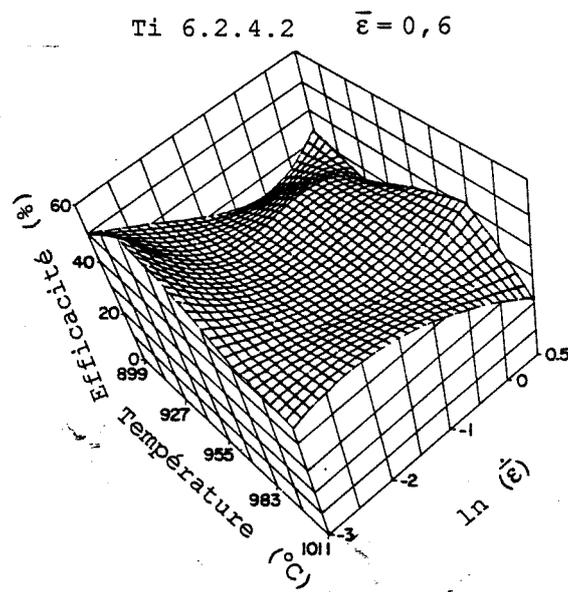


Figure IV.2. Représentation tridimensionnelle de l'évolution du paramètre η en fonction de la température et de la vitesse de déformation dans le cas de l'alliage Ti 6.2.4.2 possédant une structure en vannerie (PRASAD et al., 1984).

$$\eta = \frac{J}{J_{\max}} = \frac{2 m}{m + 1} \quad (\text{IV.5.})$$

Dans une opération de mise en forme l'objectif est alors d'obtenir une valeur maximale de ce paramètre η . Ceci revient à s'assurer que la partie de la puissance fournie au système qui est dépensée en transformations microstructurales est maximale, tandis que la partie transformée en chaleur est minimale.

A ce stade du calcul on peut déjà représenter les évolutions de l'efficacité de la déformation η en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Cela peut se faire sous la forme d'une représentation tridimensionnelle ou bien sous la forme d'une carte iso-valeurs. Un exemple est donné sur la figure IV.2. Pour obtenir ce résultat, il a été nécessaire de tenir compte dans l'expression (IV.5.) des variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Sinon pour une température donnée, la valeur de l'efficacité aurait été constante sur tout le domaine de vitesses de déformation étudié. Or, pour assurer une plus grande rigueur des calculs, il aurait été préférable de tenir compte de ces variations avec la vitesse de déformation dès l'intégration de l'équation (IV.4.). C'est ce que l'on s'est proposé de faire dans la partie suivante de ce chapitre.

Mais la connaissance de ces cartes d'efficacité de la déformation, bien qu'intéressante, ne donne pas d'indications suffisamment précises pour optimiser les principaux paramètres de la mise en forme : la température et la vitesse de déformation. Pour aller plus loin dans l'interprétation de ces cartes, MALAS (1985) et GEGEL (1986) ont utilisé les résultats de la thermodynamique des processus irréversibles proposés par PRIGOGINE et GLANSDORFF (1971).

Les matériaux sont alors considérés comme des systèmes dynamiques qui subissent des transformations irréversibles loin de l'équilibre et dont l'évolution est fortement dépendante de leur histoire thermomécanique. Les microstructures ainsi obtenues sont appelées structures dissipatives.

Les théories de stabilité de LIAPOUNOV sont appliquées au paramètre η , précédemment défini, ainsi qu'au paramètre s :

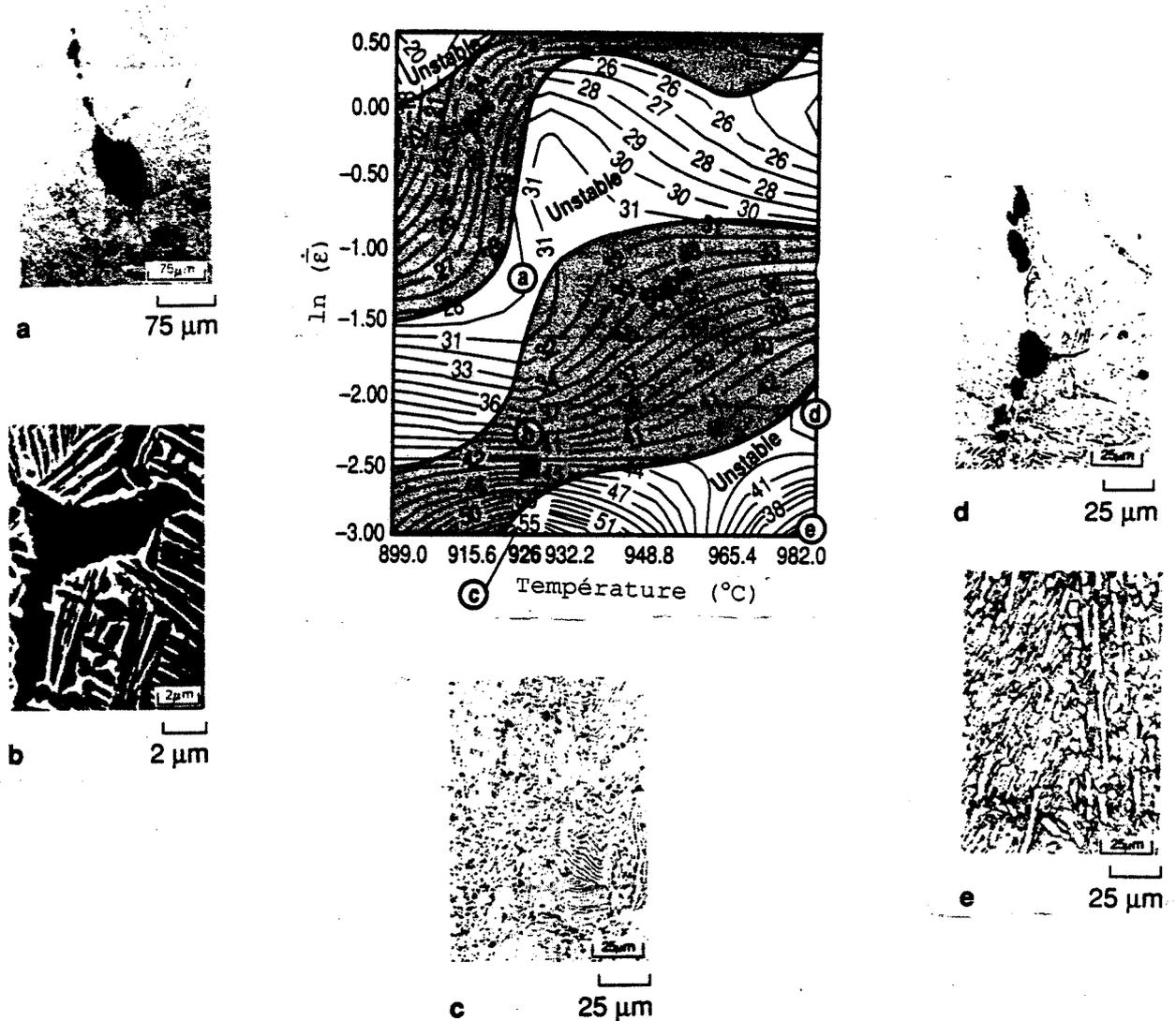


Figure IV.3. Représentation des zones de déformation stables et instables et des microstructures caractéristiques sur une carte iso-coefficient d'efficacité de la déformation, pour un alliage Ti 6.2.4.2 de structure initiale de type WIDMANSTÄTTEN déformé de 0,6 (MALAS, 1985).

(a) fissures ; (b) phase α dans une matrice β transformée ; (c) pliage et globulisation ; (d) cavité au joint de grain ; (e) phase α transformée dans une matrice $\alpha+\beta$ transformée

$$s = \frac{1}{T} \left(\frac{\partial \ln \bar{\sigma}}{\partial (1/T)} \right)_{\dot{\epsilon}, \dot{\epsilon}} \quad (\text{IV.6.})$$

afin de déterminer les limites entre les domaines de stabilité et d'instabilité.

Lorsque $\partial \eta / \partial \ln \dot{\epsilon} < 0$ la stabilité est dite mécanique.

Lorsque $\partial s / \partial \ln \dot{\epsilon} < 0$ la stabilité est dite structurale.

La déformation du matériau est dite stable lorsque les deux conditions de stabilité sont vérifiées simultanément. Dans le cas contraire, la déformation est dite instable et conduit à des défauts dans les microstructures ainsi obtenues : cavités aux joints de grains, bandes de cisaillement, grossissement de grains, etc...

Cette méthode a été appliquée avec succès, semble-t-il, à différents alliages. Un exemple de résultats est présenté sur la figure IV.3. pour un alliage Ti 6.2.4.2 traité dans le domaine β . Il faut noter la présence de trois zones d'instabilité dans le domaine de températures et de vitesses de déformation étudié.

Des exemples de microstructures obtenues après des essais effectués dans des conditions de température et de vitesse de déformation situées dans les différentes zones de stabilité ou d'instabilité montrent le type de défauts que l'on peut obtenir.

Il faut cependant rester vigilant quant à la validité des résultats ainsi obtenus. En effet il faut savoir que cette méthode de dépouillement des essais rhéologiques a été appliquée dans le cas présent à des résultats bibliographiques provenant de deux auteurs différents. Les microstructures initiales et les alliages, bien qu'étant semblables, n'étaient pas forcément identiques. Enfin le nombre de points expérimentaux était relativement faible :

- quatre vitesses de déformation pour un intervalle couvrant trois décades ;
- cinq températures pour un intervalle de 110°C.

Etant donné que la méthode proposée fait intervenir des dérivées secondes de la contrainte par rapport à la vitesse de déformation et des dérivées de la contrainte par rapport à la température puis par rapport à la vitesse de déformation, le nombre de points expérimentaux peut sembler insuffisant pour apprécier des variations de cet ordre.

IV.2. Expression analytique du coefficient d'efficacité

Comme on l'a démontré dans la partie précédente (cf. IV.1.) le calcul du coefficient d'efficacité présenté dans la bibliographie ne tient pas correctement compte des variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la vitesse de déformation.

Nous proposons donc ici, en s'aidant des résultats présentés dans le chapitre précédent, une expression analytique plus rigoureuse du coefficient d'efficacité dans le cas où le coefficient de sensibilité à la vitesse m dépend de la vitesse de déformation.

Il est couramment admis que le paramètre m est en première approximation indépendant de la vitesse de déformation, dans un domaine d'étude raisonnable, ce qui permet d'écrire :

$$\ln \bar{\sigma} = m^* \ln \dot{\epsilon} + b \quad (\text{IV.7.})$$

où m^* et b sont déterminés facilement par une régression linéaire utilisant par exemple la méthode des moindres carrés.

Les valeurs expérimentales de la fonction $\ln \bar{\sigma} = f(\ln \dot{\epsilon})$ peuvent être interpolées plus finement au moyen d'un polynôme du second degré, soit :

$$\ln \bar{\sigma} = A (\ln \dot{\epsilon})^2 + B \ln \dot{\epsilon} + C \quad (\text{IV.8.})$$

Les valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse, pour toute valeur de $\dot{\epsilon}$, sont alors obtenues en calculant la tangente au polynôme au point étudié.

De préférence à l'intégrale $J = \int_0^{\dot{\epsilon}} \frac{\bar{\sigma}}{\dot{\epsilon}} d\bar{\sigma}$, on utilisera l'intégrale

$$G = \int_0^{\dot{\epsilon}} \bar{\sigma} d\dot{\epsilon} \quad \text{pour le calcul du coefficient d'efficacité } \eta.$$

En remplaçant $\bar{\sigma}$ par son expression en fonction de $(\ln \dot{\epsilon})$ déduite de l'expression (IV.8.), il est impossible de calculer analytiquement l'intégrale G.

A partir des interpolations par une régression linéaire (IV.7.) et polynômiale de degré 2 (IV.8.), écrivons donc l'expression (IV.8.) comme la somme de (IV.7.) et d'un polynôme $P(\ln \dot{\epsilon})$ du second degré :

$$\ln \bar{\sigma} = A (\ln \dot{\epsilon})^2 + B \ln \dot{\epsilon} + C = m^* \ln \dot{\epsilon} + b + \alpha (\ln \dot{\epsilon})^2 + \beta \ln \dot{\epsilon} + \gamma \quad (\text{IV.9.})$$

Le polynôme $P(\ln \dot{\epsilon}) = \alpha (\ln \dot{\epsilon})^2 + \beta \ln \dot{\epsilon} + \gamma$ représente l'écart à la valeur moyenne du coefficient de sensibilité à la vitesse.

L'équation (IV.9.) permet d'obtenir l'expression suivante de la contrainte :

$$\bar{\sigma} = \exp(m^* \ln \dot{\epsilon} + b) \exp \left[\alpha (\ln \dot{\epsilon})^2 + \beta \ln \dot{\epsilon} + \gamma \right] \quad (\text{IV.10.})$$

Cette expression peut se simplifier en remarquant que pour toute valeur de la vitesse de déformation comprise dans le domaine d'étude, la valeur du polynôme P est voisine de zéro.

L'équation (IV.10.) est alors équivalente à :

$$\bar{\sigma} = K \dot{\epsilon}^{m^*} \left[1 + \alpha (\ln \dot{\epsilon})^2 + \beta \ln \dot{\epsilon} + \gamma \right]$$

L'intégrale G s'écrit donc :

$$G = \int_0^{\dot{\epsilon}} K \dot{\epsilon}^{m^*} \left[\alpha (\ln \dot{\epsilon})^2 + \beta \ln \dot{\epsilon} + \gamma + 1 \right] d\dot{\epsilon} \quad (\text{IV.11.})$$

Effectuons le changement de variable suivant :

$$\ln \frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon} = X \quad \Rightarrow \quad \frac{d\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}} = dX$$

L'intégrale (IV.11.) s'écrit alors :

$$G = \int_{-\infty}^{\ln \frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon}} \left[K \alpha X^2 (\exp X)^{m^*+1} + K \beta X (\exp X)^{m^*+1} + K (\gamma+1) (\exp X)^{m^*+1} \right] dX \quad (\text{IV.12.})$$

L'expression (IV.12.) est donc la somme de trois intégrales qui se calculent séparément sans difficulté.

Par exemple :

$$G_1 = K \alpha \int_{-\infty}^{\ln \frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon}} X^2 (\exp X)^{m^*+1} dX \quad (\text{IV.13.})$$

s'intègre sous la forme :

$$Y = (P X^2 + Q X + R) (\exp X)^{m^*+1}$$

où P, Q et R sont des nombres réels.

La dérivée de cette solution est :

$$\frac{dY}{dX} = \left[2 P X + Q + (m^*+1) (P X^2 + Q X + R) \right] (\exp X)^{m^*+1} \quad (\text{IV.14.})$$

En identifiant les termes de même degré des expressions (IV.13.) et (IV.14.), on obtient le système :

$$\begin{cases} (m^*+1) P = 1 \\ (m^*+1) Q + 2 P = 0 \\ (m^*+1) R + 2 Q = 0 \end{cases}$$

et donc :

$$\begin{cases} P = 1 / (m^*+1) \\ Q = -2 / (m^*+1)^2 \\ R = -2 / (m^*+1)^3 \end{cases}$$

La valeur de l'intégrale G_1 est donc :

$$G_1 = \frac{K \alpha}{m^*+1} \left[(\ln \dot{\epsilon})^2 - \frac{2 \ln \dot{\epsilon}}{m^*+1} + \frac{2}{(m^*+1)^2} \right] \dot{\epsilon}^{m^*+1}$$

Les deux autres intégrales qui composent l'expression (IV.12.) se calculent encore plus facilement.

Le coefficient η s'écrit finalement en fonction de G :

$$\eta = \frac{J}{J_{\max}} = \frac{\bar{\sigma} \dot{\epsilon} - G}{\frac{\bar{\sigma} \dot{\epsilon}}{2}} = 2 - \frac{2 G}{\bar{\sigma} \dot{\epsilon}}$$

ou bien encore tous calculs effectués :

$$\eta = \frac{2 m^*}{m^*+1} + \frac{2}{(m^*+1)^3} \frac{2 \alpha (m^*+1) \ln \dot{\epsilon} - 2 \alpha + \beta (m^*+1)}{\alpha (\ln \dot{\epsilon})^2 + \beta \ln \dot{\epsilon} + \gamma + 1}$$

Cette expression se simplifie en remarquant comme précédemment que pour toute valeur de la vitesse de déformation, la valeur du polynôme P est voisine de zéro.

La nouvelle expression du coefficient d'efficacité est donc :

$$\eta = \frac{2 m^*}{m^*+1} + \frac{2}{(m^*+1)^3} \left[2 \alpha (m^*+1) \ln \dot{\epsilon} - 2 \alpha + \beta (m^*+1) \right] \quad (\text{IV.15.})$$

Pour $\alpha = \beta = \gamma = 0$, c'est-à-dire lorsque le coefficient de sensibilité à la vitesse est constant sur tout le domaine de vitesse de déformation, on vérifie que cette expression est égale à celle utilisée par PRASAD et al. (1984).

Cette expression est fonction de la vitesse de déformation et le critère de stabilité "mécanique" devient donc :

$$\partial \eta / \partial \ln \dot{\epsilon} < 0 \Leftrightarrow \alpha < 0$$

L'étude de la stabilité "structurale", a été menée de manière similaire. Les courbes $\ln \bar{\sigma} - 1/T$ présentées dans le chapitre précédent ont été interpolées par des polynômes du second degré afin de faire ressortir des variations de l'énergie d'activation apparente en fonction de la température.

Des courbes représentant l'évolution du paramètre s , défini par la relation (IV.6.), en fonction de la vitesse de déformation et paramétrées par la température sont alors tracées. L'étude de leur dérivée par rapport à la vitesse de déformation permet de définir les domaines de stabilité "structurale" lorsque celle-ci est de signe négatif.

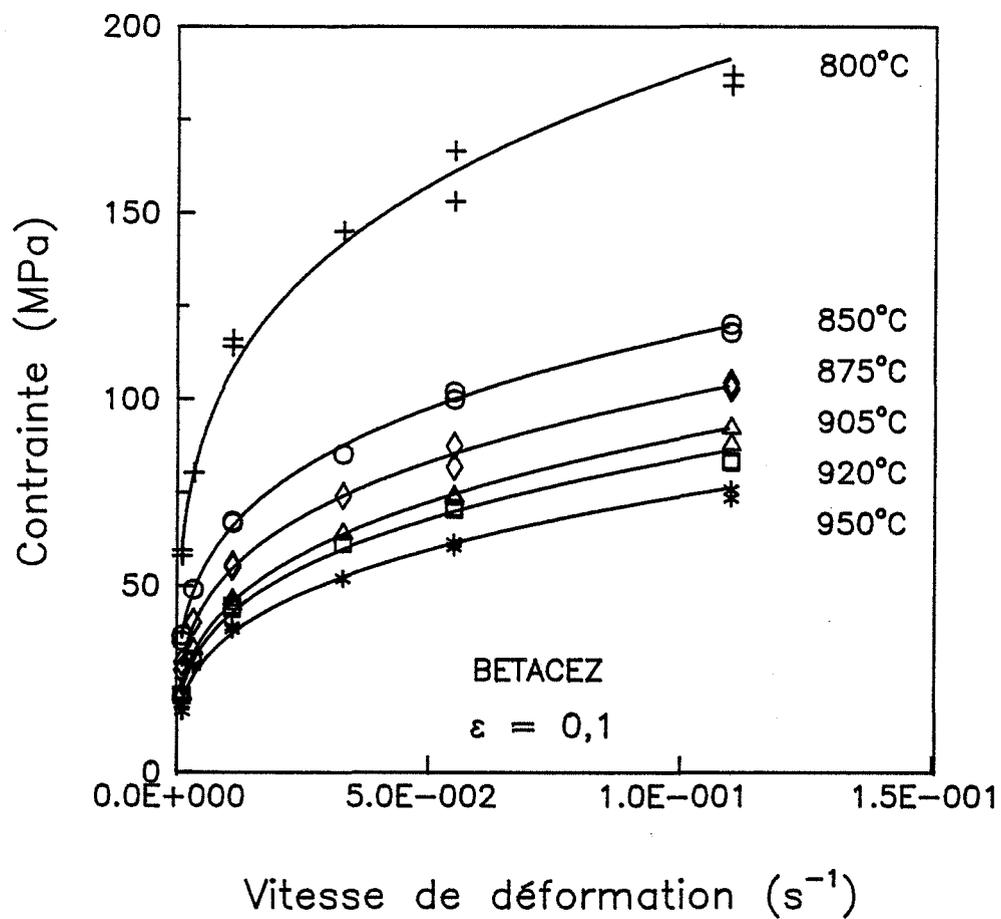


Figure IV.4. Exemples de courbes contrainte-vitesse de déformation obtenues pour l'alliage BETACEZ à différentes températures.

IV.3. Résultats

Dans cette étude le comportement du matériau est supposé décrit en première approximation par une loi puissance. La figure IV.4., qui représente l'évolution de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures, montre un excellent accord entre les points expérimentaux et la courbe puissance qui interpole ces résultats. On visualise donc bien sur cette figure les deux termes "G-content" et "J co-content" qui sont les aires situées au-dessous et au-dessus de chaque courbe.

A partir des résultats expérimentaux présentés dans le chapitre précédent, il est possible de porter pour différentes déformations les évolutions du coefficient d'efficacité η en fonction de la température et de la vitesse de déformation (Fig. IV.5.). On peut tout d'abord remarquer une évolution générale de ce paramètre η qui tend à diminuer en fonction de la déformation. Cette évolution est plus nette dans le cas de l'alliage TA6V. De plus la valeur maximale est atteinte pour les hautes températures et les faibles vitesses de déformation alors que la valeur minimale est atteinte pour les basses températures et les grandes vitesses de déformation. Cette remarque est valable dans le cas des deux alliages et plus nettement pour les faibles déformations.

Les faibles oscillations observées sur les sections à température constante résultent de la méthode d'interpolation des valeurs expérimentales nécessaire pour le tracé des représentations tridimensionnelles.

Si l'on s'intéresse maintenant à la stabilité "mécanique" il faut examiner les variations du coefficient d'efficacité η en fonction de la vitesse de déformation. On a démontré dans la section précédente que l'étude de cette stabilité revenait à étudier le signe du coefficient α . La figure IV.6. représente l'évolution des différents paramètres de la loi de comportement définis par l'expression (IV.9.) en fonction de la température, dans le cas des deux alliages déformés de 0,1. Les valeurs du paramètre α déterminées pour l'alliage TA6V sont positives sur un intervalle de températures délimité par les points I et J. Dans cet intervalle on a donc instabilité "mécanique", au contraire de l'alliage BETACEZ où on n'observe pas un tel domaine.

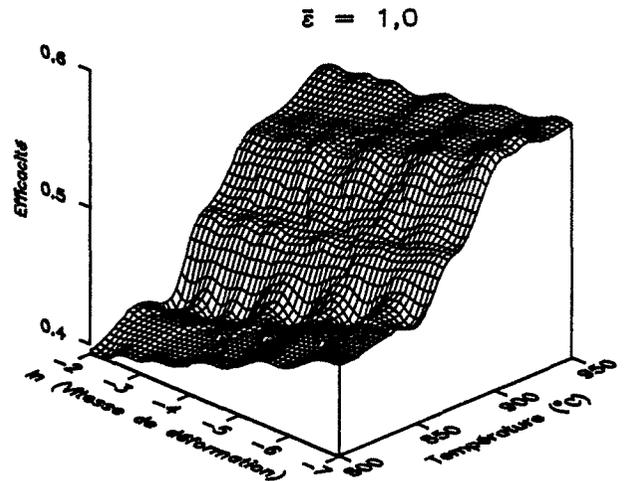
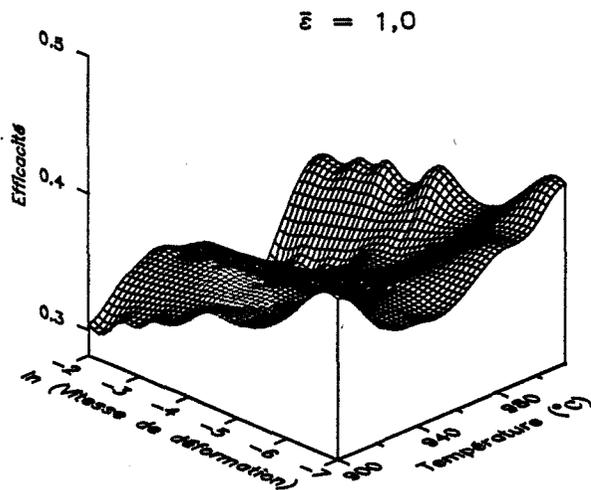
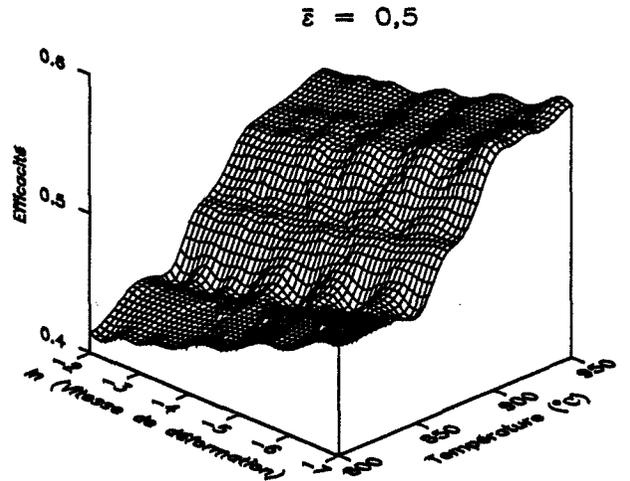
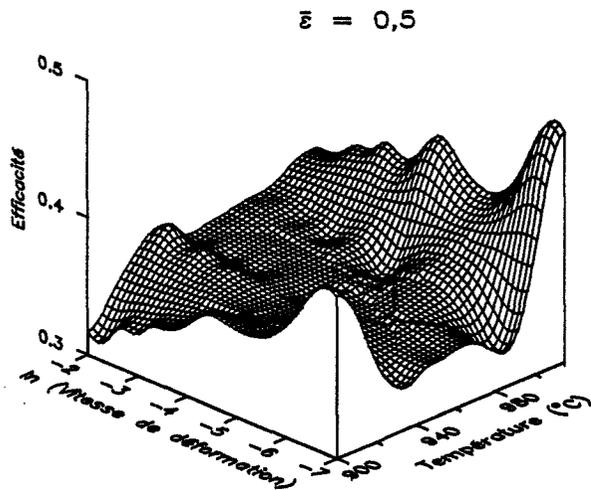
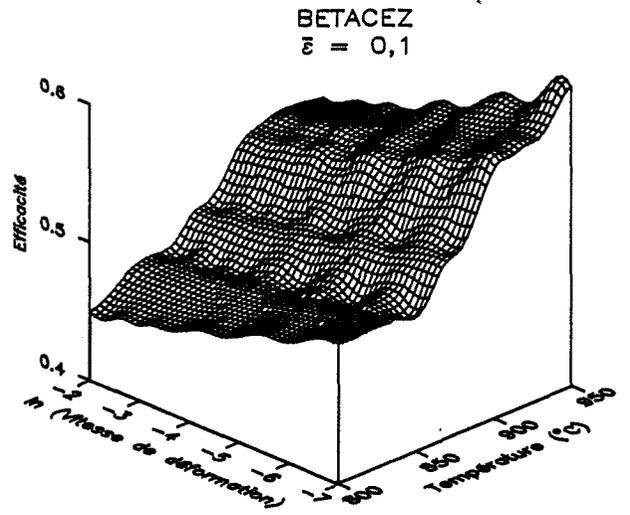
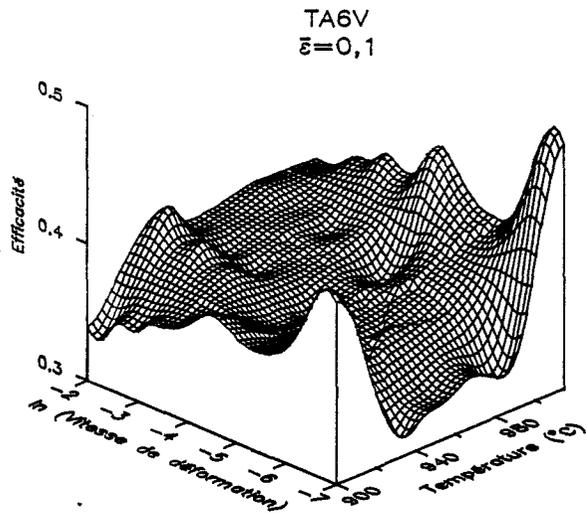
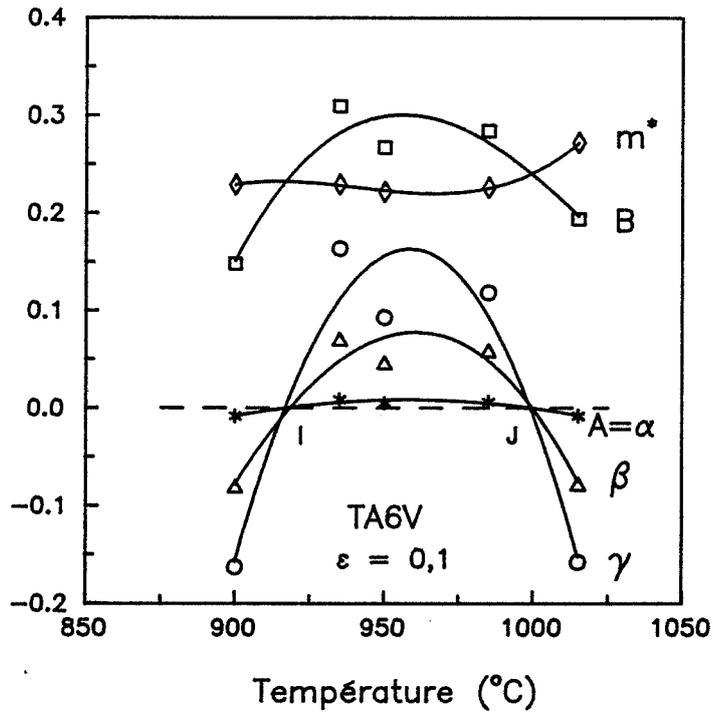
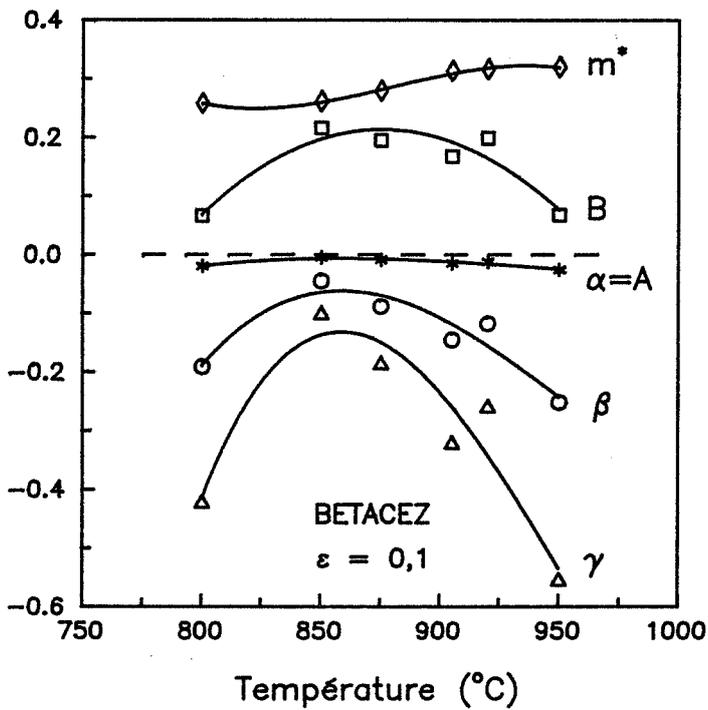


Figure IV.5. Représentation tridimensionnelle du coefficient d'efficacité η en fonction de la déformation dans le cas des alliages :
(a) TA6V et (b) BETACEZ.

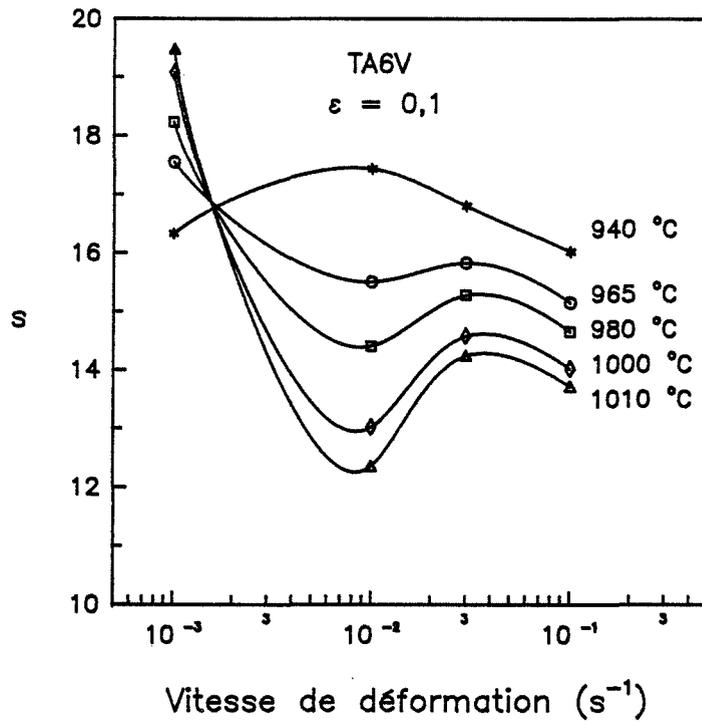


- a -

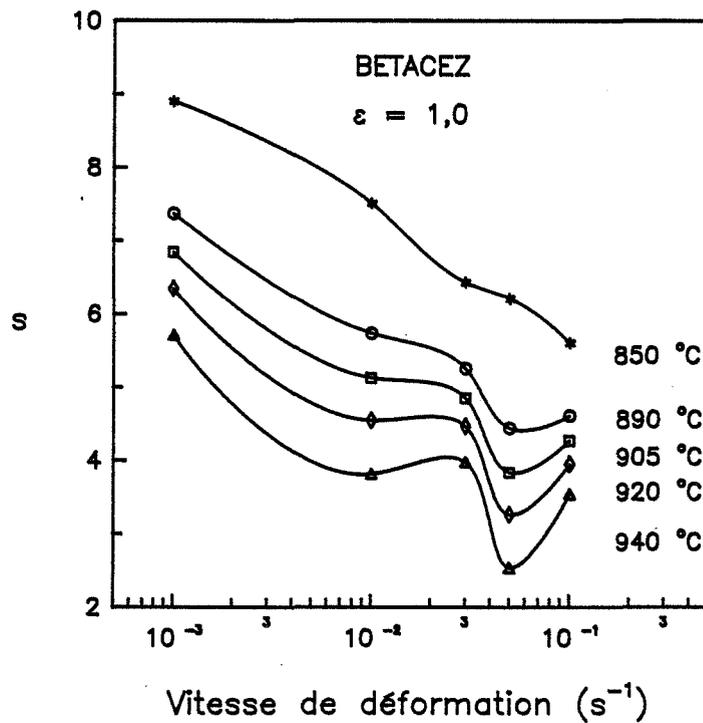


- b -

Figure IV.6. Exemples des évolutions des paramètres m^* , A , B , α , β et γ en fonction de la température dans le cas des alliages : (a) TA6V et (b) BETACEZ.



- a -



- b -

Figure IV.7. Etude des évolutions du paramètre s en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures dans le cas des alliages :
(a) TA6V et (b) BETACEZ.

Etudions enfin la stabilité "structurale". Pour cela il est d'abord nécessaire de tracer des courbes $s = f(\ln \dot{\epsilon})$ où s est défini par l'expression (IV.6.). Afin d'obtenir des variations de ce paramètre, les valeurs de la contrainte en fonction de la température ont été interpolées par des polynômes du second degré. Un exemple de résultats obtenus sur les deux alliages est représenté sur la figure IV.7. Le comportement des deux alliages vis-à-vis de ce critère est nettement différent. Les domaines d'instabilité "structurale" sont alors définis aisément en étudiant les dérivées de ces courbes par rapport à la vitesse de déformation. De même que pour la stabilité "mécanique", on a stabilité lorsque cette dérivée est négative.

La figure IV.8. synthétise les résultats décrits dans ce chapitre. Elle donne une représentation des iso-valeurs du coefficient d'efficacité ainsi que des zones où la déformation s'effectue de manière stable ou instable du double point de vue "mécanique" et "structural". Les domaines où se produit à la fois l'instabilité "mécanique" et "structurale" définissent donc des intervalles de température et de vitesse de déformation dans lesquels le matériau ne devrait pas être mis en forme sous peine de voir apparaître des défauts, ruptures ou instabilités plastiques. On constate qu'il existe de telles régions situées dans le domaine biphasé dans le cas de l'alliage TA6V, alors que pour l'alliage BETACEZ cette approche ne fait apparaître que des domaines d'instabilité "structurale".

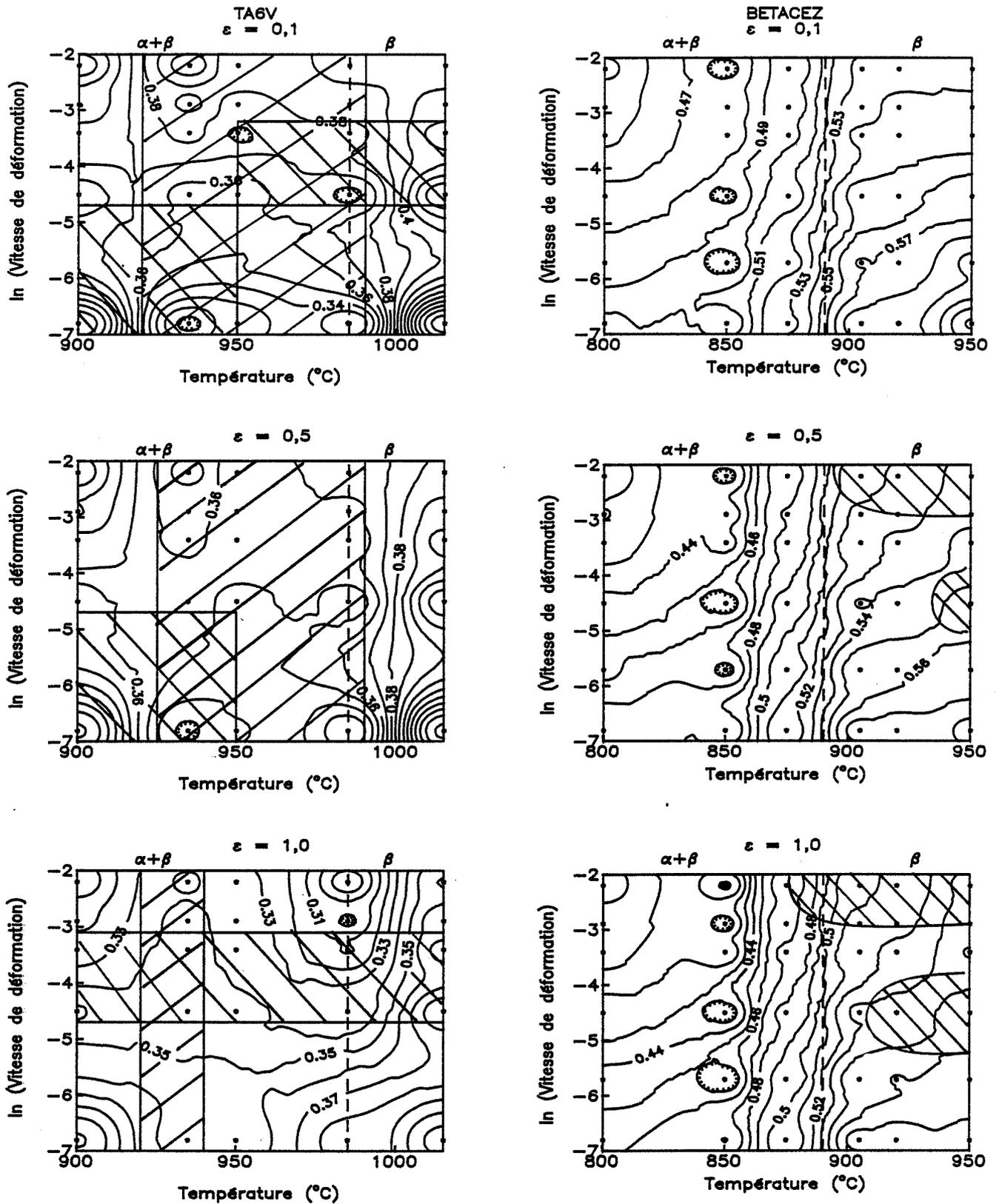


Figure IV.8. Cartes des iso-coefficients d'efficacité pour les alliages TA6V (a) et BETACEZ (b). Les zones hachurées représentent les domaines d'instabilité "mécaniques" (//) ou "structurales" (\\) et les * les points expérimentaux.

IV.4. Discussion et conclusion

Le tracé de cartes représentant l'évolution de l'efficacité de la déformation en fonction de la température et de la vitesse de déformation permet de déterminer des zones où ce paramètre est maximal. Ceci revient à dire que la majeure partie de la puissance fournie au système est alors dissipée sous forme de transformations microstructurales. D'une manière générale, on remarque que ces domaines sont situés au voisinage des températures les plus élevées et des vitesses de déformation les plus faibles. Ce résultat paraît logique car il est bien connu que l'échauffement résultant de la déformation est surtout important aux grandes vitesses de déformation. L'évolution de l'efficacité de la déformation est de plus en plus sensible à la quantité de déformation.

Si l'on compare maintenant les deux alliages, on constate un comportement beaucoup plus irrégulier des représentations tridimensionnelles du paramètre η dans le cas de l'alliage TA6V que dans celui de l'alliage BETACEZ. Ce résultat est peut-être la conséquence de la moins bonne reproductibilité des essais effectués sur l'alliage TA6V, à cause en grande partie d'un cycle thermique différent. Les variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la température et de la vitesse de déformation sont alors moins précises. Le programme d'interpolation utilisé pour tracer ces représentations tridimensionnelles ne réduit pas les différences d'un point expérimental à l'autre.

La seconde partie de cette approche thermodynamique concerne l'étude de la stabilité de la déformation. La justification théorique des deux critères de stabilité n'a jusqu'à présent, à notre connaissance, pas encore été mise en évidence par les thermodynamiciens. Elles ont donc été utilisées de manière heuristique. Il faut tout d'abord remarquer que ces critères faisant appel à des dérivées du second ordre, par exemple par rapport à la vitesse de déformation, il est nécessaire de disposer d'une bonne interpolation des paramètres m et s . Les résultats ainsi obtenus font apparaître des zones d'instabilité "mécanique" dans le seul cas de l'alliage TA6V. Ces zones sont en fait des domaines de températures, d'autant plus étroits que la déformation est plus grande.

En ce qui concerne les domaines d'instabilité "structurale", on en observe sur les deux alliages. Leur évolution en fonction de la déformation est irrégulière dans le cas de l'alliage TA6V. Par contre dans le cas de l'alliage BETACEZ, leur étendue augmente avec la déformation.

Ces résultats ne montrent donc pas de manière précise l'existence de domaines d'instabilité. Ceci est confirmé par l'absence de difficultés de mise en forme de ces alliages dans la forme fournie. Cette méthode devrait donc être appliquée dans le cas d'alliages ou de microstructures présentant des instabilités connues, ce qui permettrait de mettre en évidence son intérêt pratique de manière industrielle.

La corrélation entre les zones d'instabilité et les microstructures habituellement rejetées par les utilisateurs de ces alliages n'a pas pu être effectuée dans le cas de l'alliage BETACEZ apparu récemment. Toutefois les données de la bibliographie indiquent des résultats cohérents pour d'autres alliages de titane.

En conclusion on peut dire que pour pouvoir être appliquée avec profit, cette méthode nécessiterait une étude fondamentale plus complète des critères de stabilité proposés par PRASAD et al. (1984). Le présent travail montre cependant que son utilisation heuristique est possible, à condition de disposer de résultats d'essais mécaniques précis et en nombre suffisant, et de méthodes fiables pour le lissage et la dérivation des données expérimentales.

CHAPITRE V

ETUDE MICROSTRUCTURALE DES ÉTATS DÉFORMÉS



V. ETUDE MICROSTRUCTURALE DES ÉTATS DÉFORMÉS

Presque tous les métaux subissent au cours de leur transformation en demi-produits ou en produit final, une mise en forme à haute température. On entend généralement par ce terme, une température supérieure à $0,5 T_f$ (où T_f représente la température du solidus du matériau considéré). Les propriétés mécaniques des matériaux ainsi mis en forme, dépendent en grande partie des évolutions microstructurales qui se produisent au cours de la mise en forme. Elles vont également être influencées par la texture morphologique développée au cours de cette même opération de mise en forme.

L'objectif de ce dernier chapitre est donc, dans une première partie bibliographique, de faire un résumé des évolutions structurales dynamiques et statiques que l'on peut rencontrer lors de la déformation à chaud des matériaux métalliques, et de présenter plus particulièrement les résultats obtenus sur les alliages de titane. Puis on caractérisera les mécanismes intervenant lors des essais de compression effectués sur les alliages TA6V et BETACEZ.

Enfin, une étude expérimentale concernera l'évolution de la forme des domaines de phase α de l'alliage TA6V en fonction de la déformation. Ces résultats seront comparés à ceux donnés par un modèle de l'évolution de la texture morphologique dans le cas d'un matériau biphasé.

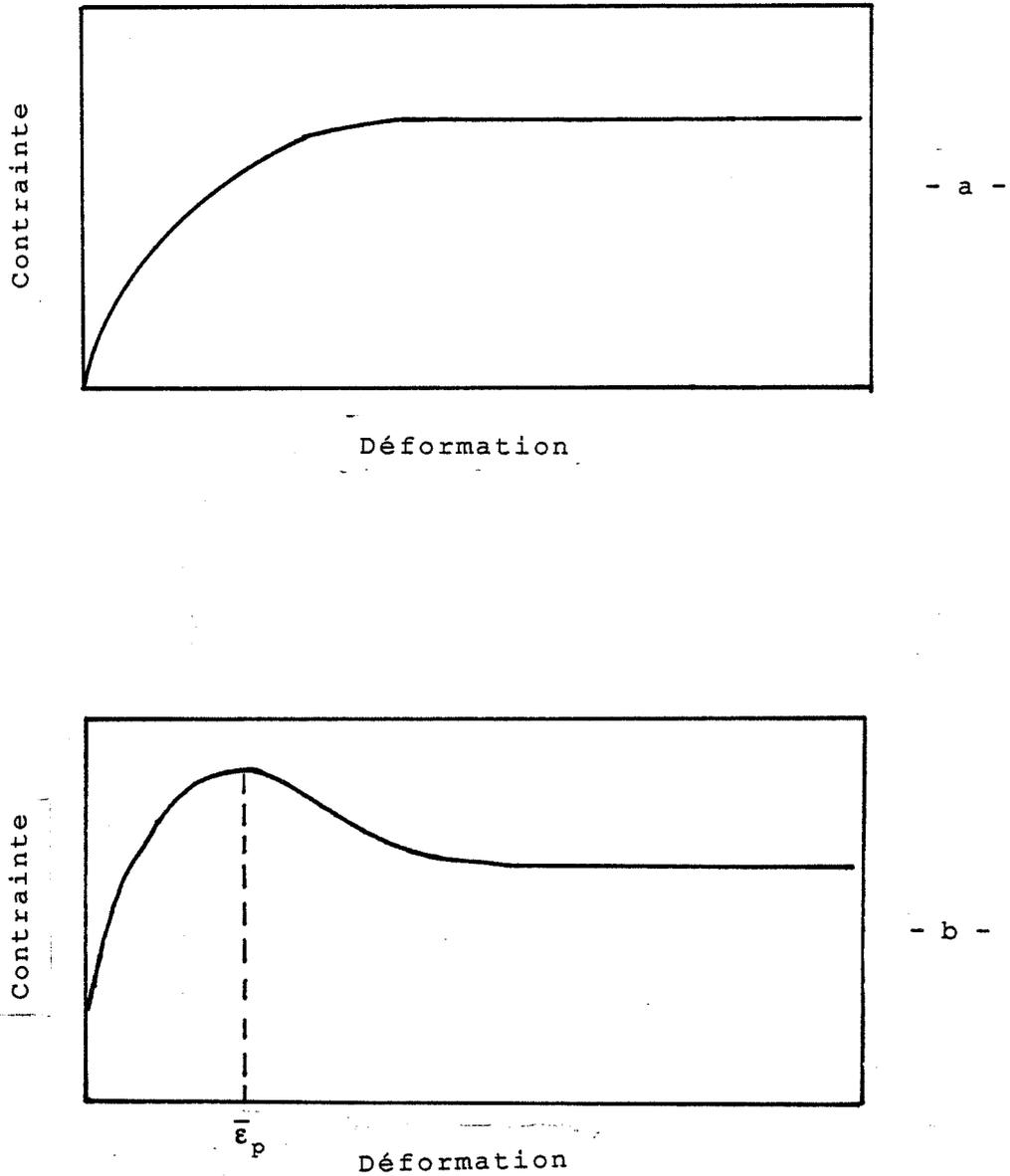


Figure V.1. Représentation schématique d'une courbe contrainte-déformation d'un matériau subissant exclusivement la restauration dynamique (a) et d'un matériau dont le processus d'adoucissement dominant est la recristallisation dynamique (b).

V.1. Synthèse bibliographique

D'une manière générale, on peut considérer que les mécanismes qui interviennent lors de la déformation à chaud sont au nombre de deux : la restauration et la recristallisation. Ils dépendent bien évidemment de paramètres mécaniques : température, vitesse de déformation, etc... mais également de paramètres métallurgiques : microstructure initiale, énergie de défaut d'empilement, etc...

Selon qu'ils se produisent au cours de la déformation du matériau ou après celle-ci, on distinguera restauration et recristallisation dynamiques ou statiques. On définira également les termes recristallisation métadynamique, continue ou dynamique géométrique.

V.1.1. Phénomènes intervenant au cours de la déformation

(i) - Restauration dynamique

Lors de la mise en charge du matériau, la densité de dislocations augmente. Il y a également un réarrangement et une annihilation partielle des dislocations. Puis celles-ci migrent à l'intérieur de sous-joints qui délimitent alors des sous-grains lesquels conservent une densité de dislocations, une taille moyenne et une désorientation constantes au cours de la déformation (Mc QUEEN et JONAS, 1975).

Les courbes contrainte-déformation obtenues sur des matériaux qui restaurent dynamiquement présentent généralement après le domaine d'élasticité une zone où se produit un durcissement et enfin un domaine d'écoulement stationnaire (Fig. V.1.a). Les matériaux qui donnent lieu au seul phénomène de restauration dynamique sont des matériaux qui possèdent en général une forte énergie de défaut d'empilement (MONTHEILLET, 1981). Leur microstructure finale est formée de grains allongés dans lesquels les sous-grains possèdent une densité de dislocations uniforme et leur cinétique de recristallisation statique après déformation est assez lente (Mc QUEEN et BAUDELET, 1979).

(ii) - Recristallisation dynamique

Les courbes contrainte-déformation obtenues pour des matériaux qui recristallisent dynamiquement sont caractéristiques. On en distingue deux types : après être passée par un maximum pour une déformation $\bar{\epsilon}_p$, la contrainte diminue et atteint un état stationnaire (Fig. V.1.b) ou bien on observe une succession de phases d'adoucissement et de durcissement qui donnent lieu à des oscillations sur la courbe.

Ce mécanisme est observé essentiellement pour des matériaux à faible énergie de défaut d'empilement. L'apparition de germes nécessaires à la recristallisation peut s'expliquer par l'accumulation de dislocations dans les sous-joints. Certains sous-grains sont alors très désorientés par rapport à leurs voisins et tiennent lieu de germes de recristallisation.

Lorsque suffisamment de germes ont été créés, on assiste à une succession de phases de germination et de croissance de nouveaux grains, les grains recristallisés s'écrouissant à leur tour et ceci jusqu'à ce que l'on obtienne une microstructure d'équilibre. La microstructure finale ainsi obtenue est caractérisée par des grains fins et une densité de dislocations différente selon les grains (Mc QUEEN et BAUDELET, 1979).

La recristallisation statique qui suit la déformation d'un tel matériau est facilitée par l'existence de germes qui n'ont pas eu le temps de donner de nouveaux grains recristallisés pendant la déformation. On appelle cette recristallisation statique particulière recristallisation métadynamique ou post-dynamique. Sa principale caractéristique est de ne pas nécessiter de temps d'incubation (SAKAI et JONAS, 1986).

(iii) - Recristallisation continue

D'après certains auteurs (PERDRIX, PERRIN et MONTHEILLET, 1981) on peut également observer dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement un phénomène apparenté à la restauration dynamique et désigné par l'expression recristallisation continue.

Il se caractérise d'abord par un allongement des grains initiaux et par l'apparition de sous-grains séparés par des sous-joints faiblement désorientés (restauration dynamique). Puis la taille des sous-grains

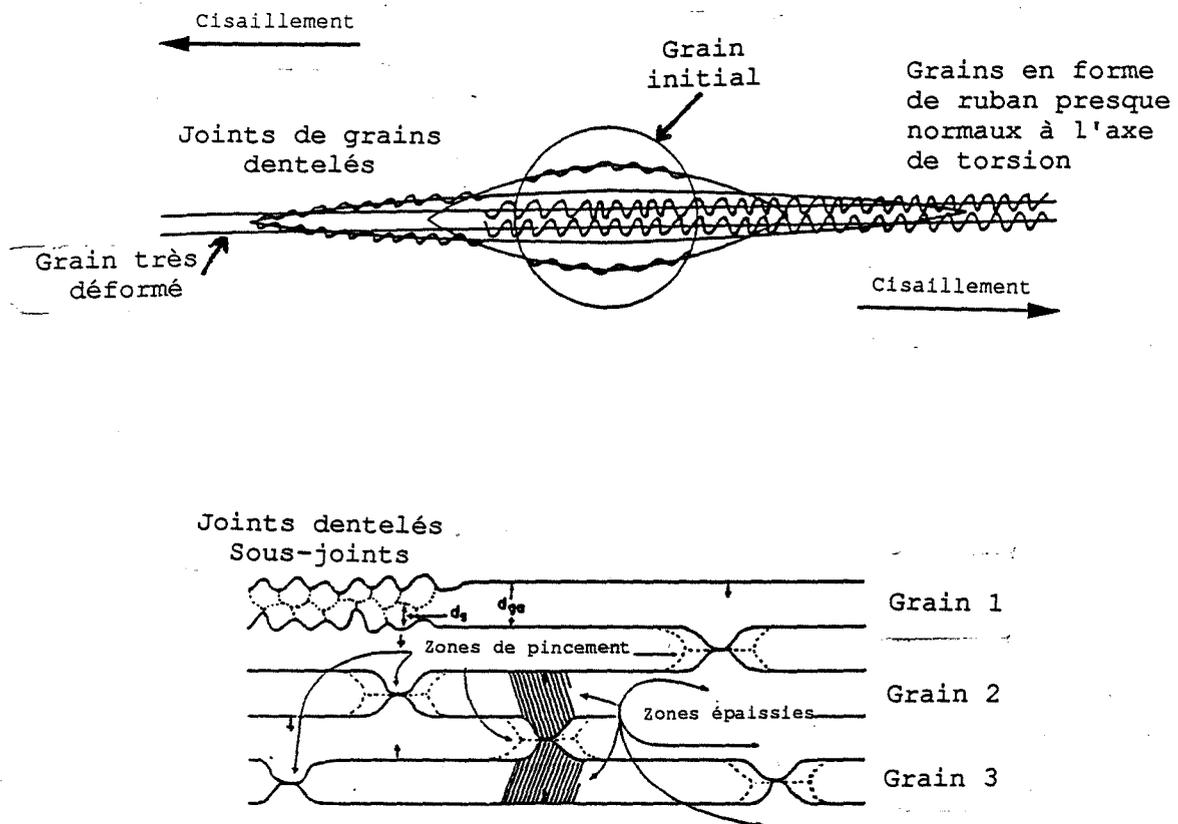


Figure V.2. Représentation schématique du processus de recristallisation dynamique géométrique (Solberg et al., 1989).

augmente et simultanément certains sous-joints deviennent des joints et contribuent ainsi à la formation de nouveaux grains.

Ce mécanisme se différencie de la recristallisation dynamique essentiellement par l'absence d'un mécanisme de germination et croissance.

(iv) - Recristallisation dynamique géométrique

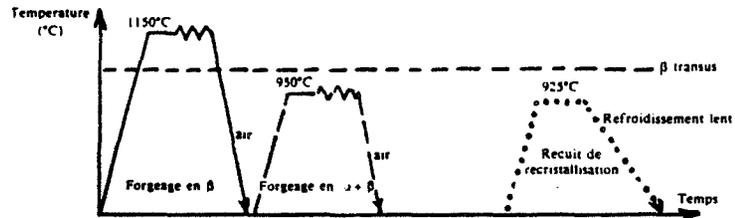
Mc QUEEN et al. (1985) et SOLBERG et al. (1989) ont proposé un troisième processus de recristallisation qu'ils ont observé sur des échantillons d'aluminium ayant subi de grandes déformations en torsion ($\bar{\epsilon} = 60$). Ils la nomment recristallisation dynamique géométrique et l'expliquent de la façon suivante : au cours de la déformation, les grains s'allongent de plus en plus alors que les sous-grains qui se sont développés à l'intérieur de ceux-ci gardent une taille constante (restauration dynamique). La surface des joints augmente bien que les grains restent en nombre constant. Les joints de grains sont de plus en plus dentelés. L'épaisseur moyenne des grains diminue jusqu'à devenir inférieure à celle des sous-grains. On observe alors localement un rapprochement des joints de grains opposés ce qui crée des étranglements. Ceux-ci favorisent la séparation du grain présent initialement en deux grains dont l'épaisseur moyenne est supérieure à celle du grain dont ils sont issus (Fig. V.2.).

V.1.2. Phénomènes intervenant après une déformation à chaud

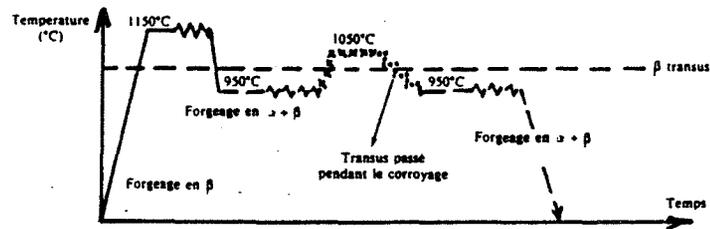
Les phénomènes microstructuraux intervenant entre deux passes de forgeage ou de laminage ou bien lors du refroidissement d'une pièce sont importants car ils conditionnent en grande partie les propriétés mécaniques à température ambiante.

Les mécanismes que l'on peut rencontrer sont au nombre de trois :

- (i) - la restauration statique, caractérisée par l'annihilation partielle des dislocations ;
- (ii) - la recristallisation statique qui se produit après une déformation critique par le mécanisme de germination et croissance ;



- a -



- b -

Figure V.3. Exemple de gamme de forgeage de l'alliage TA6V (TRICOT, 1988).

(iii) - la recristallisation métadynamique, déjà citée précédemment (cf. V.1.1.), caractérisée par le grossissement des germes formés lors de la recristallisation dynamique du matériau ; elle ne nécessite donc pas de temps d'incubation.

Des résultats intéressants sur les évolutions statiques après déformation à chaud ont été obtenus récemment par BRIOTTET (1990) sur les alliages TA6V et BETACEZ qui font l'objet de la présente étude.

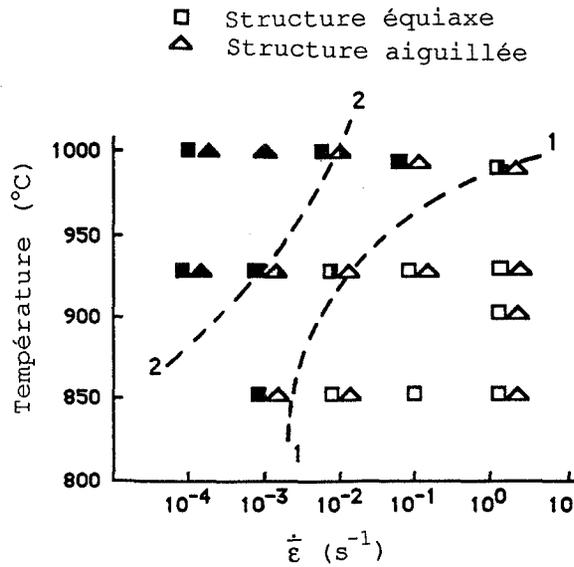
V.1.3. Résultats bibliographiques concernant les alliages de titane

Les microstructures généralement recherchées dans le cas des alliages de titane sont constituées de grains fins équiaxes de phase α nodulaire ; elles présentent une bonne ductilité et une bonne résistance mécanique. La mise au point des gammes de transformation nécessaires à leur obtention est rendue difficile par la diversité des microstructures intermédiaires et des paramètres thermomécaniques disponibles. De plus, contrairement aux aciers par exemple, il est très difficile par des traitements thermomécaniques dans le domaine $\alpha+\beta$ d'éliminer l'influence des opérations de mise en forme précédentes.

La gamme de transformation la plus simple comporte donc un dégrossissage dans le domaine β pour profiter de la bonne ductilité de cette phase. Ce fort corroyage est suivi d'un forgeage dans le domaine biphasé qui a pour objectif de briser les lamelles de phase α obtenues par refroidissement à l'air du produit mis en forme dans le domaine monophasé. Enfin un recuit de recristallisation est effectué dans le domaine $\alpha+\beta$ pour obtenir la microstructure équiaxe souhaitée (Fig. V.3.a).

Afin de diminuer le nombre de réchauffages du produit, la gamme le plus souvent utilisée est celle représentée sur la figure V.3.b. Les opérations de forgeage et de recristallisation sont effectuées en continu sans passage à la température ambiante. Une particularité de cette gamme est le passage du transus pendant le corroyage du matériau.

Il est donc important de connaître non seulement les mécanismes qui se produisent lors des traitements thermiques après déformation, mais également les évolutions microstructurales dynamiques.



1-1 Courbe de début de recristallisation pour une structure initiale équiaxe

2-2 Courbe de début de recristallisation pour une structure initiale aiguillée

Figure V.4. Diagramme de recristallisation dynamique de la phase α (d'après SHAKHANOVA et al., 1980).

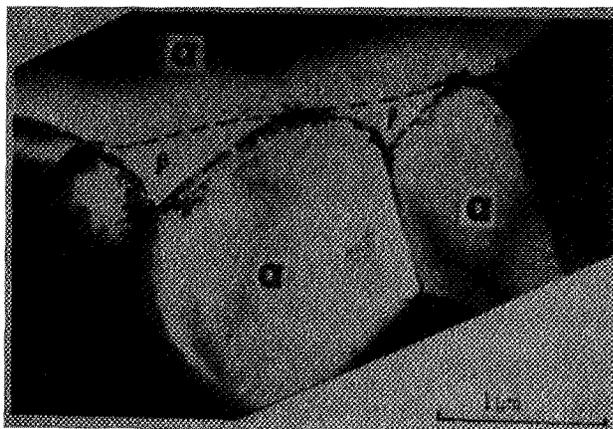


Figure V.5. Grains équiaxes de phase α à l'intérieur d'une lamelle et pénétration de la phase β à l'intérieur des joints de grains α/α (WEISS et al., 1986).

On se limitera dans cette partie à une étude bibliographique des évolutions structurales dynamiques se produisant dans les alliages de titane.

(i) - Mécanismes de déformation de la phase α

Il faut distinguer deux cas selon la nature de la microstructure initiale.

Lorsqu'elle est de type équiaxe (grains de phase α dans une matrice β), la plupart des auteurs s'accordent à dire qu'il y a formation de sous-grains stables à l'intérieur des domaines de phase α (GOGIA, BANERJEE et BIRLA, 1983) et que ceux-ci s'allongent sous l'effet de la déformation allant jusqu'à se séparer en plusieurs particules selon la température et la vitesse de déformation (DUERIG, TERLINDE et WILLIAMS, 1980 ; MALCOR et MONTHEILLET, 1984). Pour d'autres auteurs, dont CHEN et COYNE (1976) et SHAKHANOVA et al. (1980), il y a recristallisation dynamique de la phase α . SHAKHANOVA et al. (1980) proposent même un diagramme de recristallisation dynamique de la phase α dans le cas du TA6V et pour une microstructure initiale équiaxe ou aciculaire. Plus la vitesse de déformation est grande, plus la température de début de recristallisation est élevée (Fig. V.4.).

Lorsqu'elle est de type aiguillé : comme dans le cas précédent, SHAKHANOVA et al. (1980) proposent la recristallisation dynamique comme mécanisme intervenant au cours de la déformation. Elle se produit à des températures plus élevées ou à des vitesses de déformation plus faibles que pour une microstructure équiaxe (Fig. V.4.). Au contraire pour WEISS et al. (1986), il y a à la fois allongement et fragmentation des lamelles de phase α . Des bandes de cisaillement se forment à l'intérieur des lamelles et la phase β pénètre au niveau d'un joint ce qui provoque la formation de deux nouveaux grains de phase α , dont la taille est nécessairement plus faible que celle du grain initial, selon le mécanisme schématisé sur la figure V.5.

(ii) - Mécanismes de déformation de la phase β

La principale difficulté concernant l'étude de la phase β réside dans la transformation martensitique qui se produit lors de la trempe pour

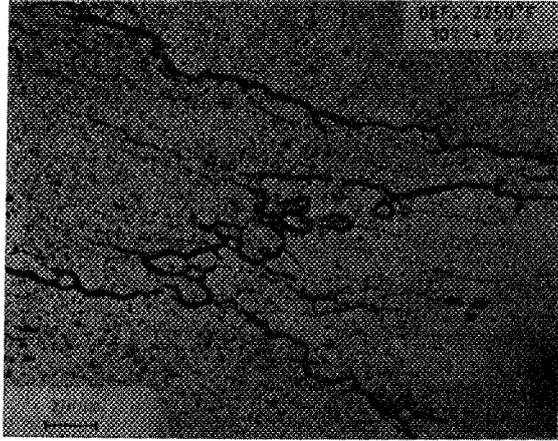


Figure V.6. Microstructure d'un échantillon d'alliage Ti 10.2.3 déformé de 65% à 1230°C (WEISS et FROES, 1984).

les alliages de type $\alpha + \beta$. De ce fait les résultats obtenus sur des alliages bêta métastables tels que le Ti 10.2.3 par exemple sont les plus intéressants dans ce cas là.

Là encore les explications proposées par les différents auteurs diffèrent quelque peu. Certains évoquent la recristallisation dynamique (POSTANS et JEAL, 1980 ; GOGIA et al., 1983) mais la plupart des travaux décrivent un processus qui fait plutôt penser à la recristallisation continue. Ainsi WEISS et FROES (1984) pour l'alliage Ti 10.2.3 et KOHSAKA, ISHIKAWA et OUCHI (1988) pour l'alliage Ti 15%V 3%Cr 3%Sn 3%Al décrivent la formation de sous-grains à l'intérieur des grains β dont les joints deviennent dentelés. De nouveaux grains, dont la taille est inférieure à celle des grains β dont ils sont issus, apparaissent alors au voisinage des joints de grains (Fig. V.6.).

V.2. Etude qualitative des états déformés

V.2.1. Méthode expérimentale

L'étude rhéologique a été complétée par une étude métallographique des éprouvettes ayant subi la déformation maximale $\bar{\epsilon}=1,2$ puis trempées.

Avant observation en microscopie optique ou en microscopie électronique à balayage, les échantillons sont polis mécaniquement au papier abrasif jusqu'à la graduation 1000, puis sur plateau METALLODISC avec une suspension diamantée 6 μm et enfin sur tissu RAMII avec une pâte diamantée 3 μm . La finition est assurée par polissage sur support SUPRA avec une suspension colloïdale de silice SPM.

L'attaque chimique nécessaire pour révéler la microstructure est faite :

- soit à l'aide du réactif de KROLL :
2% HF, 3% HNO₃, 95% H₂O
- soit à l'aide du réactif constitué de :
1% HF, 10% HNO₃, 89% H₂O

V.2.2. Résultats obtenus sur les alliages TA6V et BETACEZ

D'une manière générale, quels que soient les essais réalisés, on observe sur la section de l'échantillon l'existence d'une "zone morte" située à proximité de la surface en contact avec les tas de presse. Dans cette zone, la microstructure est très peu déformée. Pour les essais effectués dans le domaine biphasé les grains de phase α sont allongés suivant l'axe de compression. Par contre dans la zone centrale, où la déformation locale est plus importante, ils sont plus équiaxes.

Lorsque les essais sont réalisés dans le domaine monophasé, les grains de phase β (dans le cas de l'alliage BETACEZ) ou les anciens grains de phase β (dans le cas de l'alliage TA6V) sont équiaxes dans la "zone morte". Au centre, par contre, ils sont allongés perpendiculairement à l'axe de compression.

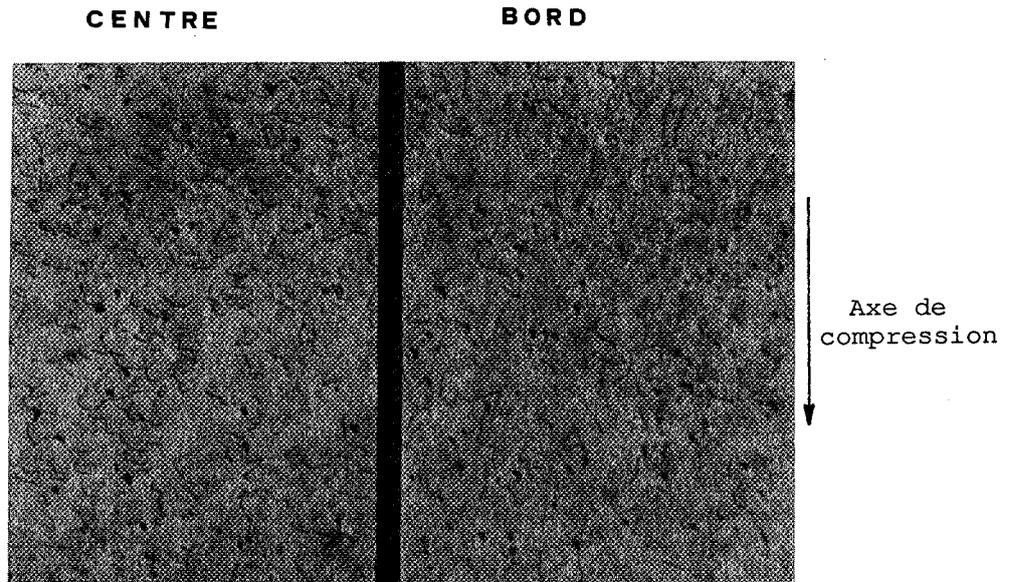


Figure V.7. Exemple de microstructure obtenue sur l'alliage TA6V après déformation de 1,2 à 935°C et 10^{-1} s^{-1} puis trempe.

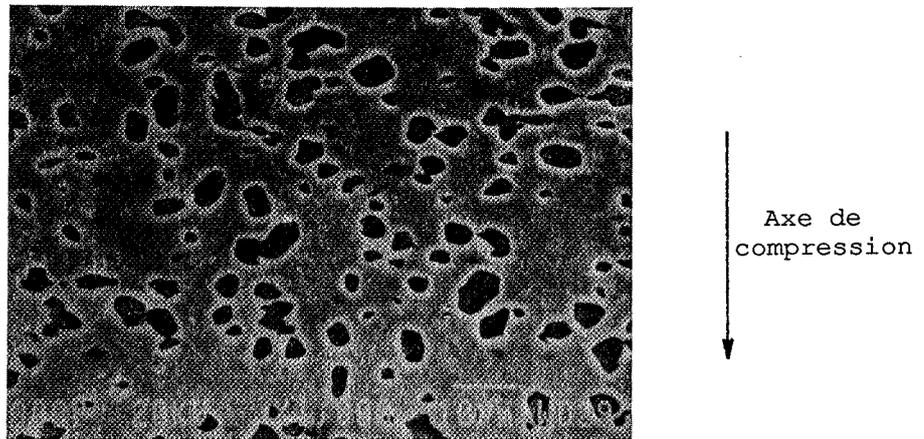


Figure V.8. Exemple de microstructure obtenue sur l'alliage BETACEZ après déformation de 1,2 à 850°C et 10^{-1} s^{-1} puis trempe.

V.2.2.1. L'alliage TA6V

Les microstructures obtenues après maintien à la température maximale d'essai ont été présentées dans le chapitre III. Pour les essais effectués dans le domaine biphasé, on observe des grains de phase α allongés suivant l'axe de compression, et dont la fraction volumique varie en fonction de la température, dans une matrice de phase β . Après déformation d'une telle structure, on observe une texture morphologique beaucoup plus équiaxe au centre de l'échantillon alors qu'elle reste beaucoup plus fibrée près des surfaces en contact avec les tas de presse (Fig. V.7.). Une étude quantitative des évolutions d'une telle microstructure en fonction de la déformation, sera présentée dans la section suivante.

Les échantillons déformés dans le domaine monophasé puis trempés quelques secondes à peine après la déformation se sont avérés difficiles à observer. Il a été quasiment impossible de révéler correctement la microstructure et plus particulièrement les joints des anciens grains β . On distingue seulement une phase martensitique α' très fine, caractéristique d'une trempe rapide, mais très difficilement les contours des anciens grains β .

V.2.2.2. L'alliage BETACEZ

Pour les essais réalisés dans le domaine biphasé, un exemple de microstructure ainsi obtenue est représenté sur la figure V.8. On note la présence de grains de phase α équiaxes dont la taille moyenne est de l'ordre de 5 μm ainsi que de grains plus fins. Il est difficile de distinguer les joints de grains de la matrice de phase β . Pour une température donnée, la vitesse de déformation a peu d'influence sur la microstructure obtenue.

Pour les échantillons déformés dans le domaine monophasé, on observe des grains de phase β allongés perpendiculairement à l'axe de compression de quelques centièmes de microns de longueur et d'une centaine de microns d'épaisseur (Fig. V.9.). Plus la vitesse de déformation est faible, plus les joints de grains deviennent dentelés. On note aux plus faibles vitesses de déformation la présence de grains équiaxes de petite taille au voisinage des joints de grains déformés (Fig. V.10.). On observe également au

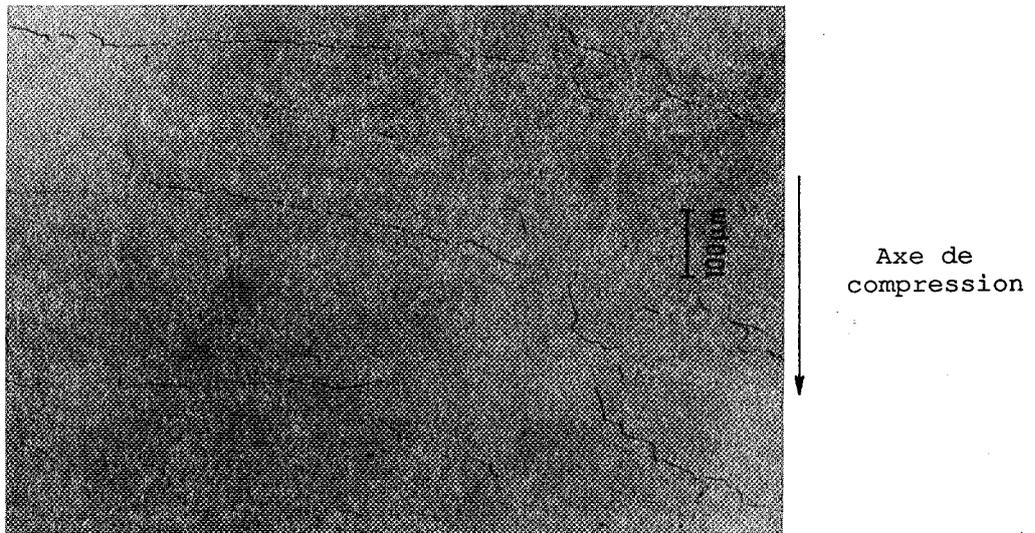


Figure V.9. Exemple de microstructure obtenue sur l'alliage BETACEZ après déformation de 1,2 à 950°C et 10^{-1} s^{-1} puis trempe.

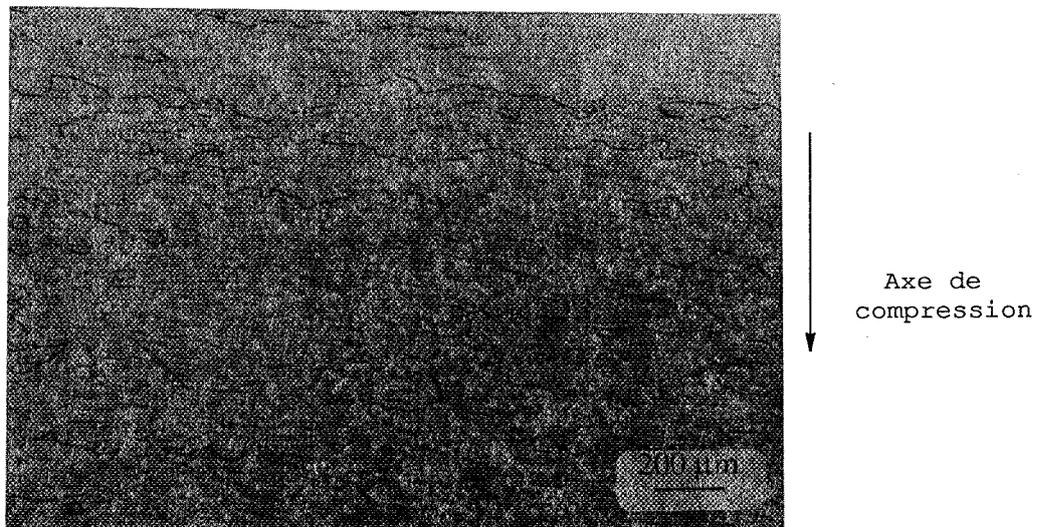


Figure V.10. Exemple de microstructure obtenue sur l'alliage BETACEZ après déformation de 1,2 à 905°C et 10^{-3} s^{-1} puis trempe.

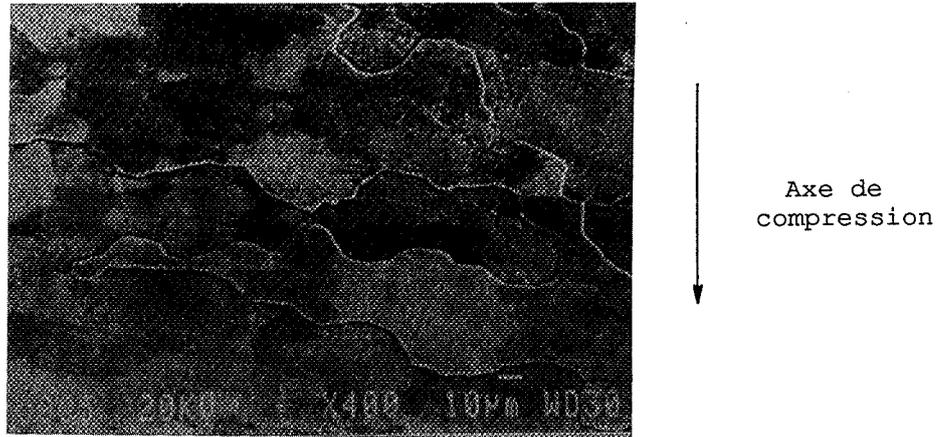


Figure V.11. Exemple de sous-joints de grains obtenus sur un échantillon d'alliage BETACEZ, après déformation de 1,2 à 905°C et 10^{-2} s^{-1} puis trempe.

microscope à balayage la présence de sous-grains d'une dizaine de microns à l'intérieur des grains de phase β (Fig. V.11.).

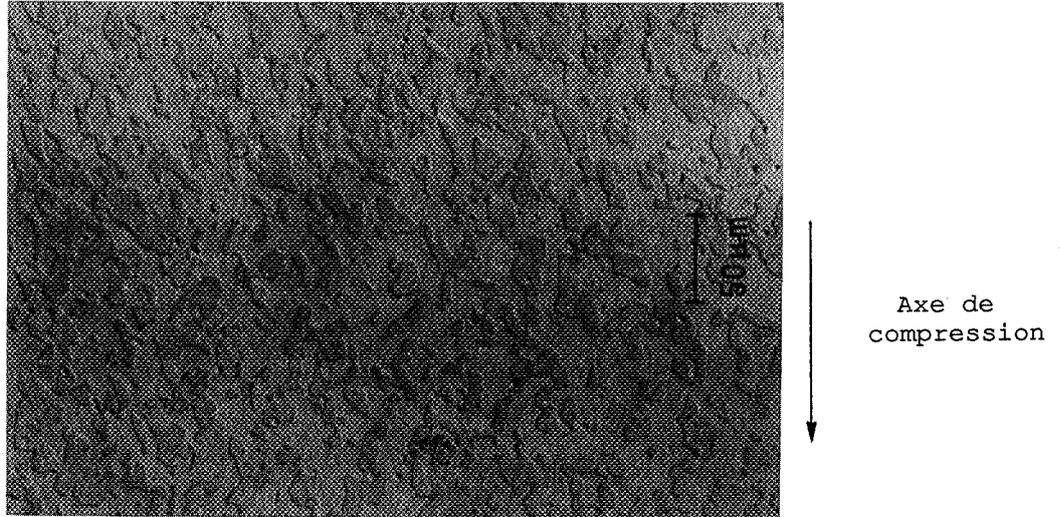


Figure V.12. Exemple de microstructure obtenue sur l'alliage TA6V après déformation de 0,5 à 935°C et 10^{-1} s^{-1} puis trempe.

V.3. Etude quantitative des états déformés sur l'alliage TA6V : évolution de la texture morphologique

V.3.1. Méthode d'étude

Parallèlement à l'étude qualitative, une étude quantitative de certains états déformés de l'alliage TA6V a été entreprise. Elle a été menée sur des échantillons ayant subi dans le domaine biphasé à 935°C et 10^{-1} s^{-1} des déformations de 0,2, 0,5 et 1, puis une trempe.

Après polissage et attaque, les microstructures ainsi obtenues se sont avérées impossibles à seuiller correctement en niveaux de gris (Fig. V.12.). Les contours des grains de phase α ont donc été reportés sur papier calque, puis seuillés avec une même valeur de seuil pour tous les champs. Les images binaires ainsi obtenues ont alors été analysées à l'aide du logiciel GRANULO de la Sté MISIS IMAGE. Plusieurs champs ont été analysés et correspondent à une moyenne de 300 grains par échantillon.

Une analyse individuelle des particules donne accès aux principaux paramètres qui sont : l'aire, le centre de gravité, le périmètre, le disque minimal inscrit, le disque maximal circonscrit et le diamètre de Feret maximum.

Etant donné les paramètres disponibles les domaines de phase α ont été approximés par des ellipses ayant même surface et même périmètre, ceci afin de comparer ces mesures expérimentales aux résultats théoriques présentés dans la section suivante.

Soit une ellipse de grand axe $2a$ et de petit axe $2b$.

Son équation sous forme paramétrique est :

$$\begin{cases} x = a \cos \theta \\ y = b \sin \theta \end{cases}$$

Le périmètre s'exprime par :

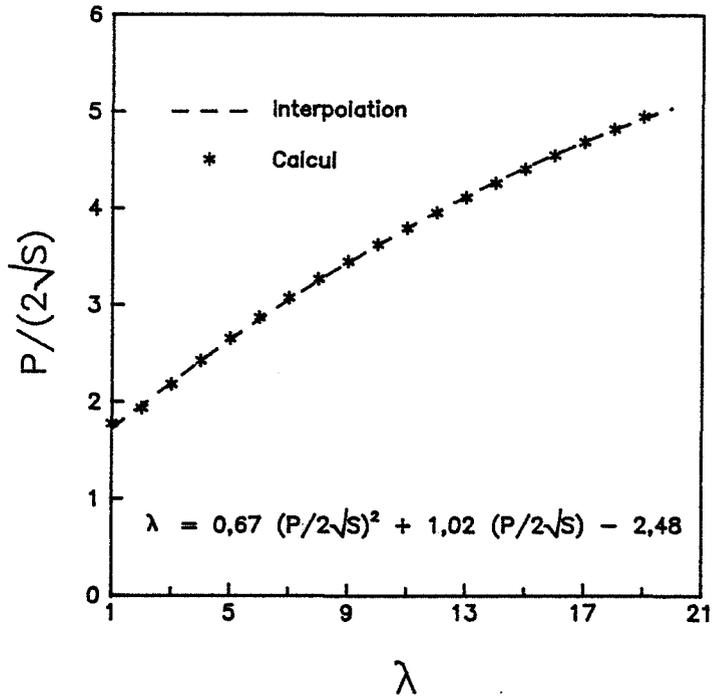


Figure V.13. Evolution de $P / 2\sqrt{S}$ en fonction du facteur de forme.

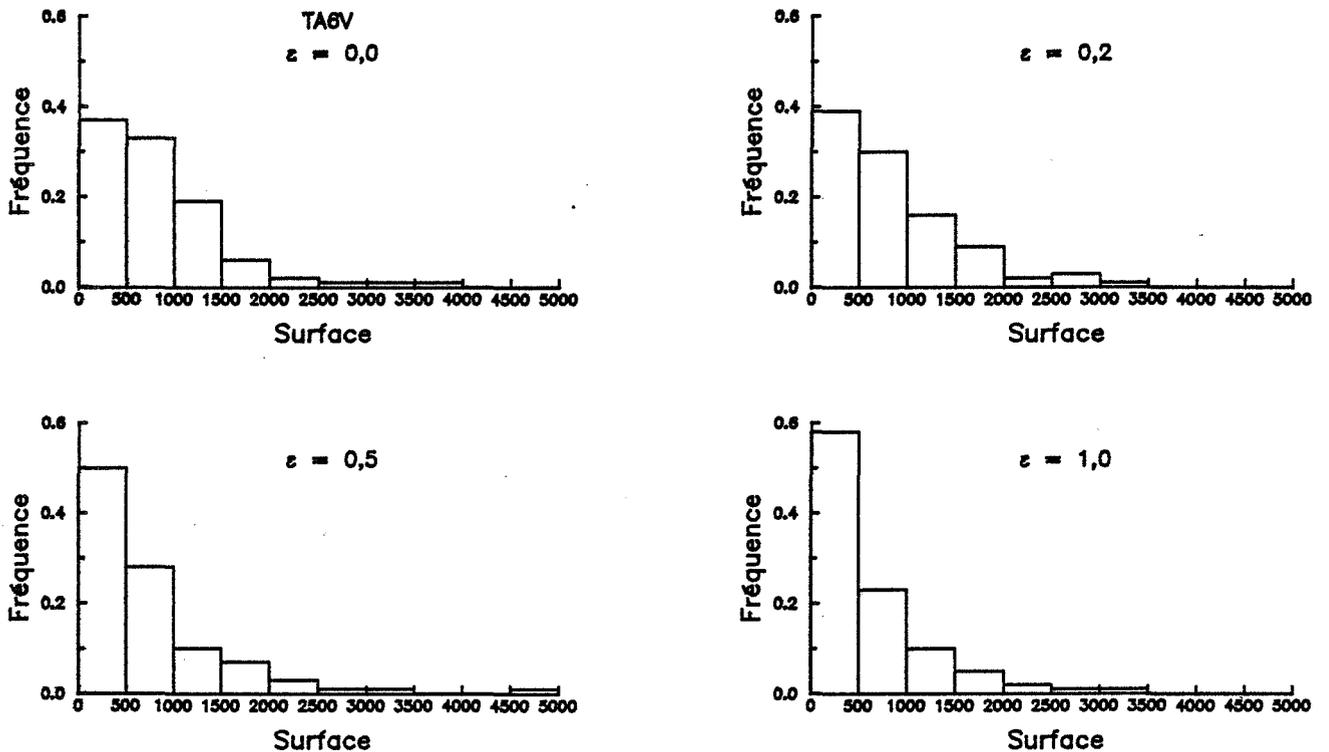


Figure V.14. Evolution des histogrammes des surfaces des domaines de phase α en fonction de la déformation.

$$P = 4 \int_0^{\pi/2} \sqrt{a^2 \sin^2 \theta + b^2 \cos^2 \theta} d\theta \quad (\text{V. 1.})$$

ou en faisant apparaître le facteur de forme $\lambda = a/b$:

$$P = 4 b \int_0^{\pi/2} \sqrt{\lambda^2 \sin^2 \theta + \cos^2 \theta} d\theta = 4 b f(\lambda) \quad (\text{V. 2.})$$

La surface de l'ellipse est donnée par :

$$S = \pi a b = \pi b^2 \lambda \quad (\text{V. 3.})$$

En combinant les deux dernières relations, on obtient :

$$P = 2 \sqrt{S} \frac{2 f(\lambda)}{\sqrt{\pi \lambda}}$$

Portons alors $P / 2\sqrt{S}$ en fonction du facteur de forme λ (Fig. V.13.). Les valeurs ainsi obtenues après intégration numérique de la fonction f sont interpolées par un polynôme du second degré :

$$\lambda = 0,67 \left(P / 2\sqrt{S} \right)^2 + 1,02 \left(P / 2\sqrt{S} \right) - 2,48$$

On détermine ainsi pour chaque particule de périmètre P et de surface S le facteur de forme de l'ellipse qui lui est associée. Il n'est malheureusement pas possible de distinguer ainsi, pour l'instant, deux particules de même forme mais orientées dans deux directions différentes. Cependant dans le cas des états déformés étudiés, ceci ne constitue pas un inconvénient majeur car la plupart des particules présentent la même orientation. Les facteurs de forme ainsi déterminés seront donc toujours supérieurs à 1. Ceci n'exclut pas, bien entendu, la présence de particules allongées dans une direction perpendiculaire à l'axe de compression.

V.3.2. Résultats

La figure V.14. montre l'évolution des histogrammes des surfaces des grains en fonction de la déformation. On note une augmentation progressive du nombre de particules de petite taille. Ceci est probablement dû à la

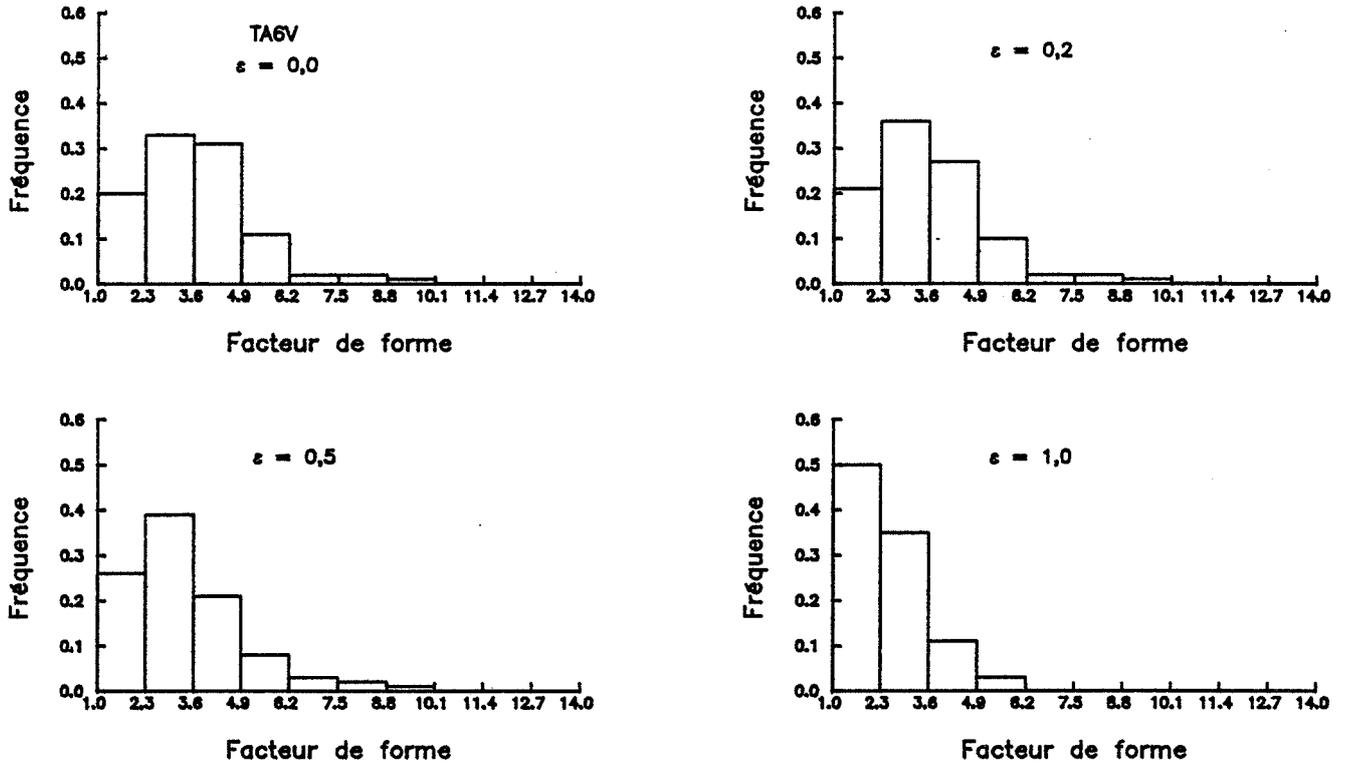


Figure V.15. Evolution des histogrammes des facteurs de forme des domaines de phase α en fonction de la déformation.

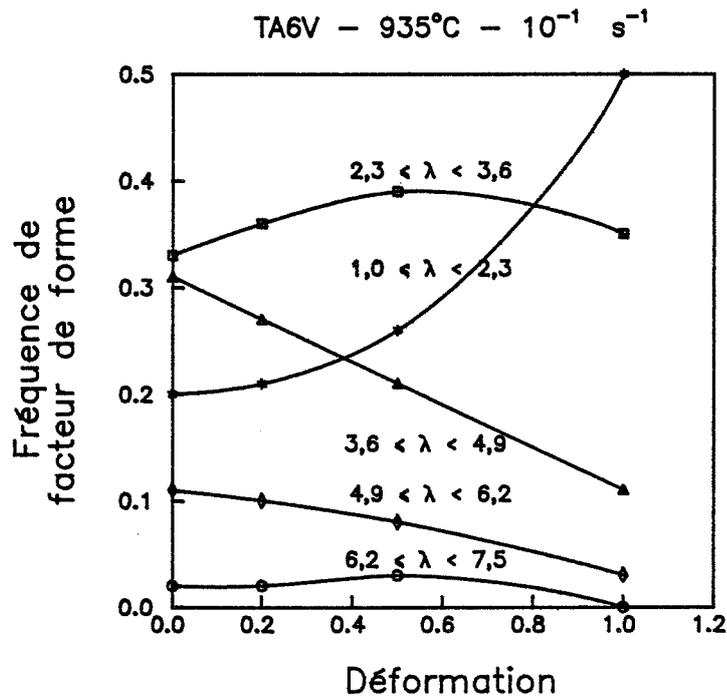


Figure V.16. Evolution expérimentale de différentes classes des histogrammes des facteurs de forme en fonction de la déformation.

fragmentation des particules au cours de la déformation. Au contraire le nombre de particules de grande taille (> 2000 pixels) ne varie pas.

La figure V.15. présente les évolutions des histogrammes de facteurs de forme en fonction de la déformation. On note une diminution de la valeur moyenne de celui-ci au cours de la déformation, d'autant plus rapide que la déformation est importante.

La figure V.16. montre l'évolution des fréquences de facteurs de forme pour chaque classe de l'histogramme en fonction de la déformation. La classe des particules ayant les plus faibles facteurs de forme ($1,0 \leq \lambda < 2,3$) voit sa population augmenter avec la déformation. Les classes de particules ayant des facteurs de forme supérieurs à 3,6 voient au contraire leur population diminuer lorsque la déformation augmente. La classe de particules dont le facteur de forme est compris entre 2,3 et 3,6 a un comportement intermédiaire : croissance jusqu'à une déformation voisine de 0,5 suivie d'une décroissance.

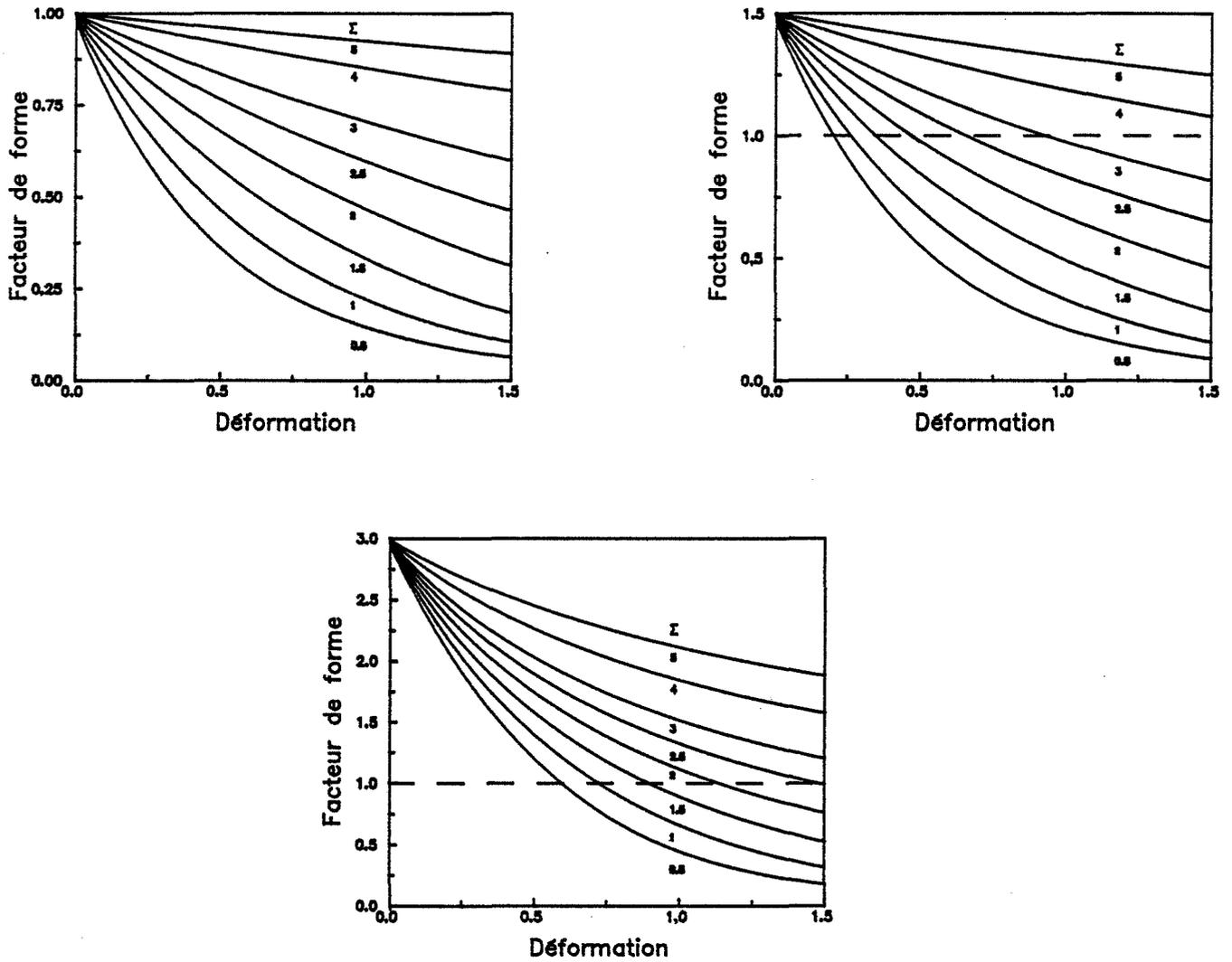


Figure V.17. Evolutions du facteur de forme d'une inclusion ellipsoïdale de révolution en fonction de la déformation, pour une matrice newtonienne et un coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion de 0,25.

V.4. Interprétation théorique des résultats

Afin d'interpréter les résultats de l'étude expérimentale des états déformés on a utilisé un modèle simple décrivant la déformation d'un alliage biphasé à partir des travaux de GILORMINI et MONTHEILLET (1986). Les résultats de ces auteurs permettent de calculer analytiquement l'évolution avec la déformation du facteur de forme d'une inclusion ellipsoïdale de révolution isolée dans une matrice viscoplastique linéaire (newtonienne) soumise à une sollicitation axiale de traction ou de compression.

Ils sont établis pour des coefficients de sensibilité à la vitesse de l'inclusion égaux à 0 ou à 1, en fonction d'un paramètre Σ appelé dureté relative. Celle-ci est définie comme le rapport des contraintes d'écoulement de l'inclusion et de la matrice, lorsque toutes les deux sont soumises à une même vitesse de déformation.

Dans une première étape, ces résultats ont été complétés en résolvant le problème lorsque le coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion est égal à 1/4, 1/3 ou 1/2 (cf. annexe III). La figure V.17. représente l'évolution du facteur de forme d'une inclusion ellipsoïdale de révolution soumise à une contrainte de compression, en fonction de la déformation appliquée à la matrice et pour des facteurs de forme initiaux et des duretés relatives différents. Quelle que soit la valeur de la dureté, l'inclusion se déforme toujours et ce d'autant plus que la valeur de la dureté relative est plus faible, sauf lorsque son coefficient de sensibilité à la vitesse est égal à zéro où il existe une valeur seuil de la dureté relative au-dessus de laquelle elle ne se déforme plus.

Ces résultats, établis pour une particule isolée dans une matrice infinie, ont ensuite été étendus à une répartition de particules. L'état initial considéré est représenté sur la figure V.15.a et correspond au résultat expérimental trouvé après traitement thermique à 935°C et trempe. A l'intérieur de chaque classe de l'histogramme, les particules sont réparties régulièrement en accord avec le pourcentage présent dans la classe. Le nombre total de particules a été fixé à 100. Enfin on a appliqué les résultats établis pour une particule isolée à cette distribution en supposant qu'il n'y a pas d'interactions entre celles-ci. A chaque incrément de déformation les facteurs de forme sont recalculés et les histogrammes stockés régulièrement. Ces résultats sont représentés sur la

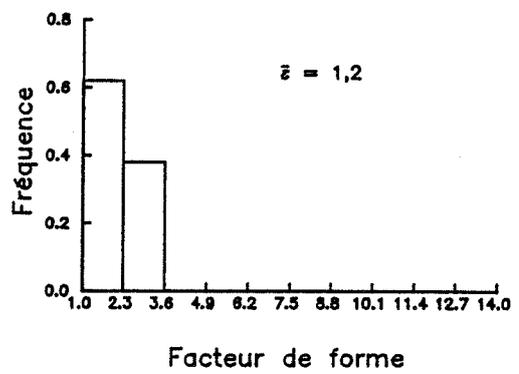
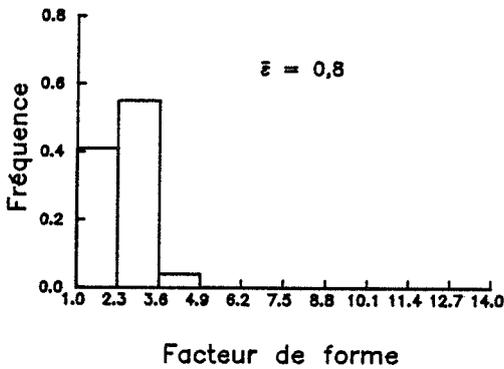
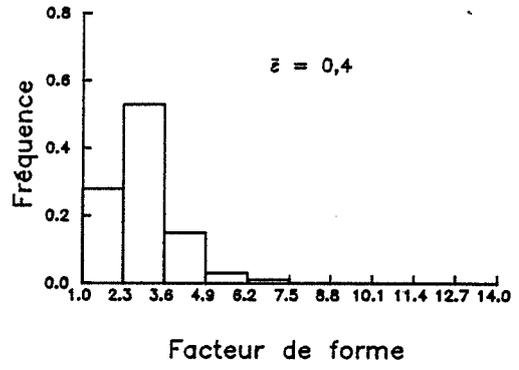
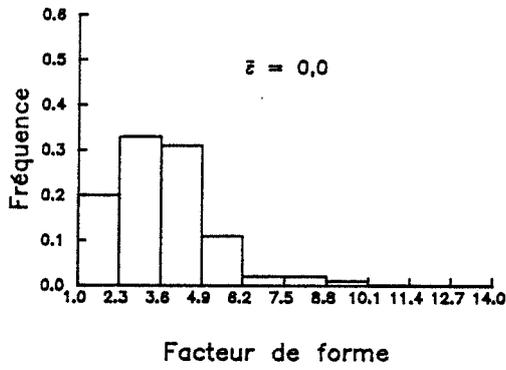


Figure V.18. Evolutions théoriques des histogrammes de facteurs de forme en fonction de la déformation pour une dureté relative de 5 et un coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion de 0,25.

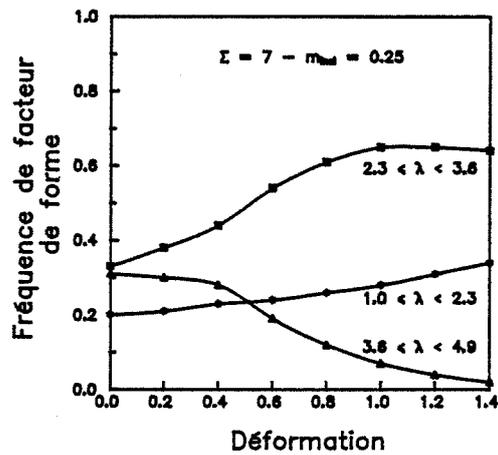
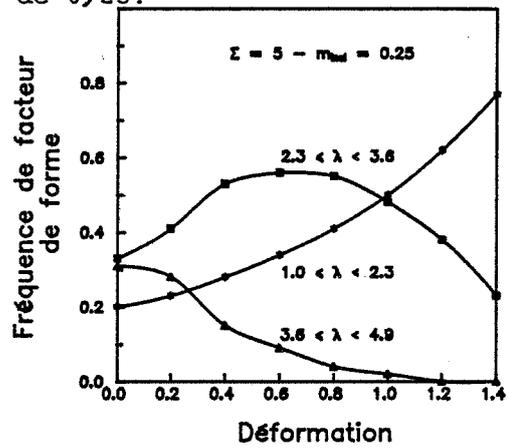
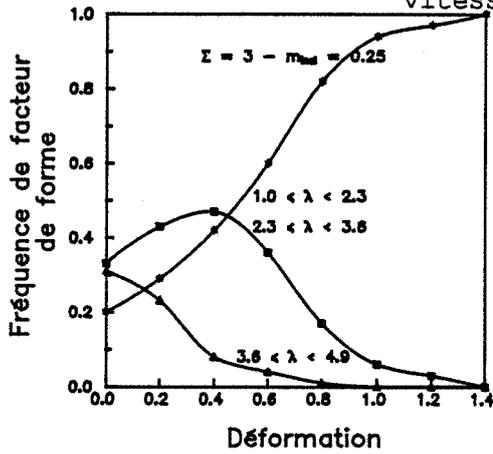


Figure V.19. Evolutions des fréquences de facteur de forme en fonction de la déformation, pour différentes classes de l'histogramme et trois duretés relatives.

figure V.18., pour une valeur de la dureté relative de 5 et un coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion de 0,25, voisin du coefficient moyen trouvé pour l'alliage TA6V dans le domaine biphasé. L'évolution de ces histogrammes en fonction de la déformation est très analogue à l'évolution expérimentale représentée sur la figure V.15.

La figure V.19. montre l'évolution théorique des trois premières classes de l'histogramme en fonction de la déformation pour trois valeurs de la dureté relative. Les classes les plus sensibles à la dureté relative sont celles pour lesquelles les facteurs de forme sont les plus faibles ($1,0 \leq \lambda < 2,3$ et $2,3 \leq \lambda < 3,6$). Le maximum de ces courbes est atteint pour une déformation plus importante lorsque la dureté relative augmente. La figure V.19.b ($\Sigma=5$) est celle qui se rapproche le plus de l'évolution expérimentale représentée sur la figure V.16.

Enfin la figure V.20. permet de comparer les évolutions théoriques et expérimentales du facteur de forme moyen en fonction de la déformation. La décroissance de ce dernier est beaucoup plus faible lorsque le coefficient de dureté relative augmente.

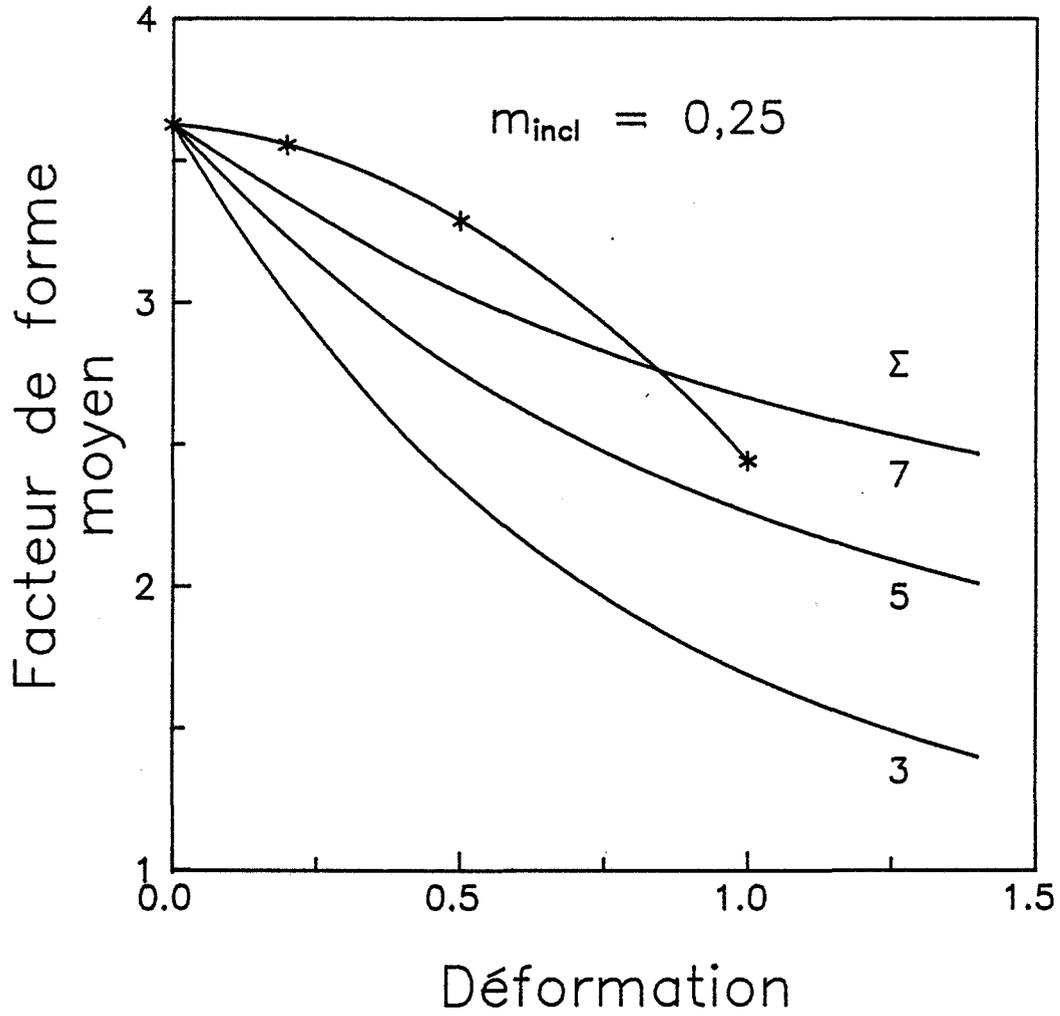


Figure V.20. Evolution des facteurs de forme moyen théorique et expérimental en fonction de la déformation.

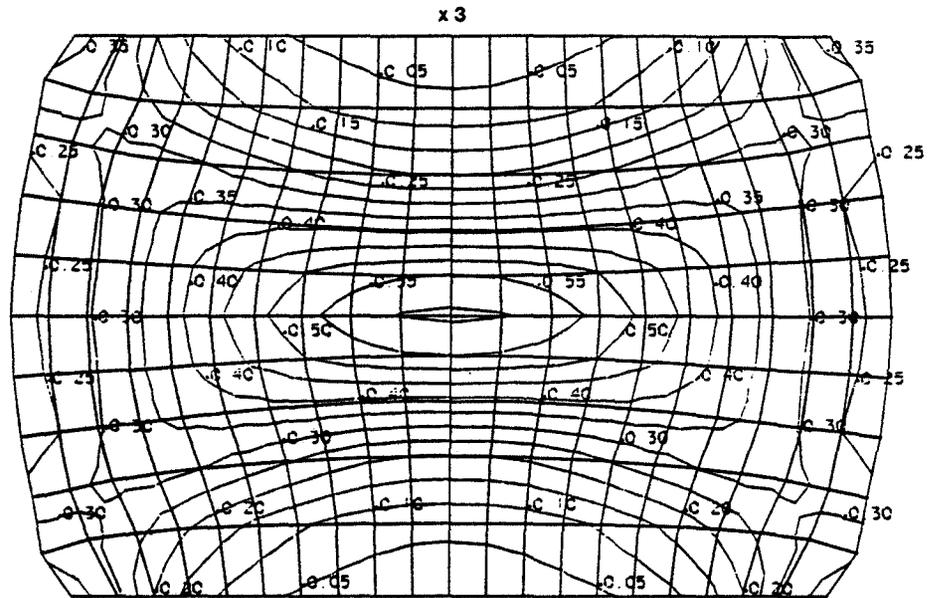


Figure V.21. Tracé des iso-déformations obtenu par une simulation du matriçage d'un échantillon massif déformé de 0,24 (KEMPF, 1989).

V.5. Discussion et conclusion

L'étude qualitative des états déformés a permis de confirmer une observation classique, à savoir l'existence dans les échantillons comprimés d'une "zone morte" dans laquelle la structure se déforme peu, ce qui provoque également l'apparition de bandes de cisaillement. Sur une coupe parallèle à l'axe de compression, polie et attaquée, on distingue clairement à l'œil nu une zone ayant un éclat différent et formant ce que l'on appelle la "croix du forgeron". Ceci traduit bien une hétérogénéité de déformation au sein de l'échantillon. Un exemple de cartes d'iso déformation pour un essai de compression est donné par KEMPF (1989) (Fig. V.21.). Les déformations locales peuvent être deux fois plus grandes que la déformation globale. Les courbes contrainte-déformation représentent donc le comportement moyen du matériau en compression. Compte tenu du faible écrouissage des alliages étudiés, et des données bibliographiques (BAQUE et al., 1973), il ne semble pas toutefois que ce phénomène affecte de façon significative les relations contrainte-déformation obtenues en compression.

Les microstructures d'échantillons déformés dans le domaine β ont permis de conclure sur les mécanismes de déformation de cette phase. Lors de la déformation, les joints de grains deviennent de plus en plus dentelés et l'on note l'apparition de sous-joints à l'intérieur des grains. Ceux-ci résultent de la restauration dynamique qui se produit tout au long de la déformation. Les sous-grains ainsi formés se désorientent alors de plus en plus les uns par rapport aux autres jusqu'à former de nouveaux grains de taille inférieure à celle des grains initiaux. Ce phénomène se produit plus facilement au voisinage des joints de grains pour se propager au fur et à mesure de la déformation à l'intérieur des grains. De telles observations sont possibles sur la phase β de l'alliage BETACEZ car celle-ci peut être maintenue à l'état métastable à la température ambiante. L'ensemble du processus suggère plutôt une "recristallisation continue" qu'une "recristallisation dynamique géométrique" telle que définie par Mc QUEEN et al. (1985) et SOLBERG et al. (1989). En effet, dans ce dernier cas, les déformations nécessaires pour que le mécanisme se produise sont plus importantes que celles que l'on peut atteindre lors d'essais de compression ($\bar{\epsilon} \approx 1$). La formation de nouveaux grains s'effectuera lorsque l'épaisseur moyenne du grain initial est de l'ordre de deux fois la taille des sous-

grains (SOLBERG et al., 1989). Les nouveaux grains sont alors formés par pincement du joint.

En ce qui concerne les mécanismes de déformation de la phase α , il est difficile de tirer des conclusions définitives par manque d'observations plus fines (microscopie électronique en transmission). Néanmoins il est vraisemblable que le processus de recristallisation dynamique proposé par de nombreux auteurs n'intervient pas dans le domaine de vitesses de déformation et de températures étudié, comme le montre la forme des courbes contrainte-déformation. Le mécanisme de déformation est plus probablement un mécanisme tel que celui proposé par WEISS et al. (1986) : des bandes de cisaillement se forment à l'intérieur des grains de phase α et la pénétration de la phase β provoque la formation de nouveaux grains α par un processus de fragmentation aidé par la diffusion.

Les résultats qualitatifs concernant les états déformés ont été complétés par une étude théorique de la déformation d'un matériau biphasé. Celle-ci utilise les résultats de GILORMINI et MONTHEILLET (1986) en les appliquant à une distribution de particules ellipsoïdales de révolution de phase α dans une matrice de phase β . Les résultats sont bien corrélés avec les données expérimentales obtenues par analyse d'images, mais ils nécessitent quelques remarques.

Tout d'abord le calcul analytique de l'évolution de la forme d'une particule ellipsoïdale de révolution est effectué dans le cas où celle-ci est isolée dans une matrice infinie de comportement viscoplastique linéaire (newtonien). Ce résultat a ensuite été appliqué à une distribution de particules. On peut alors considérer que chaque particule de phase α prise individuellement est isolée dans une matrice de phase $\alpha + \beta$, de comportement viscoplastique linéaire. De plus ces particules sont supposées ne pas avoir d'interactions entre elles. Cette hypothèse est raisonnable dans le cas étudié expérimentalement car la proportion de phase α est de l'ordre de 30%. L'obligation de prendre un coefficient de sensibilité à la vitesse de la matrice (ou de la matrice et du reste de particules de phase α) égal à 1 ne modifie guère les résultats. Il a en effet été démontré que ceux-ci varient nettement plus lorsque ce coefficient évolue entre 0 et 0,2 qu'entre 0,2 et 1 (GILORMINI et MONTHEILLET, 1986).

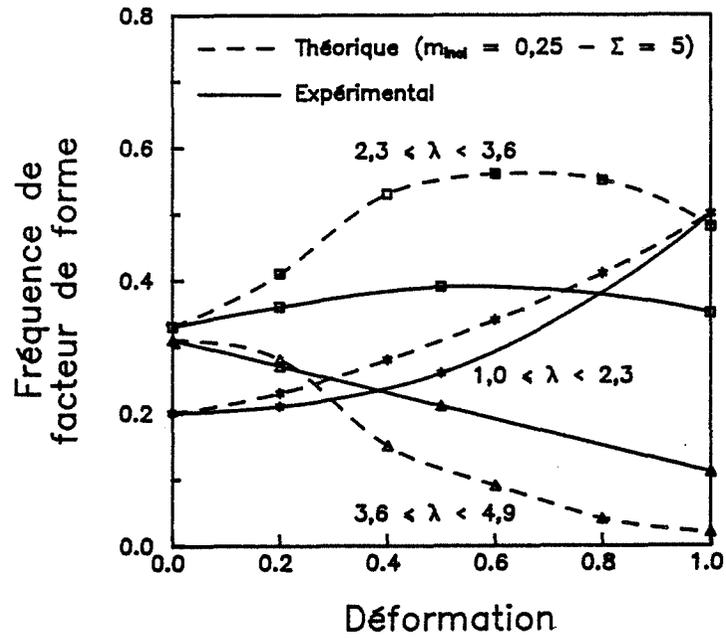
TA6V - 935°C - 10⁻¹ s⁻¹

Figure V.22. Evolutions des facteurs de forme théorique et expérimental en fonction de la déformation.

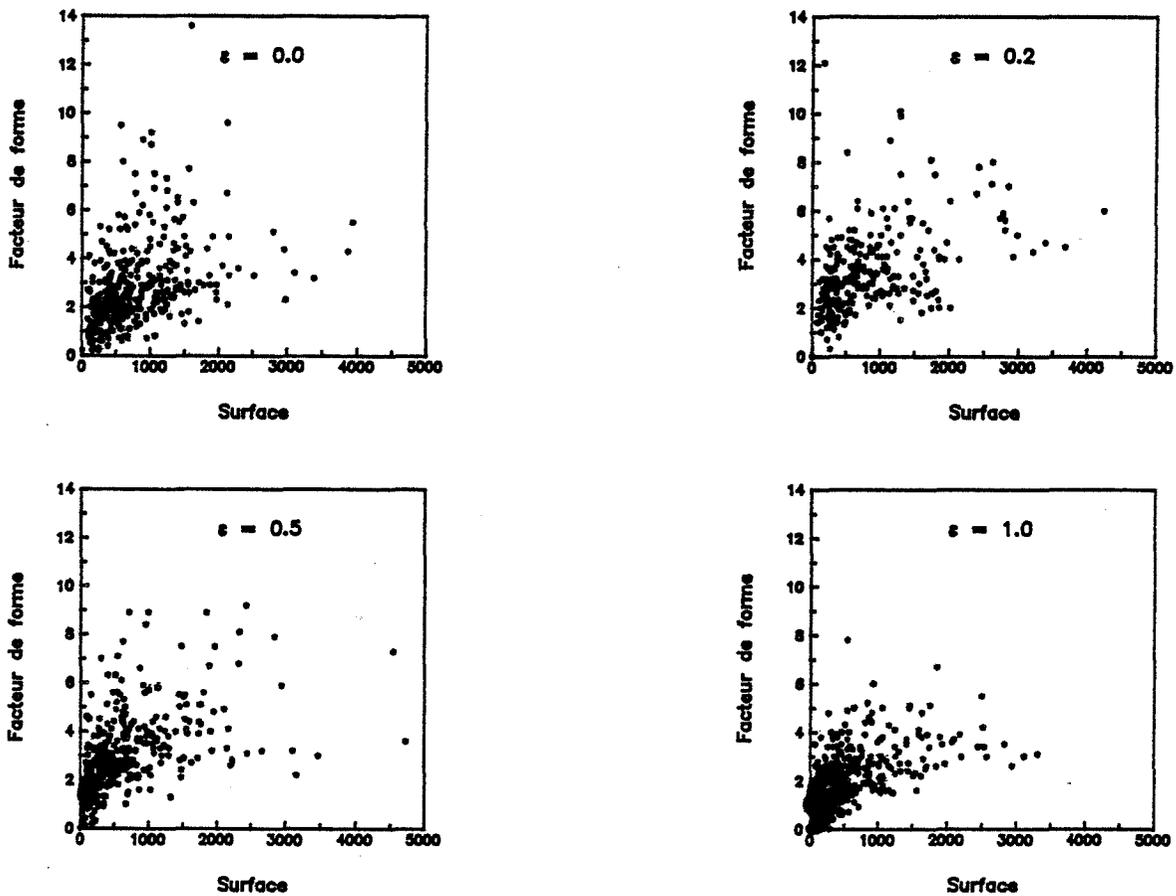


Figure V.23. Représentation des particules analysées dans un diagramme facteur de forme-surface pour différentes déformations.

La figure V.22. permet de comparer les résultats théoriques et expérimentaux dans un diagramme donnant l'évolution de la fréquence de facteur de forme en fonction de la déformation. On constate un assez bon accord pour une valeur de la dureté relative égale à 5 et un coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion égal à 0,25. Cette valeur de la dureté relative obtenue par comparaison avec les résultats expérimentaux est difficile à déterminer directement sur les courbes expérimentales. Il faudrait en effet pour cela connaître la loi de comportement de chaque phase pour pouvoir calculer le rapport des contraintes d'écoulement à la même température et à la même vitesse de déformation. On peut cependant estimer ce paramètre à partir des courbes contrainte-température en extrapolant vers les basses températures le comportement observé pour la phase β et vers les hautes températures celui observé lorsque la phase α est majoritaire. Si l'on effectue alors le rapport des deux valeurs obtenues à 935°C et 10^{-1} s^{-1} , on obtient une valeur de Σ de l'ordre de 2, nettement plus faible que celle obtenue à partir du modèle théorique.

Inversement, le calcul théorique effectué en supposant une dureté relative $\Sigma = 2$ conduirait pour les domaines de phase α à des rapports de forme plus grands que ceux donnés par l'analyse d'images. Il est vraisemblable que ce désaccord résulte des processus de fragmentation et de globulisation subis par la phase α au cours de la déformation (cf. plus haut), qui ont tendance à réduire le rapport de forme des grains, et qui n'ont pas été pris en compte dans le modèle purement mécanique utilisé. Cette interpolation est confirmée par la figure V.23., qui montre que les volumes des grains diminuent au cours de la déformation. Cependant on retrouve bien théoriquement et expérimentalement le même type d'évolution : croissance de la fréquence du facteur de forme pour la classe correspondant aux facteurs de forme les plus faibles ($1,0 \leq \lambda < 2,3$) ; passage par un maximum puis décroissance pour les facteurs de forme dont la valeur est comprise entre 2,3 et 3,6 ; décroissance pour toutes les autres classes.

CHAPITRE VI

CONCLUSION GENERALE

VI. CONCLUSION GENERALE

Des essais de compression, réalisés à des températures comprises entre 800 et 950°C pour l'alliage BETACEZ et entre 900 et 1015°C pour l'alliage TA6V et à des vitesses comprises entre 10^{-3} et 10^{-1} s⁻¹, ont permis de caractériser avec précision le comportement rhéologique de ces deux alliages de titane dans les domaines biphasé $\alpha+\beta$ et monophasé β .

En ce qui concerne la rhéologie globale les principaux résultats expérimentaux sont les suivants :

(i) Les courbes contrainte-déformation présentent un pic initial ($\bar{\epsilon} \approx 0,05$). Celui-ci est plus accentué dans le cas du BETACEZ que dans celui du TA6V et ses variations en fonction de la température et de la vitesse de déformation sont plus importantes dans le domaine biphasé des deux alliages.

(ii) Aux déformations plus élevées ($\bar{\epsilon} \approx 0,10$), les courbes sont assez régulières ; elles présentent soit un léger adoucissement soit un léger durcissement avant d'atteindre un régime stationnaire à partir d'une déformation de l'ordre de 0,5.

(iii) Les variations du coefficient de sensibilité à la vitesse m en fonction de la température, de la déformation et de la vitesse de déformation ont été établies avec précision, en vue notamment de leur utilisation dans l'approche thermodynamique de la déformation à chaud.

(iv) La décroissance de la contrainte en fonction de la température est rapide dans le domaine biphasé jusqu'à la température de transition. Elle est au contraire très faible dans le domaine monophasé. La transition entre les deux domaines est moins brusque que celle qui avait été observée dans certains travaux antérieurs.

L'utilisation heuristique de la méthode dite de "Modélisation Dynamique des Matériaux" a permis de prouver la faisabilité d'une telle approche, à condition de respecter un certain nombre d'exigences méthodologiques : les données expérimentales doivent comporter un nombre suffisant de vitesses de déformation et de températures (au minimum 5 dans les deux cas) pour qu'il soit possible d'apprécier des variations du second ordre par rapport à $\dot{\epsilon}$ de paramètres tels que le coefficient de sensibilité à la vitesse m . Si plusieurs mécanismes de déformation sont susceptibles d'intervenir dans le domaine d'étude, il convient de s'assurer que chacun d'entre eux est représenté par un nombre suffisant de données.

D'autre part la prise en compte rigoureuse des variations de m en fonction de $\dot{\epsilon}$ nous a amené à revoir le calcul du coefficient d'efficacité η .

L'étude des critères de stabilité "mécanique" et "structurale", faisant appel à la thermodynamique des processus irréversibles, a été effectuée pour les deux alliages TA6V et BETACEZ. Des domaines d'instabilité du premier type n'ont été mis en évidence que dans le cas de l'alliage TA6V, tandis que des domaines d'instabilité du second type apparaissent dans les deux alliages. Les deux alliages ne devraient a priori pas être mis en forme dans de tels domaines de température et de vitesse de déformation sous peine de voir apparaître des instabilités dans le matériau (cavités, bandes de cisaillement, etc...).

Ces approches globales ont été complétées par une étude rhéologique locale et, dans le cas des structures biphasées, par une analyse théorique de l'évolution de la texture morphologique.

Les observations effectuées par microscopie optique et à balayage sur l'alliage BETACEZ dans le domaine monophasé ont permis de conclure sur le mécanisme de déformation de la phase β (métastable). L'apparition de sous-joints à l'intérieur des grains β et de petits grains équiaxes au niveau des joints initiaux dentelés sont caractéristiques d'un mécanisme de "recristallisation continue", par désorientation progressive des sous-grains formés par restauration dynamique.

L'étude quantitative d'échantillons d'alliage TA6V déformés dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$ a permis de mettre en évidence l'évolution des facteurs de forme des particules de phase α en fonction de la déformation en compression. On constate un assez bon accord entre ces résultats expérimentaux et un modèle simple d'inclusion, ce qui montre la possibilité de prévoir théoriquement l'évolution de la texture morphologique pour d'autres matériaux et d'autres chemins de déformation.

Enfin les études ultérieures dans ce domaine devraient plutôt s'orienter vers l'analyse des processus de déformation de la phase β et du mélange $\alpha + \beta$, ainsi que des mécanismes de transformation $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ statique ou dynamique, à l'échelle de la microscopie électronique en transmission et de l'analyse locale des orientations cristallographiques. L'ensemble de ces contributions devrait alors permettre l'optimisation des gammes de transformation d'alliages de titane réputés "classiques" (TA6V, Ti 6.2.4.6., etc.) ou nouveaux, tels que le BETACEZ.

ANNEXE I

**DESCRIPTION DU DISPOSITIF DE COMPRESSION A
CHAUD ET DÉROULEMENT DES ESSAIS**

DESCRIPTION DU DISPOSITIF DE COMPRESSION A CHAUD ET DÉROULEMENT DES ESSAIS

I. DESCRIPTION DU DISPOSITIF

Le cahier des charges qui était fixé pour la conception d'un dispositif de compression à chaud était simple. Il s'agissait de réaliser un système permettant d'effectuer des traitements thermomécaniques sous atmosphère suivis ou non de la trempe de l'échantillon.

Parmi tous les dispositifs de chauffage disponibles, le chauffage par rayonnement semble présenter le meilleur compromis entre souplesse d'utilisation et vitesse de montée en température. De plus, dans le modèle choisi, les six lampes à infrarouge sont placées au foyer d'une parabole, ce qui permet d'avoir des rayons réfléchis parallèles entre eux. La zone de chauffe où la température est homogène est alors plus importante. Le four choisi l'a été également en fonction de critères géométriques. Il devait en effet avoir une ouverture la plus grande possible. Le modèle choisi a un diamètre intérieur de 104 mm.

Le programmeur, géré par microprocesseur, permet d'effectuer des cycles thermomécaniques complexes. Les températures maximales admissibles avec ce modèle sont de l'ordre de 1300°C.

Le choix des dimensions des échantillons a été effectué en accord avec celles définies par la norme ASTM E 209-65, ainsi qu'avec la bibliographie. Le diamètre initial est donc $D_0 = 10$ mm et la hauteur initiale $H_0 = 15$ mm.

La déformation maximale que l'on peut effectuer sur de tels échantillons, compte tenu du dimensionnement du montage, est $\bar{\epsilon} = 1,2$ afin qu'ils puissent être éjectés dans le trou pratiqué dans le tas inférieur et trempés.

Le schéma général du montage a déjà été présenté sur la figure III.22.

L'ensemble des parties soumises à haute température est réalisé en acier inoxydable 25-20. Un calcul de résistance des matériaux permet d'évaluer la flèche de la pièce qui supporte le tas de presse inférieur. Pour un disque de rayon $r = 40$ mm et d'épaisseur $e = 50$ mm encastré sur le pourtour et soumis en son centre à une charge P , la flèche f est donnée par la formule suivante :

$$f = 5 P r^2 / 3 \pi E e^3$$

où E désigne le module d'Young du matériau.

En supposant le module d'Young à chaud égal à 50 GPa et la force maximale égale à 300 kN, la valeur de la flèche ainsi obtenue est d'environ 5×10^{-3} mm. Cette valeur est négligeable par rapport aux dimensions des échantillons et compte tenu de l'objectif qui est de caractériser le comportement rhéologique, donc d'effectuer de grandes déformations. D'autre part, lors des premiers essais, on a pu vérifier que les valeurs de la déformation données par le capteur inductif de déplacement fixé sur la traverse et par la mesure de l'épaisseur de l'échantillon avant et après essai, étaient en très bon accord, ce qui met en évidence la rigidité élevée du montage.

Les deux tas de presse sont en alliage de molybdène TZM dont la composition nominale est : 0,5% Ti, 0,1% Zr, 0,01% C, Mo complément. Ils sont percés en leur centre jusqu'à environ 0,5 mm de leur surface et reçoivent un thermocouple de type K (chromel - alumel). La régulation de température est assurée par le thermocouple placé dans le tas supérieur. A cause de la différence de masses à chauffer de part et d'autre de l'échantillon, on observe lors de la chauffe une différence de température entre les deux thermocouples (de l'ordre de 50 à 70°C). Le palier isotherme avant essai permet d'atteindre assez rapidement (en moins de 5 min) une bonne homogénéité de température.

Des systèmes de refroidissement ont été prévus aux extrémités du tube en silice vitreuse ainsi que sous la cellule de mesure de la force afin, dans ce dernier cas, de limiter la dérive de la mesure surtout sensible pour les faibles calibres.

II. Déroulement des essais - Informatisation

Avant de pouvoir effectuer les premiers essais, il a fallu modifier le programme de pilotage de la machine de traction/compression. Il s'est avéré rapidement que les essais ne pourraient pas être effectués à vitesse de déformation constante à cause de la très mauvaise régulation qui induisait des oscillations sur les courbes contrainte-déformation.

Il a ensuite été nécessaire de reprendre le programme existant afin de le fiabiliser et de l'adapter aux essais que l'on souhaitait réaliser.

Les principales modifications ont porté sur les points suivants :

- Régulation de la position de la traverse au cours de la montée en température, de manière à ce que le tas supérieur reste toujours au contact de l'échantillon. La force est mesurée en continu et la traverse remontée, lorsque celle-ci dépasse un certain seuil, jusqu'à ce qu'elle redevienne nulle. Ceci améliore de plus la régulation de la température, car le thermocouple reste en contact avec l'échantillon tout au long du cycle thermique.

- Acquisition de la température par mesure de la tension aux bornes des thermocouples sur un voltmètre numérique puis conversion.

- Possibilité d'effectuer des cycles thermomécaniques complexes avec par exemple des paliers isothermes sous charge ou hors charge suivis ou non de rechargement.

ANNEXE II

**DÉTERMINATION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT PAR
LA MÉTHODE DE L'ANNEAU**

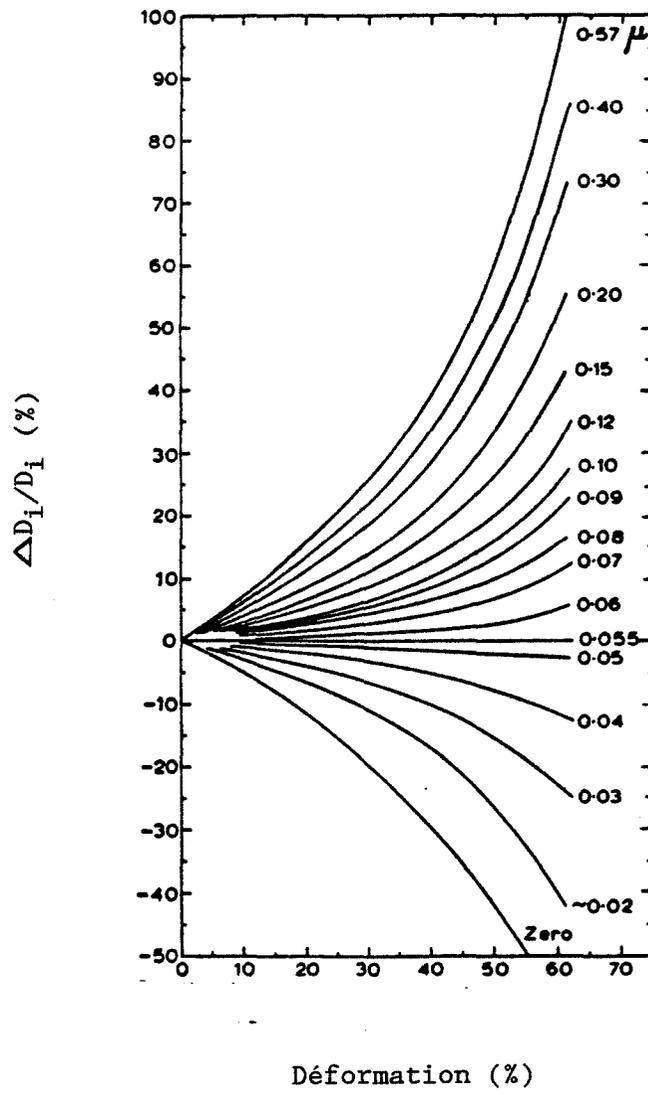


Figure A.II.1. Abaque de dépouillement du test de l'anneau (MALE et COCKROFT, 1964).

DÉTERMINATION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT PAR LA MÉTHODE DE L'ANNEAU

I Présentation de la méthode

Au cours d'un essai de compression l'échantillon ne se déforme presque jamais de manière homogène. Il apparaît en effet une déformation en "tonneau" qui est d'autant plus importante que le coefficient de frottement entre l'échantillon et les tas de presse est élevé. Afin de limiter cet effet qui introduit un gradient de déformation à l'intérieur de l'échantillon, on utilise un lubrifiant qui est le plus souvent une poudre de verre.

Cependant il est parfois nécessaire de comparer quantitativement des lubrifiants entre eux. Pour cela on peut par exemple utiliser la méthode de détermination du coefficient de frottement proposée par MALE et COCKCROFT (1964). Cette méthode très simple relie la variation de diamètre intérieur d'un anneau déformé en compression ($\Delta D_i/D_i$) au coefficient de frottement, en fonction du taux de déformation auquel il est soumis. Le diamètre intérieur augmente si le coefficient de frottement est faible ($\bar{m} < 0,05$) sinon il diminue (Fig. A.II.1.). L'abaque présenté sur cette figure a été établi pour des anneaux dont les dimensions sont les suivantes :

Diamètre extérieur : $D_e = 18,98$ mm

Diamètre intérieur : $D_i = 9,53$ mm

Epaisseur : $e = 6,35$ mm

Il n'est donc utilisable que pour des anneaux dont les dimensions sont homothétiques de celles données ci-dessus.

Les dimensions des anneaux utilisés pour la détermination du coefficient de frottement pour l'alliage TA6V lubrifié par de l'ENDU 4479

T (°C)	e (%)	$\Delta D_i/D_i$ (%)	\bar{m}
900	32,8	12,25	0,15
900	32	10,66	0,12
935	15,6	4	0,12
935	33,2	13,3	0,15
985	16	5,3	0,15
985	36,4	14,6	0,15

Tableau A.II.1. Valeurs des coefficients de frottement déterminés lors des tests de l'anneau.

(suspension colloïdale de nitrure de bore en milieu solvant) sont les suivantes :

$$D_e = 15 \text{ mm}$$

$$D_i = 7,5 \text{ mm}$$

$$e = 5 \text{ mm}$$

II. Résultats

Les conditions expérimentales dans lesquelles ont été réalisés ces essais sont les suivantes :

Températures : 900, 935 et 985°C

Taux de déformation : $\bar{\epsilon} = 0,15$ et $0,3$

Vitesse de déformation : $\dot{\epsilon} = 1,1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

Les résultats obtenus présentés dans le tableau A.II.1. ne montrent de variation significative du coefficient de frottement ni en fonction de la température ni du taux de déformation, compte tenu de la précision des mesures réalisées.

On pourra donc prendre pour les essais de caractérisation rhéologique réalisés une valeur de coefficient de frottement égale à $0,15$ afin de corriger les courbes contrainte-déformation de l'erreur ainsi introduite.

ANNEXE III

**EVOLUTION DE LA FORME D'UNE PARTICULE
ELLIPSOIDALE DE RÉVOLUTION DANS UNE MATRICE
VISCOPLASTIQUE LINÉAIRE**

**EVOLUTION DE LA FORME D'UNE PARTICULE ELLIPSOÏDALE DE
RÉVOLUTION DANS UNE MATRICE VISCOPLASTIQUE LINÉAIRE**

L'étude analytique de l'évolution de la forme de particules ellipsoïdales de révolution, dans une matrice viscoplastique linéaire soumise à différentes sollicitations mécaniques a été effectuée par de nombreux auteurs depuis les travaux d'ESHELBY (1957). Nous utiliserons plus précisément ici les résultats de GILORMINI et MONTHEILLET (1986). Ces auteurs proposent une solution analytique pour l'évolution de la forme de particules ellipsoïdales de révolution, de facteur de forme initial λ_0 et de coefficient de sensibilité à la vitesse m_1 , soumises à une sollicitation axisymétrique. Cette solution fait également intervenir un coefficient Σ appelé dureté relative qui est le rapport des contraintes d'écoulement de l'inclusion et de la matrice, lorsque celles-ci sont soumises à la même vitesse de déformation.

I. Description de la méthode de calcul utilisée

Considérons une particule ellipsoïdale de révolution de grand axe $2a$ et de petit axe $2b$. Le facteur de forme est $\lambda = a/b$.

Appliquons une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}^{\infty}$ loin de cette particule. La vitesse à laquelle elle se déforme est : $\dot{\epsilon} = -\frac{\dot{a}}{a} = 2 \frac{\dot{b}}{b}$, dans le cas où la sollicitation axisymétrique est une compression ($\dot{a} < 0, \dot{b} > 0$).

La vitesse de variation du facteur de forme est alors $\dot{\lambda}$ telle que :

$$\frac{\dot{\lambda}}{\lambda} = \frac{\dot{a}}{a} - \frac{\dot{b}}{b} = -\frac{3\dot{\epsilon}}{2} \quad (\dot{\lambda} < 0)$$

Posons $\delta = \frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon^\infty}$. On obtient alors :

$$\dot{\lambda} = -\frac{3}{2} \lambda \varepsilon^\infty \delta \quad (\text{A.III.1.})$$

δ est solution de l'équation :

$$F(\lambda) (\Sigma \delta^{m_1} - 1) + \delta - 1 = 0 \quad (\text{A.III.2.})$$

$$\text{avec } F(\lambda) = -\frac{3}{1+2\lambda^2} \frac{\lambda^2 - 1 + (1+2\lambda^2) Q_1}{\lambda^2 - 1 + 3Q_1}$$

$$\text{où } \begin{cases} Q_1 = 1 - \frac{1+e}{2\sqrt{e}} \tanh^{-1} \left(\frac{2\sqrt{e}}{1+e} \right) & \text{si } \lambda > 1 \\ Q_1 = 1 - \frac{1+e}{2\sqrt{-e}} \tan^{-1} \left(\frac{2\sqrt{-e}}{1+e} \right) & \text{si } \lambda < 1 \end{cases}$$

et $e = \frac{\lambda - 1}{\lambda + 1}$ est l'excentricité de l'ellipsoïde.

En résolvant l'équation (A.III.1.) par des méthodes numériques on peut ainsi connaître l'évolution du facteur de forme λ en fonction de la déformation appliquée à l'infini.

$$\lambda = f(\lambda_0, \Sigma, m_1)$$

Le problème qui se pose est celui de la recherche des racines de l'équation (A.III.2.).

Lorsque le coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion m_1 est égal à 0 ou 1, les racines sont évidentes et valent respectivement

$$\delta = 1 - (\Sigma - 1) F(\lambda) \text{ et } \delta = \frac{F(\lambda) + 1}{\Sigma F(\lambda) + 1}. \text{ Dans les autres cas, il est}$$

généralement impossible de les trouver de manière analytique sauf lorsque m_1 est de la forme $m_1 = 1/p$, p prenant les valeurs 2, 3 ou 4.

L'équation (A.III.2.) peut alors se ramener à une équation de degré p , et se résoudre analytiquement, en effectuant le changement de variable suivant :

$$x = \delta^{1/p} \Leftrightarrow x^p = \delta$$

Cette équation s'écrit alors :

$$x^p + \Sigma F(\lambda) x - [F(\lambda) + 1] = 0 \quad (\text{A.III.3.})$$

- Cas où $p = 2$

L'équation (A.III.3.) s'écrit :

$$x^2 + \Sigma F(\lambda) x - [F(\lambda) + 1] = 0$$

Les racines de cette équation sont :

$$x_1 = \frac{1}{2} \left[-\Sigma F(\lambda) + \sqrt{[\Sigma F(\lambda)]^2 + 4[F(\lambda) + 1]} \right]$$

et

$$x_2 = \frac{1}{2} \left[-\Sigma F(\lambda) - \sqrt{[\Sigma F(\lambda)]^2 + 4[F(\lambda) + 1]} \right]$$

Seule la première est compatible avec le changement de variable effectué, car $F(\lambda)$ est positive et donc x_2 est négative.

On aura alors :

$$\delta = x_1^2 = \frac{1}{4} \left[-\Sigma F(\lambda) + \sqrt{[\Sigma F(\lambda)]^2 + 4[F(\lambda) + 1]} \right]^2$$

- Cas où $p = 3$

L'équation (A.III.3.) s'écrit :

$$x^3 + \Sigma F(\lambda) x - [F(\lambda) + 1] = 0$$

A l'aide des résultats généraux sur la résolution des équations du troisième degré (BRONSTEIN et SEMENDIEV, 1985) on remarque que dans ce cas la seule solution réelle est :

$$x = -2 r \sinh (\varphi/3)$$

$$\text{avec } r = -\sqrt{\frac{\Sigma F(\lambda)}{3}} \text{ et } \sinh \varphi = -\frac{F(\lambda) + 1}{2 r^3}$$

δ est alors égal à :

$$\delta = x^3 = -8 r^3 [\sinh (\varphi/3)]^3$$

- Cas où $p = 4$

L'équation (A.III.3.) s'écrit :

$$x^4 + \Sigma F(\lambda) x - [F(\lambda) + 1] = 0 \quad (\text{A.III.4.})$$

Exprimons la sous la forme d'un produit de deux équations du second degré :

$$(x^2 + \alpha x + \beta) (x^2 + \alpha' x + \beta') = 0 \quad (\text{A.III.5.})$$

Développons ce produit et identifions les coefficients des monômes de même degré.

On obtient le système :

$$(I) \quad \begin{cases} \alpha' + \alpha = 0 \\ \beta' + \beta + \alpha \alpha' = 0 \\ \alpha' \beta + \beta' \alpha = \Sigma F(\lambda) = A \\ \beta' \beta = -[F(\lambda) + 1] = B \end{cases}$$

Remplaçons α' par $-\alpha$ dans les deux équations du milieu. On a ainsi :

$$(II) \quad \begin{cases} \beta' + \beta = \alpha^2 \\ \beta' - \beta = \frac{A}{\alpha} \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} \beta' = \frac{\alpha^3 + A}{2\alpha} \\ \beta = \frac{\alpha^3 - A}{2\alpha} \end{cases}$$

En reportant ces valeurs dans la dernière équation du système (I) on aboutit à l'équation du sixième degré suivante :

$$\alpha^6 - 4B\alpha^2 - A^2 = 0$$

ou bien encore, une fois le changement de variable $X = \alpha^2$ effectué :

$$X^3 - 4BX^2 - A^2 = 0$$

Le coefficient du terme de degré 1 étant positif, on peut résoudre cette équation par la même méthode que dans le cas précédent.

La solution réelle est donc :

$$X = -2r \sinh(\varphi/3)$$

$$\text{avec } r = -2 \sqrt{\frac{F(\lambda) + 1}{3}} \text{ et } \sinh(\varphi) = -\frac{[\Sigma F(\lambda)]^2}{2r^3}$$

α est donc égal à $\pm\sqrt{X}$

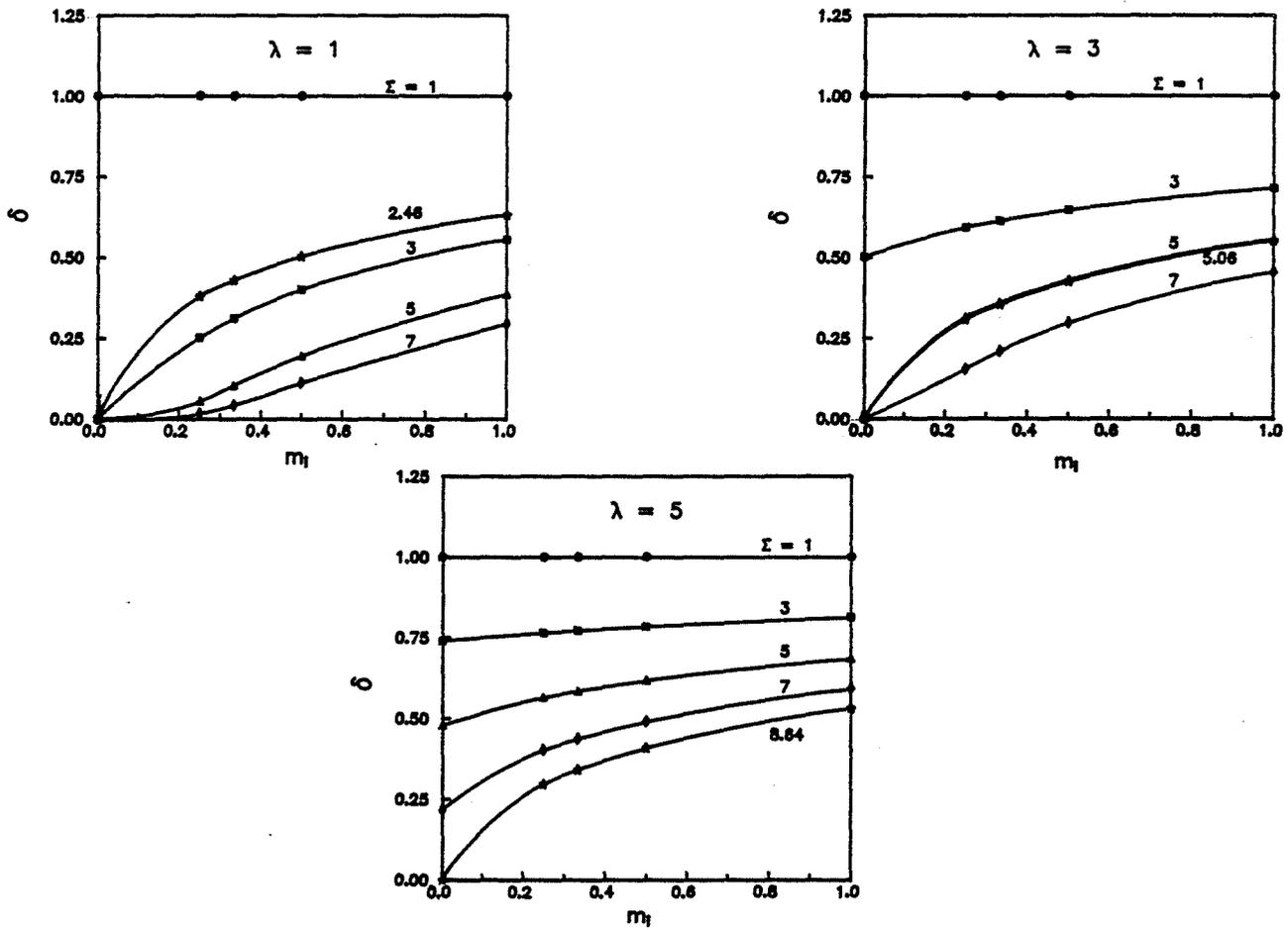


Figure A.III.1. Représentation de la solution de l'équation (A.III.2.) en fonction du coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion pour différents facteurs de forme et différentes duretés relatives.

On connaît maintenant tous les coefficients de l'équation (A.III.5.). La résolution par rapport aux variables x et $\delta = x^4$ passe donc par la résolution des deux équations du second degré :

$$x^2 + 2 \left[\sqrt{-r_1 \sinh(\varphi/3)} \right] x + \left[-2 r_1 \sinh(\varphi/3) - \frac{\Sigma F(\lambda)}{4 \sqrt{-r_1 \sinh(\varphi/3)}} \right] = 0$$

et

$$x^2 - 2 \left[\sqrt{-r_1 \sinh(\varphi/3)} \right] x + \left[-2 r_1 \sinh(\varphi/3) + \frac{\Sigma F(\lambda)}{4 \sqrt{-r_1 \sinh(\varphi/3)}} \right] = 0$$

$$\text{avec } r_1 = -\sqrt{\frac{[F(\lambda) + 1]}{3}}, \quad q = -\frac{[\Sigma F(\lambda)]^2}{16} \quad \text{et} \quad \sinh \varphi = \frac{q}{r_1^3}$$

Seules les racines de la première équation sont réelles et valent :

$$x_1 = -P_1 \pm \sqrt{P_1^2 - Q_1}$$

avec :

$$P_1 = \sqrt{-r_1 \sinh(\varphi/3)} \quad \text{et} \quad Q_1 = -2 r_1 \sinh(\varphi/3) - \frac{\Sigma F(\lambda)}{4 \sqrt{-r_1 \sinh(\varphi/3)}}$$

II. Résultats

Les solutions de l'équation (A.III.2.) sont représentées sur la figure A.III.1. pour différentes valeurs du facteur de forme et différentes duretés relatives.

Lorsque la dureté relative est égale à 1, on retrouve bien comme solution de cette équation la valeur 1. L'inclusion se déforme à la même vitesse que la matrice quelle que soit la valeur du coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion. Lorsque le coefficient de sensibilité à la vitesse est nul, il existe une valeur limite de la dureté relative en-dessous de laquelle l'inclusion ne se déforme pas (GILORMINI et MONTHEILLET, 1986). Cette valeur limite est respectivement égale à 2,46,

5,06 et 8,64 lorsque le facteur de forme initial est égal à 1, 3 et 5. Pour des valeurs de sensibilité à la vitesse typiques de la déformation à chaud, l'inclusion se déforme d'autant plus vite que ce coefficient est élevé ou que la dureté relative est plus faible.

Enfin à partir des interpolations des solutions analytiques, il serait possible de résoudre le problème de la déformation d'une particule ellipsoïdale de révolution pour toute valeur de la dureté relative et du coefficient de sensibilité à la vitesse de l'inclusion.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- ANKEM S., SHYUE J.G., VIJAYSHANKAR M.N. et ARSENAULT R.J.**
The effect of volume per-cent of phases on the high temperature tensile deformation of two phase Ti-Mn alloys.
Mater. Sci. Eng., A111 51 (1989).
- ASHBY M.F. et FROST H.J.**
The kinetics of inelastic deformation above 0K ; p. 117.
Constitutive equations in plasticity.
ARGON A.S. Ed. - MIT Press - Cambridge (1975).
- BAQUE P., FELDER E., HYAFIL J. et D'ESCATHA Y.**
Mise en forme des métaux : calculs par la plasticité.
Ed. DUNOD (1973).
- BARTLO L.J.**
Titanium and its alloys.
Lesson 7 : Metallography of titanium and its alloys.
Metals Engineering Institute. American Society for Metals.
Ed. H.D. KESSLER (1968).
- BRIOTTET L.**
Etude de l'évolution statique après déformation à chaud du TA6V et du BETACEZ.
Rapport de D.E.A., Ecole des Mines, Saint-Etienne (Sept. 1990).
- BRONSTEIN I.N. et SEMENDIAEV K.A.**
Aide mémoire de mathématiques.
Ed. EYROLLES (1985).
- BRYANT W.A.**
Correlation of data on the hot deformation of Ti-6Al-4V.
J. Mater. Sci., 10 1793 (1975).
- CASTRO R. et SERAPHIN L.**
Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V.
Mém. Etud. Sci. Rev. Métall., 63 1025 (1966).
- CHAMPIN B.**
Les traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique.
24^{ème} Colloque de Métallurgie, SACLAY, Juin 1981.
- CHAMPIN B.**
Interaction transformation - structure - propriétés dans les alliages de titane.
Trait. Therm., 163 19 (1982).
- CHEN C.C. et COYNE J.E.**
Deformation characteristics of Ti-6Al-4V alloy under isothermal forging conditions.
Metall. Trans., 7A 1931 (1976).

100
 101
 102
 103
 104
 105
 106
 107
 108
 109
 110
 111
 112
 113
 114
 115
 116
 117
 118
 119
 120
 121
 122
 123
 124
 125
 126
 127
 128
 129
 130
 131
 132
 133
 134
 135
 136
 137
 138
 139
 140
 141
 142
 143
 144
 145
 146
 147
 148
 149
 150
 151
 152
 153
 154
 155
 156
 157
 158
 159
 160
 161
 162
 163
 164
 165
 166
 167
 168
 169
 170
 171
 172
 173
 174
 175
 176
 177
 178
 179
 180
 181
 182
 183
 184
 185
 186
 187
 188
 189
 190
 191
 192
 193
 194
 195
 196
 197
 198
 199
 200
 201
 202
 203
 204
 205
 206
 207
 208
 209
 210
 211
 212
 213
 214
 215
 216
 217
 218
 219
 220
 221
 222
 223
 224
 225
 226
 227
 228
 229
 230
 231
 232
 233
 234
 235
 236
 237
 238
 239
 240
 241
 242
 243
 244
 245
 246
 247
 248
 249
 250
 251
 252
 253
 254
 255
 256
 257
 258
 259
 260
 261
 262
 263
 264
 265
 266
 267
 268
 269
 270
 271
 272
 273
 274
 275
 276
 277
 278
 279
 280
 281
 282
 283
 284
 285
 286
 287
 288
 289
 290
 291
 292
 293
 294
 295
 296
 297
 298
 299
 300
 301
 302
 303
 304
 305
 306
 307
 308
 309
 310
 311
 312
 313
 314
 315
 316
 317
 318
 319
 320
 321
 322
 323
 324
 325
 326
 327
 328
 329
 330
 331
 332
 333
 334
 335
 336
 337
 338
 339
 340
 341
 342
 343
 344
 345
 346
 347
 348
 349
 350
 351
 352
 353
 354
 355
 356
 357
 358
 359
 360
 361
 362
 363
 364
 365
 366
 367
 368
 369
 370
 371
 372
 373
 374
 375
 376
 377
 378
 379
 380
 381
 382
 383
 384
 385
 386
 387
 388
 389
 390
 391
 392
 393
 394
 395
 396
 397
 398
 399
 400
 401
 402
 403
 404
 405
 406
 407
 408
 409
 410
 411
 412
 413
 414
 415
 416
 417
 418
 419
 420
 421
 422
 423
 424
 425
 426
 427
 428
 429
 430
 431
 432
 433
 434
 435
 436
 437
 438
 439
 440
 441
 442
 443
 444
 445
 446
 447
 448
 449
 450
 451
 452
 453
 454
 455
 456
 457
 458
 459
 460
 461
 462
 463
 464
 465
 466
 467
 468
 469
 470
 471
 472
 473
 474
 475
 476
 477
 478
 479
 480
 481
 482
 483
 484
 485
 486
 487
 488
 489
 490
 491
 492
 493
 494
 495
 496
 497
 498
 499
 500
 501
 502
 503
 504
 505
 506
 507
 508
 509
 510
 511
 512
 513
 514
 515
 516
 517
 518
 519
 520
 521
 522
 523
 524
 525
 526
 527
 528
 529
 530
 531
 532
 533
 534
 535
 536
 537
 538
 539
 540
 541
 542
 543
 544
 545
 546
 547
 548
 549
 550
 551
 552
 553
 554
 555
 556
 557
 558
 559
 560
 561
 562
 563
 564
 565
 566
 567
 568
 569
 570
 571
 572
 573
 574
 575
 576
 577
 578
 579
 580
 581
 582
 583
 584
 585
 586
 587
 588
 589
 590
 591
 592
 593
 594
 595
 596
 597
 598
 599
 600
 601
 602
 603
 604
 605
 606
 607
 608
 609
 610
 611
 612
 613
 614
 615
 616
 617
 618
 619
 620
 621
 622
 623
 624
 625
 626
 627
 628
 629
 630
 631
 632
 633
 634
 635
 636
 637
 638
 639
 640
 641
 642
 643
 644
 645
 646
 647
 648
 649
 650
 651
 652
 653
 654
 655
 656
 657
 658
 659
 660
 661
 662
 663
 664
 665
 666
 667
 668
 669
 670
 671
 672
 673
 674
 675
 676
 677
 678
 679
 680
 681
 682
 683
 684
 685
 686
 687
 688
 689
 690
 691
 692
 693
 694
 695
 696
 697
 698
 699
 700
 701
 702
 703
 704
 705
 706
 707
 708
 709
 710
 711
 712
 713
 714
 715
 716
 717
 718
 719
 720
 721
 722
 723
 724
 725
 726
 727
 728
 729
 730
 731
 732
 733
 734
 735
 736
 737
 738
 739
 740
 741
 742
 743
 744
 745
 746
 747
 748
 749
 750
 751
 752
 753
 754
 755
 756
 757
 758
 759
 760
 761
 762
 763
 764
 765
 766
 767
 768
 769
 770
 771
 772
 773
 774
 775
 776
 777
 778
 779
 780
 781
 782
 783
 784
 785
 786
 787
 788
 789
 790
 791
 792
 793
 794
 795
 796
 797
 798
 799
 800
 801
 802
 803
 804
 805
 806
 807
 808
 809
 810
 811
 812
 813
 814
 815
 816
 817
 818
 819
 820
 821
 822
 823
 824
 825
 826
 827
 828
 829
 830
 831
 832
 833
 834
 835
 836
 837
 838
 839
 840
 841
 842
 843
 844
 845
 846
 847
 848
 849
 850
 851
 852
 853
 854
 855
 856
 857
 858
 859
 860
 861
 862
 863
 864
 865
 866
 867
 868
 869
 870
 871
 872
 873
 874
 875
 876
 877
 878
 879
 880
 881
 882
 883
 884
 885
 886
 887
 888
 889
 890
 891
 892
 893
 894
 895
 896
 897
 898
 899
 900
 901
 902
 903
 904
 905
 906
 907
 908
 909
 910
 911
 912
 913
 914
 915
 916
 917
 918
 919
 920
 921
 922
 923
 924
 925
 926
 927
 928
 929
 930
 931
 932
 933
 934
 935
 936
 937
 938
 939
 940
 941
 942
 943
 944
 945
 946
 947
 948
 949
 950
 951
 952
 953
 954
 955
 956
 957
 958
 959
 960
 961
 962
 963
 964
 965
 966
 967
 968
 969
 970
 971
 972
 973
 974
 975
 976
 977
 978
 979
 980
 981
 982
 983
 984
 985
 986
 987
 988
 989
 990
 991
 992
 993
 994
 995
 996
 997
 998
 999
 1000

COME N.

Caractérisation quantitative des microstructures de l'alliage de titane Ti-6Al-4V.

Rapport de D.E.A., Ecole des Mines, Nancy (1988).

DADRAS P. et THOMAS J.F.

Characterization and modeling for forging deformation of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si.

Metall. Trans., 12A 1867 (1981).

DATA SHEET (sans auteurs)

Effect of thermal treatment on microstructure of Ti-6Al-4V.

Met. Prog., 107 72 (1975).

DONACHIE Jr M.J.

Titanium and its alloys.

Mater. Eng., 79 61 (1974).

DUERIG T.W., TERLINDE G.T. et WILLIAMS J.C.

Phase transformations and tensile properties of Ti-10V-2Fe-3Al.

Metall. Trans., 11A 1987 (1980).

ESHELBY J.D.

The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion.

Proc. R. Soc. (LONDON), A241 376 (1957).

FARRAR P.A. et MARGOLIN H.

The titanium rich region of the Titanium-Aluminum-Vanadium system.

Trans. TMS-A.I.M.E., 221 1214 (1961).

GEGEL H.L.

Synthesis of atomistics and continuum modeling to describe microstructure.

Proc. Conf. on Computer Simulation in Materials Science ; p. 291.

R.J. ARSENAULT, J.R. BELLER Jr et D.M. ESTERLING Eds.

ASM Metals Park OHIO (Oct. 1986).

GHOSH A.K. et HAMILTON C.H.

Mechanical behavior and hardening characteristics of a superplastic Ti-6Al-4V alloy.

Metall. Trans., 10A 699 (1979).

GILORMINI P. et MONTHEILLET F.

Deformation of an inclusion in a viscous matrix and induced stress concentrations.

J. Mech. Phys. Solids, 34 97 (1986).

GOGIA A., BANERJEE D. et BIRLA N.C.

Effects of thermomechanical history on the microstructure of $\alpha+\beta$ titanium alloys.

Trans. Indian Inst. Met., 36 200 (1983).

HADJ SASSI B., QUIVY A. et LEHR P.

Caractéristiques microstructurales de l'alliage TA6V, en fonction des traitements thermomécaniques en $\alpha+\beta$. Incidence sur les caractéristiques mécaniques en traction.

Rapport 030 E.N.S.T.A., p.6 (1973).

HALL I.W.

Effect of forging variables on the microstructure of Ti-10V-2Fe-3Al ; p. 491.

Proc. International Conf. on Titanium'84 ; Science and Technology.

Ed. by G. LÜTJERING, U. ZWICKER et W. BUNK DGM.

KEMPF J.M.

Déformation et recristallisation dans le domaine β de l'alliage TA6Zr5D.
Thèse de Docteur Ingénieur - Ecole des Mines de NANCY (1989).

KOHSAKA Y., ISHIKAWA M. et OUCHI C.

The effects of hot working variables on the microstructure of metastable beta phase in Ti-15%V-3%Cr-3%Sn-3%Al alloy ; p. 612.

Proc. Int. Conf. on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals. THERMEC 88. TOKYO (Vol. 2) I. TAMURA Ed.

LUTON M.J., IMMARIGEON J-P.A. et JONAS J.J.

Constant true strain rate apparatus for use with Instron testing machines.
J. Phys. E, Sci. Instrum., 7 862 (1974).

Mc QUEEN H.J. et BAUDELET B.

Comparison and contrast of mechanisms, microstructures, ductilities in superplasticity and dynamic recovery and recrystallization ; p. 329.

I.C.S.M.A. 5, AACHEN R.F.A. (1979).

Ed. HAASEN P., GEROLD V. et KOSTORZ G.

Mc QUEEN H.J. et JONAS J.J.

Hot workability testing techniques.

Metal forming : interrelation between theory and practice ; p. 393.

New-York - Plenum Press Ed. (1971).

Mc QUEEN H.J. et JONAS J.J.

Treatise on Materials Science and Technology, Vol. 6, Plastic Deformation of Materials ; p. 393.

Ed. R.J. ARSENAULT, Academic Press, NEW YORK (1975).

Mc QUEEN H.J., KNUSTAD O., RYUM N. et SOLBERG J.K.

Microstructural evolution in Al deformed to strains of 60 at 600°C.

Scr. Metall., 19 73 (1985).

Mc QUILLAN A.D. et Mc QUILLAN M.K.

Metallurgy of the rarer metals - 4 - Titanium.

Ed. Butterworths Scientific Publications, LONDON (1956).

MALAS J.C.

A thermodynamic and continuum approach to the design and control of precision forging process.

Thèse, Wright State Univ. (1985).

MALCOR J.G.

Comportement mécanique et évolution structurale de l'alliage de titane Ti-6Al-4V dans le domaine du forgeage à chaud.

Thèse de Docteur Ingénieur - Ecole des Mines de PARIS (1983).

MALCOR J.G. et MONTHEILLET F.

Loi de comportement de l'alliage de titane Ti-6Al-4V dans le domaine du forgeage à chaud.

Mém. Etud. Sci. Rev. Métall., 80 89 (1983).

MALCOR J.G. et MONTHEILLET F.

Evolution structurale de l'alliage de titane Ti-6%Al-4%V au cours d'une déformation dans le domaine du forgeage à chaud.

Mém. Sci. Rev. Métall., 81 181 (1984).

MALE A.T. et COCKCROFT M.G.

A method for the determination of the coefficient of friction of metals under conditions of bulk plastic deformation.

J. Inst. Metals, 93 38 (1964).

MONTHEILLET F.

Métallurgie et mise en forme. Lois de comportement et évolutions structurales.

Techniques de l'ingénieur, 7 M600 (1981).

OIKAWA H., NISHIMURA K. et CUI M.X.

High temperature deformation of polycrystalline beta titanium.

Scr. Metall., 19 825 (1985).

PERDRIX Ch., PERRIN M.Y. et MONTHEILLET F.

Comportement mécanique et évolution structurale de l'aluminium au cours d'une déformation à chaud de grande amplitude.

Mém. Etud. Sci. Rev. Metall., 78 309 (1981).

PERRIN M.Y., COMBRES Y., LEVAILLANT C. et MONTHEILLET F.

Modelling of structural evolution during warm working of a .42% carbon steel.

7th RISO Int. Symp. on Metall. and Mater. Sci.

RISO Nat. Lab., ROSKILDE, Danemark (1986).

POSTANS P.J. et JEAL R.H.

The influence of forging route and heat treatment on the recrystallisation of a commercial alloy ; p. 441.

Proc. International Conf. on Titanium'80 ; Science and Technology.

Ed. by H. KIMURA and O. IZUMI, TMS-A.I.M.E., Warrendale (1980).

PRANDI B., ALHERITIERE E., SCHWARTZ F. ET THOMAS M.

β -CEZ, a high performance titanium alloy for aerospace engines ; p. 811.

Proc. Int. Conf. on Titanium'88 ; Société Française de Métallurgie.

Ed. LACOMBE P., TRICOT R. et BERANGER G.

PRASAD Y.V.R.K., GEGEL H.L., DORAIVELU S.M., MALAS J.C., MORGAN J.T., LARK K.A. et BARKER D.R.

Modeling of dynamic behavior in hot deformation : forging of Ti6242.

Metall. Trans., 15A 1883 (1984)

PRASAD Y.V.R.K. , GEGEL H.L. , MORGAN J.T., MALAS J.C., DORAIVELU S.M. et BARKER D.R.

A new systems approach to dynamic modeling of material behavior in metal working processes.

Titanium net shape technologies.

Proc. Conf. annual meeting of the T.M.S. - Los-Angeles.

F.H. FROES et D. EYLON Eds. (Feb. 1984).

PRIGOGINE I. et GLANSDORFF P.

Thermodynamics of structure, stability and fluctuations.

Wiley Interscience, New-York (1971).

RAUSCH J.J., CROSSLEY F.A. et KESSLER H.D.

Titanium rich corner of the Ti-Al-V system.

Trans. TMS-A.I.M.E., 206 211 (1956).

RHODES C.G. et WILLIAMS J.C.

The precipitation of α phase in metastable β phase Ti alloys.

Metall. Trans., 6A 2103 (1975).

SAKAI T. et JONAS J.J.

A grain refinement/grain coarsening model for dynamic recrystallization.

7th RISO Int. Symp. on Metall. and Mater. Sci.

RISO Nat. Lab., ROSKILDE, Danemark (1986).

1941
 1942
 1943
 1944
 1945
 1946
 1947
 1948
 1949
 1950
 1951
 1952
 1953
 1954
 1955
 1956
 1957
 1958
 1959
 1960
 1961
 1962
 1963
 1964
 1965
 1966
 1967
 1968
 1969
 1970
 1971
 1972
 1973
 1974
 1975
 1976
 1977
 1978
 1979
 1980
 1981
 1982
 1983
 1984
 1985
 1986
 1987
 1988
 1989
 1990
 1991
 1992
 1993
 1994
 1995
 1996
 1997
 1998
 1999
 2000
 2001
 2002
 2003
 2004
 2005
 2006
 2007
 2008
 2009
 2010
 2011
 2012
 2013
 2014
 2015
 2016
 2017
 2018
 2019
 2020
 2021
 2022
 2023
 2024

SASTRY S.M.L., PAO P.S. et SANKARAN K.K.

High temperature deformation of Ti-6Al-4V ; p. 873.
Proc. International Conf. on Titanium'80 ; Science and Technology.
Ed. by H. KIMURA and O. IZUMI, TMS-A.I.M.E., Warrendale (1980).

SCHRÖDER G. et DUERIG T.W.

Forgeability of β titanium alloys under isothermal forging conditions ; p. 585.

Proc. International Conf. on Titanium'84 ; Science and Technology.
Ed. by G. LÜTJERING, U. ZWICKER et W. BUNK DGM.

SEAGLE S.R.

Titanium and its alloys
Lesson 3 : Principles of alloying titanium.
Metals Engineering Institute. American Society for Metals.
Ed. H.D. KESSLER (1968).

SELLARS C.M. et Mc G. TEGART W.J.

La relation entre la résistance et la structure dans la déformation à chaud.

Mém. Etud. Sci. Rev. Métall., LXIII 731 (1966).

SELLARS C.M. et Mc G. TEGART W.J.

Hot workability.
Int. Met. Rev., 17 1 (1972).

SEMIATIN S.L. et LAHOTI G.D.

Deformation and unstable flow in hot forging of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si .
Metall. Trans., 12A 1705 (1981).

SERAPHIN L.

Le durcissement structural des alliages de titane.
Conférence C.A.S.T., Lyon (1971).

SERVANT C.

Communication personnelle (1990).

SHAKHANOVA G.V., RODINA I.B., TULYANKIN F.V., PILIPENKO A.L., SHARSHAGIN N.A. et BUKHARINA N.V.

Resistance to deformation and dynamic changes in the structure of two phase titanium alloys under hot deformation ; p. 849.

Proc. International Conf. on Titanium'80 ; Science and Technology.
Ed. by H. KIMURA and O. IZUMI, TMS-A.I.M.E., Warrendale (1980).

SOLBERG J.K., Mc QUEEN H.J., RYUM N. et NES E.

Influence of ultra-high strains at elevated temperatures on the microstructure of aluminium. Part I.

Phil. Mag., A60 447 (1989).

TRICOT R.

Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique.
Matér. Tech., 1-2 47 (1988).

VIJAYSHANKAR M.N. et ANKEM S.

High temperature tensile deformation behavior of β -Ti alloys.
Mater. Sci. Eng., A129 229 (1990).

WEISS I. et FROES F.H.

The "processing window" for the near beta Ti-10V-2Fe-3Al alloy ; p. 499.
Proc. International Conf. on Titanium'84 ; Science and Technology.

Ed. by G. LÜTJERING , U. ZWICKER et W. BUNK DGM.

SEISS
MORSON
MISTRE

MILIT
MILIT
MILIT
MILIT

YOUNG
MILIT
MILIT
MILIT

WEISS I., FROES F.H., EYLON D. et WELSCH G.E.

Modification of alpha morphology in Ti-6Al-4V by thermomechanical processing.
Metall. Trans., 17A 1935 (1986).

WILLIAMS J.C.

Kinetics and phase transformations ; p. 1433.

Proc. International Conf. on Titanium'72 ; Science and Technology.

Ed. R.I. JAFFEE et H.M. BURTE, TMS-A.I.M.E. .

YOUNG C.M. et SHERBY O.D.

Simulation of hot forming operations by means of torsion testing.

Technical report AFML-TR-69-291 (1970).

Stanford University, Pablo Alto, California.

Nom : DAJNO Denis

Titre de la thèse : Rhéologie globale et structurale des alliages de Titane TA6V et BETACEZ dans les domaines $\alpha + \beta$ et β

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

Mots clés : Alliages de titane, Déformation à chaud, Texture morphologique, Lois de comportement

Résumé

Le comportement rhéologique des alliages de titane TA6V et BETACEZ a été étudié à l'aide d'un dispositif de compression à chaud mis au point au laboratoire. Les données expérimentales ont permis de caractériser l'évolution de la contrainte d'écoulement de ces deux alliages en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Du fait des nombreux essais réalisés, des variations des paramètres rhéologiques (coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, énergie d'activation apparente) ont pu être mises en évidence.

Dans une deuxième partie, on s'est proposé de relier le comportement mécanique à l'évolution microstructurale du matériau grâce à une méthode dite de "Modélisation Dynamique des Matériaux" proposée dans la littérature. Celle-ci permet de déterminer un paramètre d'efficacité de la déformation ainsi que des domaines de stabilité "mécanique" ou "structurale". La validité d'une telle méthode de caractérisation du comportement rhéologique des matériaux reste cependant à être établie de façon plus rigoureuse.

Enfin, les mécanismes intervenant lors de la mise en forme à chaud de ces alliages ont été étudiés par microscopie optique et électronique à balayage. Une quantification par analyse d'images de l'évolution des facteurs de forme des grains de phase α a permis d'étudier l'évolution de la texture morphologique au cours de la mise en forme. Ces résultats ont ensuite été comparés aux prévisions théoriques d'un modèle décrivant la déformation d'un matériau biphase (particules ellipsoïdales dans une matrice newtonienne).