

# Transformation dynamique dans l'alliage de titane IMI 834

par

Victor MACKOWSKI

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE  
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE  
M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 23 MARS 2020

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Victor Mackowski, 2020



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

**PRÉSENTATION DU JURY**

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Mohammad Jahazi, directeur de mémoire  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Victor Songmene, président du jury  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Henri Champliaud, membre du jury  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 20 MARS 2020

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE



## **REMERCIEMENTS**

Je tiens d'abord à remercier mon directeur de mémoire, M. Mohammad Jahazi, de m'avoir accepté sous sa responsabilité, pour son soutien, sa gentillesse et ses conseils.

Je remercie également M. Fall Ameth et M. Loucif Abdelhalim ainsi que M. Romanica Radu pour leur disponibilité et leur aide lors des séances expérimentales. J'ai une pensée envers mes collègues de bureau pour leur convivialité et leur bonne humeur.

Enfin un grand merci à ma famille et ma conjointe qui m'ont soutenu et encouragé tout au long de ce travail.



## **Transformation dynamique dans l'alliage de titane IMI834**

Victor MACKOWSKI

### **RÉSUMÉ**

Lors de déformation à des températures proches du transus dans le domaine biphasé, la transformation dynamique a lieu et une fraction de phase alpha se transforme en phase bêta. Ce phénomène a été étudié dans cette recherche pour l'alliage de titane de grade aéronautique IMI834 et son influence sur l'évolution de la microstructure a été quantifiée.

Dans cette étude, les effets de la température, de la déformation, de la vitesse de déformation et de la taille de grains bêta ont été observés par des essais de compression uniaxiale sur l'intégralité de la tranche centrale du matériau. Les analyses microstructurales réalisées en microscopie optique ont permis de mettre en évidence la modification de la fraction de phase alpha. Les paramètres ont des impacts différents, avec toujours une augmentation de la phase alpha au centre et une diminution sur les bords. Un modèle de prédiction pour cet alliage est proposé.

Il est conclu que la transformation dynamique influence de façon hétérogène la microstructure au sein d'une pièce compressée créant des différences de propriétés mécaniques au sein de la pièce forgée.

**Mots-clés** : transformation dynamique, alliage de titane, déformation, microstructure



## **Dynamic transformation in a titanium alloy IMI834**

Victor MACKOWSKI

### **ABSTRACT**

During deformation at temperatures close to the transus in the two-phase domain, dynamic transformation takes place and a fraction of the alpha phase is transformed into beta phase. In this study the possible occurrence of dynamic transformation in the near alpha aerospace grade titanium alloy IMI834 was studied and its influence on microstructural changes was quantified.

In this study, the effects of temperature, deformation, deformation rate and beta grain size were observed through uniaxial compression test on the entire central slice of the material. The microstructural analyses carried out by optical microscopy made it possible to highlight the modification of the alpha phase fraction. The parameters have different impacts, always with an increase in the alpha phase in the center and a decrease at the edges. A prediction model for this alloy is proposed.

It is concluded that the dynamic transformation has a heterogeneous influence on the microstructure within a compressed material, creating differences in mechanical properties within the forged part.

**Keywords** : dynamic transformation, titanium alloy, deformation, microstructure



## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTERATURE.....	3
1.1 Introduction.....	3
1.2 Généralités sur les titanes et ses applications aéronautiques .....	3
1.2.1 Classification des alliages de titane .....	5
1.2.2 L'alliage IMI834.....	11
1.3 Influence des traitements thermiques sur la microstructure .....	12
1.3.1 Microstructure lamellaire.....	13
1.3.2 Microstructure globulaire.....	14
1.3.3 Microstructure bimodale.....	14
1.3.4 Différentes morphologies des phases.....	15
1.4 Déformations à chaud .....	16
1.4.1 Déformations faibles ou modérées.....	18
1.4.2 Recristallisation dynamique discontinue .....	18
1.4.3 Recristallisation dynamique géométrique.....	19
1.4.4 Mécanismes statiques.....	20
1.4.5 Cycles thermomécaniques .....	20
1.5 Transformation dynamique.....	22
1.5.1 Cas des aciers.....	22
1.5.1.1 Activation.....	22
1.5.1.2 Paramètres influents.....	24
1.5.1.3 Transformation et recristallisation .....	26
1.5.2 Cas du titane et alliages.....	27
1.5.2.1 Barrière énergétique.....	28
1.5.2.2 Force motrice .....	29
1.5.2.3 Paramètres influents.....	30
1.5.2.4 Objectifs personnels.....	34
CHAPITRE 2 METHODES EXPERIMENTALES ET NUMERIQUES .....	35
2.1 Objectifs.....	35
2.2 Processus thermomécanique .....	35
2.2.1 Essais sans déformation .....	35
2.2.2 Essais avec déformation.....	36
2.3 Plan factoriel .....	37
2.4 Dispositif expérimental.....	37
2.5 Métallographie .....	39
2.6 Microscopie optique et analyse d'images .....	40
2.7 Microscopie électronique à balayage.....	41
2.8 Validation des résultats .....	42
2.8.1 Correction de la chaleur adiabatique.....	42

2.8.2	Simulation par éléments finis du refroidissement.....	43
CHAPITRE 3	RESULTATS ET DISCUSSION .....	47
3.1	Essais de déformation .....	47
3.1.1	Refroidissement de l'échantillon .....	48
3.1.2	Influence de la température.....	49
3.1.3	Influence de la déformation .....	54
3.1.4	Influence de la vitesse de déformation.....	57
3.1.5	Influence de la taille de grains $\beta$ .....	60
3.2	Conclusion partielle .....	62
3.3	Plan factoriel .....	62
3.3.1	Résultats de la microstructure.....	62
3.3.2	Interactions entre facteurs .....	62
3.3.3	Régressions .....	67
3.4	Conclusion partielle .....	72
CONCLUSION.....		75
RECOMMANDATIONS .....		77
ANNEXE I CALCUL DE LA FRACTION DE PHASE SANS DEFORMATION.....		79
BIBLIOGRAPHIE.....		83

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Aluminium et Molybdène équivalent pour Ti-6Al-4V et Ti-5553 .....10
Tableau 1.2	Composition chimique en % massique de IMI834 .....11
Tableau 1.3	Propriétés physiques de IMI834 .....11
Tableau 2.1	Différents essais réalisés .....36
Tableau 2.2	Niveaux et codage des variables .....37
Tableau 2.3	Différentes valeurs du facteur de correction adiabatique .....43
Tableau 2.4	Propriétés thermiques d'IMI 834 .....44
Tableau 3.1	Différence de température entre la surface et le cœur de l'échantillon lors du refroidissement après un essai à 1015°C .....48
Tableau 3.2	Fractions de phase $\alpha_p$ .....62
Tableau 3.3	Comparaison du taux de transformation dynamique .....72



## LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Schéma du processus de fabrication de l'éponge de titane.....4
Figure 1.2	Roue à aubes de petit moteur aéronautique en Ti-6242.....5
Figure 1.3	Maille hexagonale de phase $\alpha$ et maille cubique de phase $\beta$ pour le titane.....6
Figure 1.4	Transformation displacive .....6
Figure 1.5	Classification des éléments d'addition.....7
Figure 1.6	Diagramme pseudo-binaire des alliages de titane.....8
Figure 1.7	Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre et propriétés mécaniques des alliages de titane .....9
Figure 1.8	Classification des alliages de titane suivant leur Aluminium et Molybdène équivalent.....10
Figure 1.9	Données mécaniques et thermiques : a) propriétés de contrainte en rupture pur IMI 834 ; b) fatigue oligocyclique à températures élevées pour IMI 834 ; c) courbes d'approche du Beta transus pour IMI 834, IMI 829 et Ti-6Al-4V ; d) déformation en fluage à 0.2% pour plusieurs alliages quasi- $\alpha$ .....12
Figure 1.10	Les différentes morphologies dans l'alliage TD5AC, grossissement 500 .....13
Figure 1.11	Microstructure dite de Widmanstätten dans un alliage $\beta$ -CEZ.....14
Figure 1.12	Courbe contrainte-déformation des alliages à faible énergie d'empilement.....17
Figure 1.13	Courbe contrainte-déformation des alliages à haute énergie d'empilement.....17
Figure 1.14	Schématisation de la restauration dynamique.....18
Figure 1.15	Représentation schématique de la recristallisation dynamique géométrique.....19
Figure 1.16	Cycle thermomécanique pour obtenir une structure lamellaire .....21
Figure 1.17	Cycle thermomécanique pour obtenir une structure bimodale .....21

Figure 1.18	Cycle thermomécanique pour obtenir une structure équiaxe.....	22
Figure 1.19	Dépendance de la barrière énergétique à la température d'essai .....	24
Figure 1.20	Dépendance de la fraction de ferrite et cémentite selon l'écart de température .....	25
Figure 1.21	Effet de la déformation, de la vitesse de déformation et de la composition chimique sur le pourcentage de ferrite formée par transformation dynamique .....	26
Figure 1.22	Transformation dynamique suivie de Recristallisation dynamique.....	27
Figure 1.23	Barrière énergétique du Ti-6Al-4V en fonction de la température.....	29
Figure 1.24	Dépendance des contraintes $\alpha$ et $\beta$ en fonction de l'inverse de la température et calcul de la force motrice.....	30
Figure 1.25	Microstructure de Ti-6Al-4V déformé à 0, 1,2 et 4 à une vitesse de $0,01s^{-1}$ et à une température de $980^{\circ}C$ .....	31
Figure 1.26	Fraction de phase $\beta$ en fonction de la déformation appliquée .....	31
Figure 1.27	Fractions de phase en fonction de la vitesse de déformation pour le Ti55511 .....	32
Figure 1.28	Fraction de phase $\beta$ en fonction de la vitesse de déformation pour Ti-6Al-4V .....	33
Figure 1.29	Pourcentage de phase $\beta$ maintenu après différents temps de maintien après déformation.....	34
Figure 2.1	Traitement thermique pour les essais sans déformation .....	36
Figure 2.2	Photo du dilatomètre TA 805A/D.....	38
Figure 2.3	Photo de l'intérieur du dilatomètre et vue simplifiée.....	39
Figure 2.4	Schématisme d'un échantillon déformé et de sa coupe .....	39
Figure 2.5	Image optique et sa transformation binaire d'IMI 834 .....	41
Figure 2.6	Schéma MEB .....	42
Figure 2.7	Géométrie avec maillage d'un échantillon déformé .....	44
Figure 2.8	Température de la surface de l'échantillon lors du refroidissement depuis $1015^{\circ}C$ .....	45

Figure 3.1	Numérotation des zones pour un échantillon déformé à a) 0,3 ; b) 0,6 ; c) 0,9 .....	47
Figure 3.2	Photo d'un échantillon déformé à 0,6 .....	47
Figure 3.3	Courbes de refroidissement pour un essai à 1015°C .....	48
Figure 3.4	Courbes contrainte-déformation pour $\varepsilon=0,6$ et $\dot{\varepsilon}=0,01s^{-1}$ .....	49
Figure 3.5	Microstructure non déformée (à gauche) et déformée (à droite) à la position 2 à 1000°C (haut), 1015°C (milieu), 1030°C (bas). La déformation est de 0,6 à 0,01s <sup>-1</sup> .....	51
Figure 3.6	Moyennes de la fraction de phase $\alpha_p$ en fonction de la température. L'état déformé est obtenu avec une déformation de 0,6 et une vitesse de 0,01s <sup>-1</sup> .....	52
Figure 3.7	Fraction de phase $\alpha_p$ en fonction de la position à a) 1000°C; b) 1015°C et c) 1030°C.....	53
Figure 3.8	Microstructure aux positions -1 à +1 (de gauche à droite et de haut en bas) pour l'essai à T=1015°C, $\varepsilon=0,6$ et $\dot{\varepsilon}=0,01s^{-1}$ .....	54
Figure 3.9	Courbes contrainte-déformation pour T=1015°C et $\dot{\varepsilon}=0,01s^{-1}$ .....	55
Figure 3.10	Microstructure à 1015°C vitesse 0,01s <sup>-1</sup> et déformation de 0, 0,3, 0,6 et 0,9 de gauche à droite et de haut en bas.....	55
Figure 3.11	Fraction de phase $\alpha_p$ en fonction de la déformation à T=1015°C et $\dot{\varepsilon}=0,01s^{-1}$ .....	56
Figure 3.12	Fraction de phase $\alpha_p$ en fonction de la position pour différentes déformations à T=1015°C et $\dot{\varepsilon}=0,01s^{-1}$ .....	57
Figure 3.13	Courbes contrainte-déformation pour $\varepsilon=0,6$ et T=1015°C .....	58
Figure 3.14	Microstructure à 1015°C déformation 0,6 et vitesse de déformation de 0,001, 0,01 et 0,1 de gauche à droite et de haut en bas.....	58
Figure 3.15	Fraction de phase $\alpha_p$ en fonction de la déformation à T=1015°C et $\dot{\varepsilon}=0,6$ .....	59
Figure 3.16	Fraction de phase $\alpha_p$ en fonction de la position pour différentes vitesse de déformation à T=1015°C $\dot{\varepsilon}=0,6$ .....	60
Figure 3.17	Fraction de phase $\alpha_p$ en fonction du temps de maintien à 1060°C à T=1015°C, $\varepsilon=0,6$ et $\dot{\varepsilon}=0,01s^{-1}$ .....	61

Figure 3.18	Fraction de phase $\alpha_p$ en fonction de la position pour différents temps de maintien à 1060°C à T=1015°C, $\varepsilon=0,6$ et $\varepsilon=0,01s^{-1}$ .....61
Figure 3.19	Effet des paramètres pour les moyennes sur tout l'échantillon .....63
Figure 3.20	Interactions pour les moyennes sur tout l'échantillon .....64
Figure 3.21	Effet des paramètres pour les moyennes proche de la surface.....65
Figure 3.22	Interactions pour les moyennes proche de la surface.....65
Figure 3.23	Effet des paramètres au centre .....66
Figure 3.24	Interactions au centre .....67
Figure 3.25	Diagramme de Pareto pour la moyenne globale .....68
Figure 3.26	Diagrammes des valeurs résiduelles pour la régression sur la moyenne globale .....68
Figure 3.27	Diagramme de Pareto pour la moyenne au bord.....69
Figure 3.28	Diagrammes des valeurs résiduelles pour la régression sur la moyenne au bord.....70
Figure 3.29	Diagramme de Pareto pour le centre.....71
Figure 3.30	Diagrammes des valeurs résiduelles pour la régression sur le centre.....71

## **LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES**

VAR	Refusion à l'arc sous vide <i>Vacuum Arc Remelting</i>
MEB	Microscope Électronique à Balayage
EDS	Analyse dispersive en énergie <i>Energy-Dispersive Spectroscopy</i>



## LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

T	Température (K)
m	facteur de Schmid (-)
$C_p$	Chaleur spécifique ( $J.kg^{-1}.K^{-1}$ )
$\eta$	Facteur de correction adiabatique (-)
$\rho$	Masse volumique ( $kg.m^{-3}$ )
$\sigma$	Contrainte (MPa)
$\varepsilon$	Déformation (-)
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )
$\lambda$	facteur d'orientation (-)



## INTRODUCTION

Les alliages de titane sont depuis longtemps très appréciés dans le domaine aéronautique pour leurs propriétés mécaniques et leur densité faible par rapport aux aciers. En effet ils ont une bonne compatibilité avec les composites et la minimisation du poids de chaque pièce est une priorité, même si cela doit augmenter les coûts de fabrication. L'IMI 834 est un alliage de titane dit quasi- $\alpha$  utilisé à des températures élevées pour sa grande résistance au fluage et sa longue durée de vie en fatigue. Il est employé pour ces qualités dans les compresseurs haute pression des moteurs d'avions.

Afin d'atteindre la microstructure optimale, les alliages passent par une série de traitements thermomécaniques pendant lesquels écrouissage, restauration et recristallisation, phénomènes connus, ont lieu. Une connaissance juste et approfondie du comportement lors de déformation à chaud est requise pour optimiser les processus de mise en forme.

Cependant un autre phénomène, appelé transformation dynamique, prend place lors de déformation proche du transus chez les aciers et les alliages de titane. Encore très méconnu au sein de ces derniers ce travail a pour but de montrer l'influence de cette transformation sur la microstructure dans un alliage quasi- $\alpha$ , de nouvelle génération. Une comparaison avec les découvertes sur le Ti-6Al-4V pourra alors être menée. Il est nécessaire d'avoir une connaissance de l'état de la microstructure pour connaître les répercussions sur les propriétés mécaniques et les techniques de forgeage.

Ce mémoire est organisé en 3 chapitres :

Chapitre 1 : Ce chapitre décrira une revue de la littérature sur le titane et ses alliages, dont l'IMI 834 en particulier. Ensuite les différentes microstructures obtenues à travers les traitements thermiques et thermomécaniques seront abordées. Enfin un état de l'art sur la transformation dynamique au sein des aciers et des alliages de titane sera dressé.

Chapitre 2 : Cette partie expliquera l'approche méthodologique adoptée lors de cette étude. En commençant par l'analyse microstructurale avec ou sans déformation. Puis différents tests de validation sont menés pour confirmer les résultats. Un plan factoriel a été appliqué pour déterminer une loi de comportement.

Chapitre 3 : ce dernier chapitre regroupe les résultats de l'analyse microstructurale avec l'impact des différents facteurs sur la microstructure. Ensuite vient l'étude statistique avec le plan d'expériences. Enfin le comportement de l'IMI 834 est comparé aux autres alliages.

# CHAPITRE 1

## REVUE DE LITTERATURE

### 1.1 Introduction

L'objectif de ce travail est d'améliorer la compréhension du phénomène de transformation dynamique à travers l'étude de différents facteurs tels que la température, la déformation et la vitesse de déformation et de leur impact sur la microstructure. Ce chapitre décrit le contexte bibliographique dans lequel s'inscrit ce mémoire.

Dans une première partie, les généralités sur le titane et ses alliages, dont l'IMI 834 en particulier, seront présentées.

Une deuxième partie s'intéressera aux traitements thermiques et aux microstructures développées dans les alliages de titane.

Une troisième partie abordera les mécanismes de déformation, d'adoucissement, de recristallisation ainsi que les liens entre cycles thermomécaniques et microstructures.

Enfin, la transformation dynamique au sein des aciers et des alliages de titane sera présentée afin de comprendre ce phénomène et conclure sur les éventuels facteurs déterminants de cette transformation.

### 1.2 Généralités sur les titanes et ses applications aéronautiques

Le titane est le quatrième élément métallique le plus abondant de la croûte terrestre derrière l'aluminium, le fer et le magnésium, et s'y trouve principalement sous forme de rutil ( $\text{TiO}_2$ ) et d'ilménite ( $\text{FeTiO}_3$ ) (Lütjering & Williams, 2007). Le Canada, les États-Unis et la Russie sont les principaux producteurs de minerai. Du fait de sa forte réaction avec l'oxygène et l'azote, il a fallu attendre les années 1930 avec le procédé Kroll pour produire des éponges de titane en utilisant la chloration du minerai et la réduction du tétrachlorure de titane gazeux par le magnésium sous atmosphère inerte, schématisé sur la figure 1.1. Ce procédé est le principal

utilisé à ce jour mais d'autres techniques sont en développement comme l'utilisation de l'électrolyse (Withers, Loutfy & Pickard, 2016).

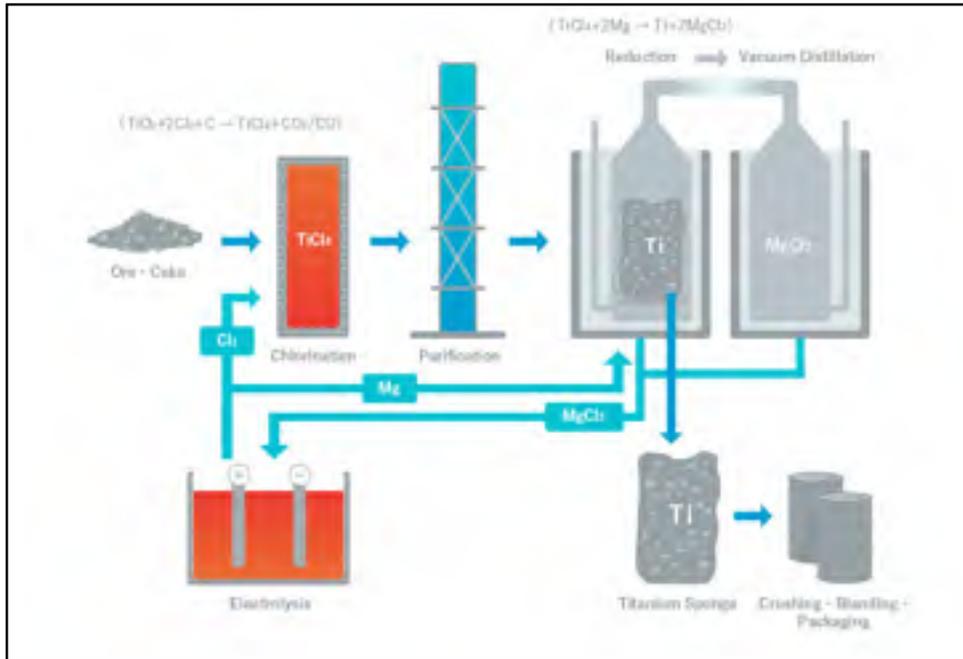


Figure 1.1 Schéma du processus de fabrication de l'éponge de titane  
Tirée de Toho Titanium Co (2016)

L'éponge de titane est ensuite mélangée avec des éléments d'alliage pour former une électrode cylindrique. Cette dernière permet de procéder à la fusion du matériau et d'obtenir un lingot de titane grâce à la fusion sous vide par électrode consommable, également appelée VAR (Vacuum Arc Remelting). Un arc électrique est généré par des bobines entre le creuset et l'électrode de titane afin d'augmenter la température au pied de l'électrode pour fondre le titane qui est récupéré au fond du creuset. Un refroidissement à l'eau permet de solidifier le lingot de titane contenant des éléments d'alliage et le tout se fait sous atmosphère inerte. Afin de réduire les macroségrégations, il est courant d'effectuer plusieurs étapes de VAR. Le produit est ensuite transformé par forgeage à chaud en billettes, barres et tôles pour être vendu et subir les transformations finales pour obtenir les pièces finies (Combres, 1999).

Les alliages de titane possèdent un large spectre d'utilisation. Les principaux secteurs sont l'aéronautique, la pétrochimie, l'automobile, le militaire avec également le biomédical du fait de la biocompatibilité du titane (Lütjering & Williams, 2007). Pour les avions on trouve ces alliages dans les pièces de structure, les rivets, les trains d'atterrissage, les disques compresseurs basse et hautes pressions ainsi que les aubes. Historiquement le TA6V a été majoritaire dans la réalisation des pièces mais de plus en plus de nouvelles nuances sont utilisées pour leurs plus grandes résistances mécaniques à basse et haute température. Pour les alliages quasi- $\alpha$  on peut citer l'IMI 834 et le Ti-6242 utilisés dans les étages haute température des moteurs. La figure 1.2 présente une roue à aubes du dernier étage de compression d'un moteur d'avion régional (Lütjering & Williams, 2007).

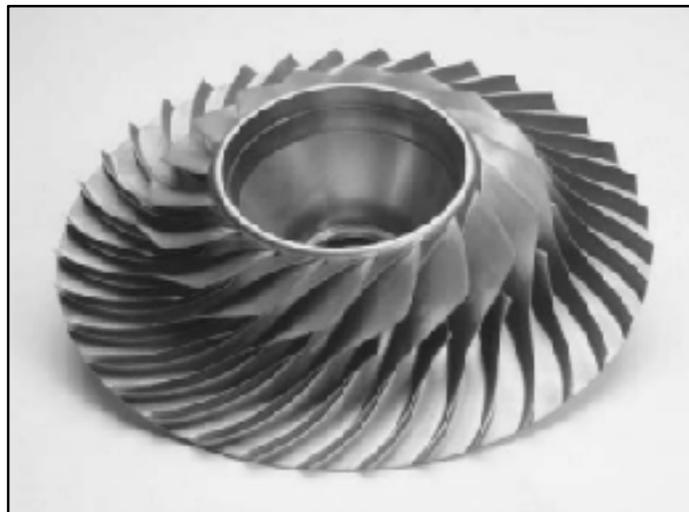


Figure 1.2 Roue à aubes de petit moteur  
aéronautique en Ti-6242  
Tirée de Lütjering & Williams (2007)

### 1.2.1 Classification des alliages de titane

Le titane possède deux phases distinctes avec une transformation allotropique située à 882°C, le transus  $\beta$ . À température ambiante, la phase stable est la phase  $\alpha$  hexagonale avec comme paramètre de maille  $a=0,295$  nm et  $c=0,468$  nm comme indiqué sur la figure 1.3. Le rapport  $c/a$  est de 1,587 qui est plus petit que la valeur idéale de 1,633 pour une structure hexagonale

compacte (Lütjering & Williams, 2007). Pour des températures supérieures au transus  $\beta$  la phase stable est la phase  $\beta$  cubique centré de paramètre  $a=0,332$  nm. Le point de fusion se trouve à  $1670^{\circ}\text{C}$ . La transformation allotropique est displacive et suit les relations d'orientation de Burgers : plans  $\{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha}$  et directions  $\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$  (Burgers, 1934). Elle est schématisée sur la figure 1.4.

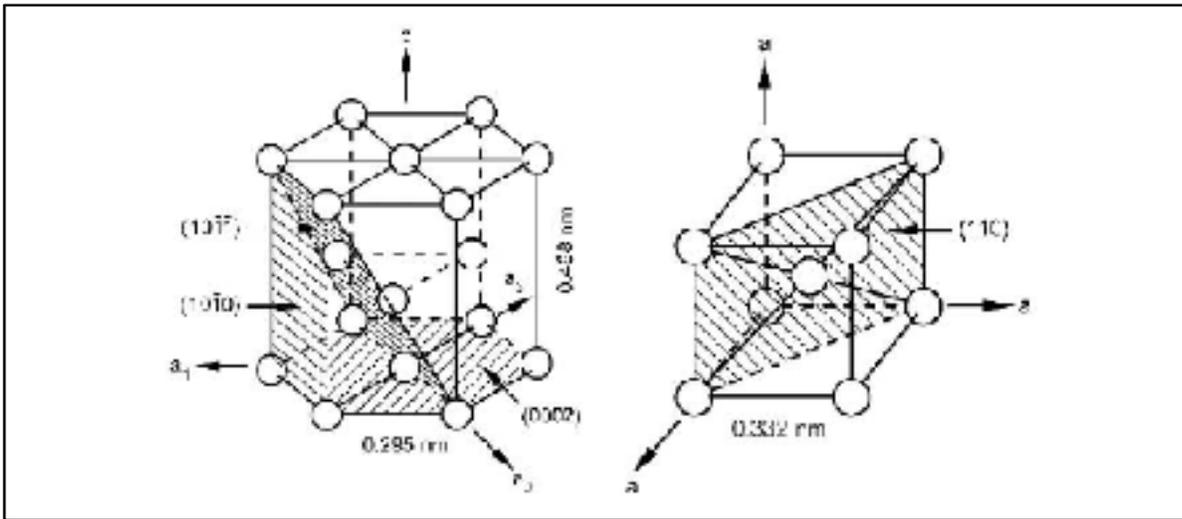


Figure 1.3 Maille hexagonale de phase  $\alpha$  et maille cubique de phase  $\beta$  pour le titane  
Tirée de Lütjering & Williams (2007)

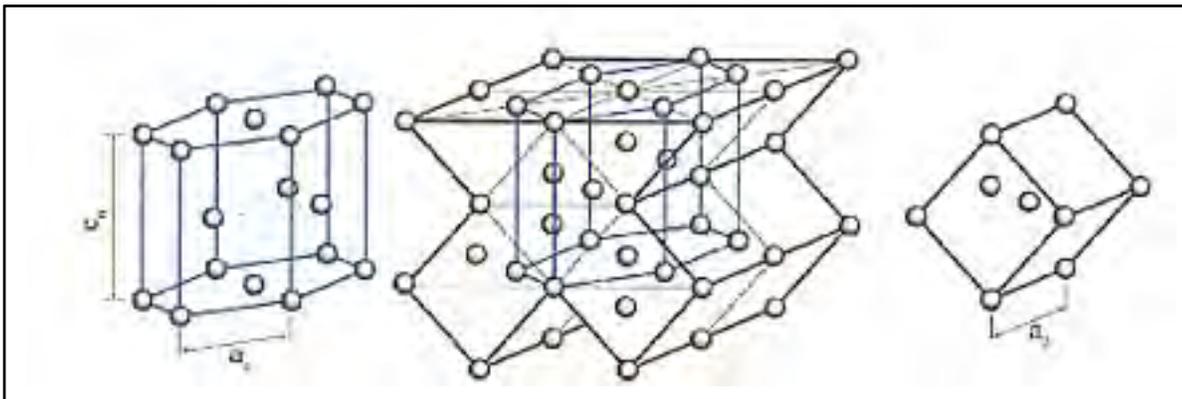


Figure 1.4 Transformation displacive  
Tirée de Burgers (1934)

Le titane est le 22<sup>e</sup> élément du tableau périodique des éléments, il fait donc partie des métaux de transition. Les éléments d'addition, formant des solutions solides avec le titane par substitution ou par insertion, stabilisent la phase  $\alpha$  et sont appelés élément  $\alpha$ -gène ou stabilisent la phase  $\beta$  et sont appelés élément  $\beta$ -gène. Les éléments  $\alpha$ -gènes augmentent la valeur du transus  $\beta$  tandis que les éléments  $\beta$ -gènes diminuent cette température. Il existe également des éléments neutres qui ne favorisent aucune des deux phases telles que le zirconium et l'étain. La figure 1.5 montre la classification des éléments rencontrés dans les alliages de titane. Pour les éléments  $\beta$ -gènes, on différencie les éléments isomorphes qui sont miscibles en toutes proportions avec la phase  $\beta$  (Hydrogène, Molybdène, Vanadium) et les éléments eutectoïdes pouvant former des précipités (Manganèse, Fer, Chrome) avec des températures eutectoïdes maximales de 333°C (Donachie, 2000).

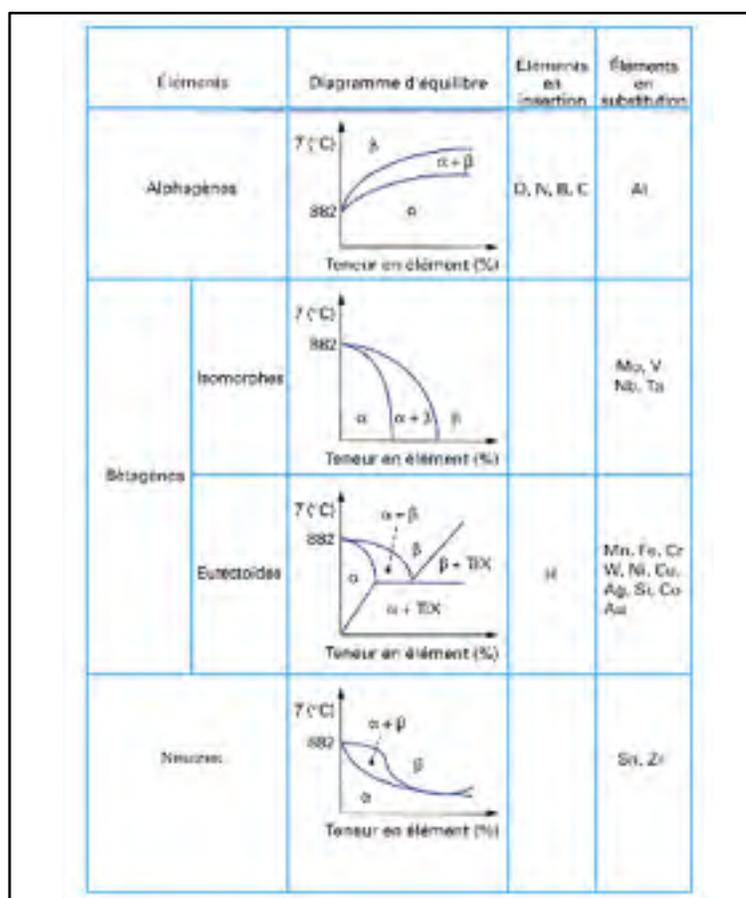


Figure 1.5 Classification des éléments d'addition  
Tirée de Combres (2016)

En général, les alliages de titane sont classés en quatre catégories principales :  $\alpha$ ,  $\alpha+\beta$ ,  $\beta$  métastable et  $\beta$ . Le type de l'alliage se définit en fonction de la concentration en élément stabilisateur comme dans la figure 1.6. Les alliages  $\alpha$  possèdent une très faible fraction de phase  $\beta$  à température ambiante et cette fraction augmente avec l'ajout d'éléments  $\beta$ -gènes. L'alliage est alors appelé alliage  $\alpha+\beta$  où une structure très fine (martensitique) peut être présente lors d'une trempe rapide. Les alliages  $\beta$  métastables sont obtenus quand la concentration d'éléments  $\beta$ -gènes est suffisante pour retenir la phase  $\beta$  après la trempe depuis le domaine  $\beta$ . La phase martensitique n'est pas présente pour ces alliages, de même pour les alliages  $\beta$  obtenus avec beaucoup de  $\beta$  stabilisateurs et avec uniquement la phase  $\beta$  stable à la température ambiante. La figure 1.7 représente schématiquement les structures d'équilibre typiques ainsi que les effets sur les principales propriétés d'utilisation des alliages de titane.

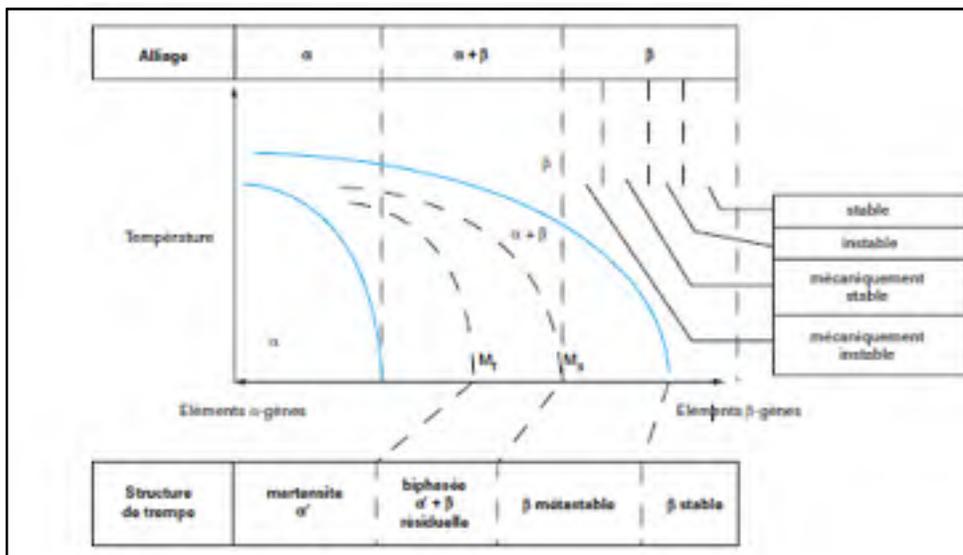


Figure 1.6 Diagramme pseudo-binaire des alliages de titane  
Tirée de Combres (2013)

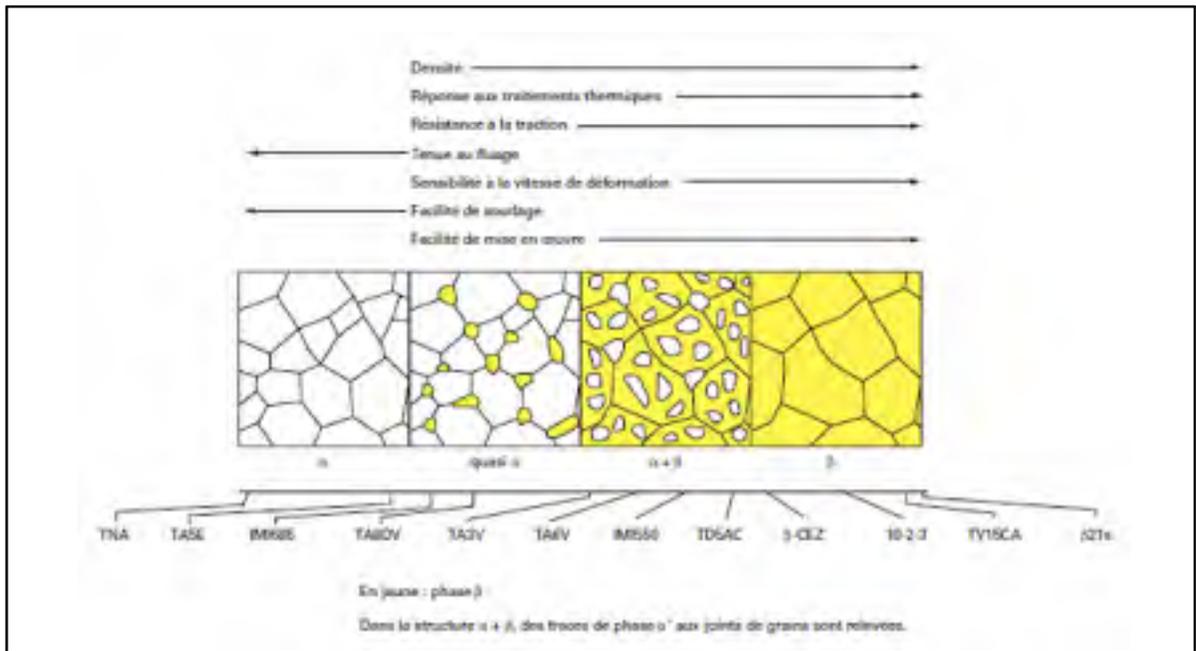


Figure 1.7 Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre et propriétés mécaniques des alliages de titane  
Tirée de Combres (2013)

Les alliages de titane peuvent être également classés en fonction des indicateurs « Aluminium équivalent » ( $Al_{eq}$ ) et « molybdène équivalent » ( $Mo_{eq}$ ). Ils sont calculés à partir des équations (1.1) et (1.2) et ils permettent de quantifier les différents effets des éléments  $\alpha$  et  $\beta$  stabilisateurs (Kitashima & Yamabe-Mitarai, 2016). Un  $Al_{eq}$  grand exprime une grande dureté alors qu'un  $Mo_{eq}$  élevé témoigne d'une grande résistance à la traction (Wagner, Baili & Desein, 2014). Le tableau 1.1 donne les valeurs pour le Ti-5553 et le Ti-6Al-4V largement employé et la figure 1.8 montre la classification des alliages de titane en fonction de  $Al_{eq}$  et  $Mo_{eq}$ . En général, une valeur de  $Mo_{eq}$  au-dessus de 10 est nécessaire pour stabiliser la phase  $\beta$  lors de la trempe mais au-dessus de 30 la phase  $\beta$  devient instable à haute température sous contraintes (Bania, 1994).

$$Al_{eq}(\%mass) = Al + \frac{Sn}{3} + \frac{Zr}{6} + 10(O + N) \quad (1.1)$$

$$\begin{aligned}
 & Mo_{eq}(\%mass) && (1.2) \\
 & = Mo + 0,67V + 0,44W + 0,28Nb + 0,22Ta + 2,9Fe \\
 & + 1,6Cr - 1,0Al
 \end{aligned}$$

Tableau 1.1 Aluminium et Molybdène équivalent pour Ti-6Al-4V et Ti-5553  
Tiré de Wagner et al. (2014)

Titanium alloy	$Al_{eq}$	$Mo_{eq}$
Ti5553	6,3	14,3
Ti64	7	2,5

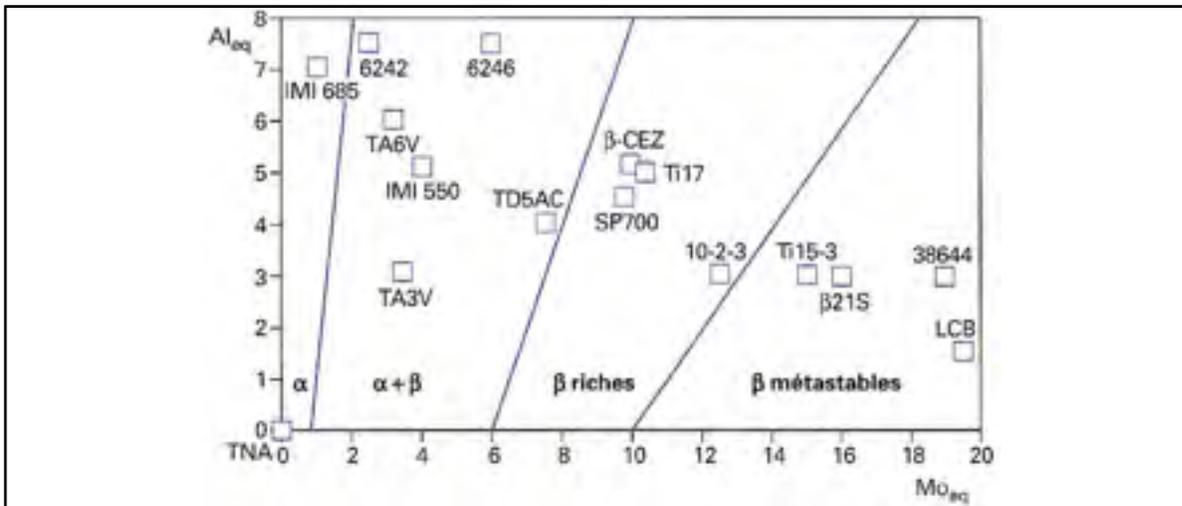


Figure 1.8 Classification des alliages de titane suivant leur Aluminium et Molybdène équivalent  
Tirée de Combres (2016)

Les alliages quasi- $\alpha$ , tels que Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.35Si (IMI 834), Ti-5Al-3.5Sn-3Zr-1Nb-0.3Si (IMI 829) et Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.08Si (Ti-6242), ont une bonne réponse aux traitements thermiques, une bonne soudabilité, une bonne forgeabilité. Ils possèdent une meilleure résistance à la traction et au fluage à haute température que les alliages  $\alpha + \beta$  (TIMET, 2000). Pour maximiser les performances en fluage, un traitement thermique

adéquat est nécessaire afin de contrôler la microstructure bimodale (Lütjering & Williams, 2007).

### 1.2.2 L'alliage IMI834

La température de service de l'alliage Ti-6Al-4V étant limité à 400°C, d'autres alliages ont été développés pour être utilisés à des températures supérieures. L'IMI 834 est un alliage de titane développé par TIMET dont la composition nominale et les propriétés physiques sont respectivement données dans les tableaux 1.2 et 1.3.

Tableau 1.2 Composition chimique en % massique de IMI834  
Tiré de TIMET (2000)

	Ti	Al	Sn	Zr	Nb	Mo	Si	C	Fe	O	N	H	Résidus
Min.	Bal.	5,5	3	3	0,5	0,25	0,2	0,04	/	0,075	/	/	/
Max.	Bal.	6,1	5	5	1	0,75	0,6	0,08	0,05	0,15	0,03	0,006	0,2

Tableau 1.3 Propriétés physiques de IMI834  
Tiré de TIMET (2000)

Densité (g.cm <sup>-3</sup> )	4.55
Beta transus (°C)	1045
Conductivité thermique (M.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	7.06
Module élastique à 20°C – 25°C (GPa)	120

Il a été montré qu'une microstructure bimodale d'environ 15 % de phase alpha primaire dans une matrice de phase bêta transformée (une phase beta refroidie à partir d'une température supérieure à la limite Ms dans la figure 1.6) procure un excellent compromis entre la tenue en fatigue et la tenue au fluage pour des températures d'utilisation allant jusque 600°C (Lütjering & Williams, 2007 ; Neal, 1998). L'IMI 834 est d'ailleurs préféré aux autres alliages similaires pour ses propriétés en fatigue, sa limite d'élasticité ainsi que son domaine plus large de traitement thermique, comme indiqué sur la figure 1.9. L'alliage conserve ses propriétés mécaniques pour des pièces de diamètre inférieur à 75mm (TIMET,2000) mais perd en

performance sur des pièces plus grandes car des problèmes de macroségrégations et de textures dans les grosses billettes réduisent sa résistance en fatigue (Germain, 2005 ; Uta, 2009).

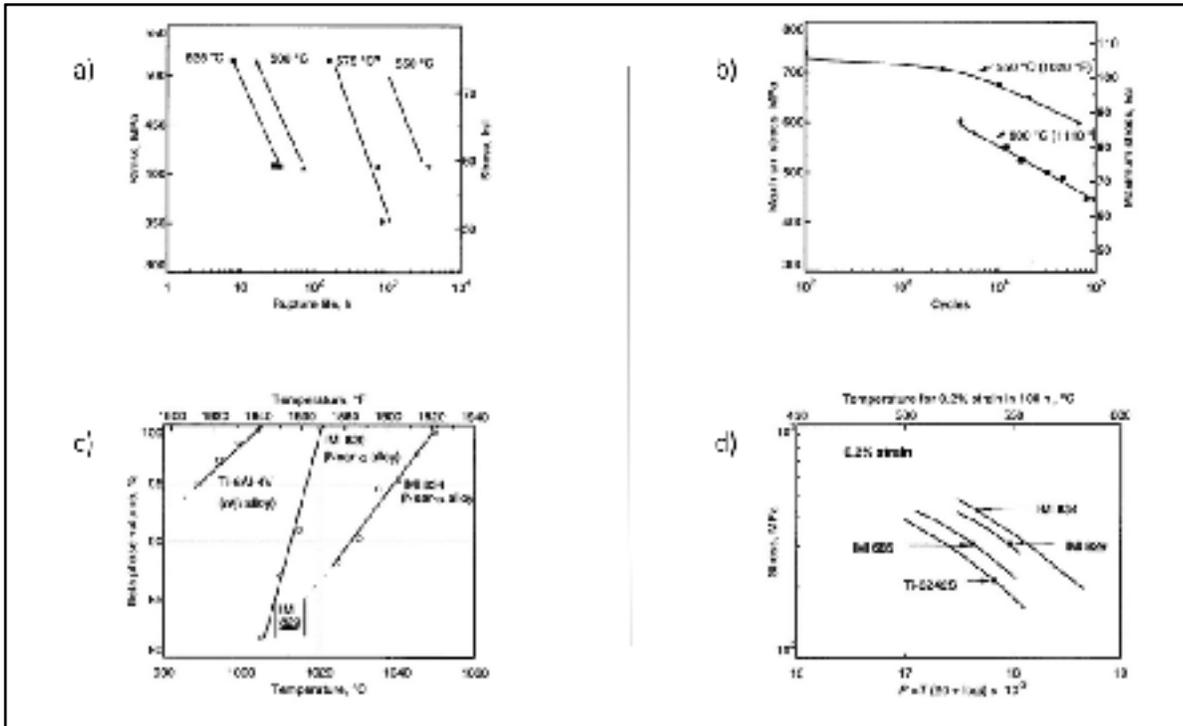


Figure 1.9 Données mécaniques et thermiques : a) propriétés de contrainte en rupture pur IMI 834 ; b) fatigue oligocyclique à températures élevées pour IMI 834 ; c) courbes d'approche du Beta transus pour IMI 834, IMI 829 et Ti-6Al-4V ; d) déformation en fluage à 0.2% pour plusieurs alliages quasi- $\alpha$   
Tirée de Boyer, Welsch & Collings (1994)

### 1.3 Influence des traitements thermiques sur la microstructure

Les traitements thermiques ont une place majeure dans la conception d'un alliage. Ils viennent donner à ce dernier ses caractéristiques mécaniques par le biais des phases en présence, de leur morphologie et de leur fraction. On distingue trois familles de microstructures dans les alliages de titane, indépendamment de leurs classes (alpha, alpha-beta ou beta) représentées sur la figure 1.10 : lamellaire, globulaire, bimodale.

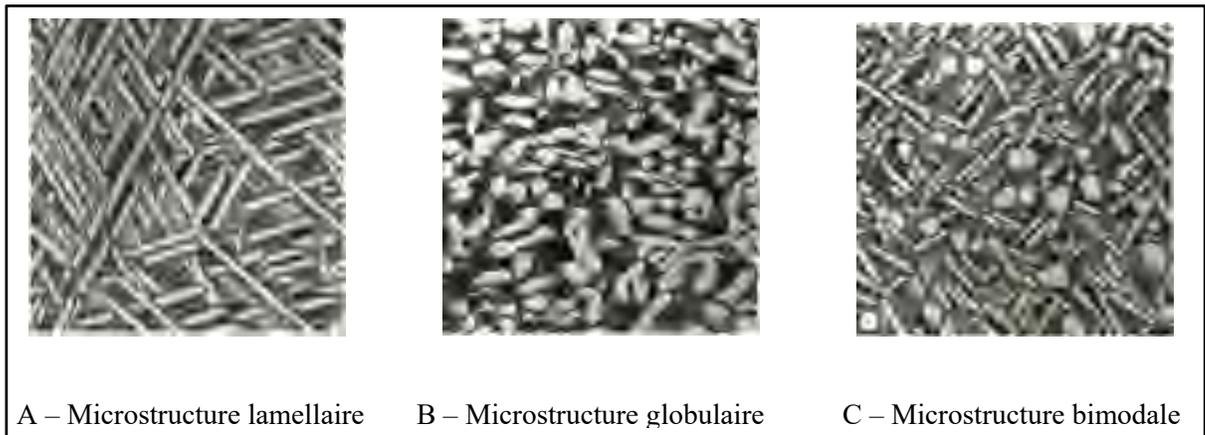


Figure 1.10 Les différentes morphologies dans l'alliage TD5AC, grossissement 500  
Tirée de Combres (2013)

### 1.3.1 Microstructure lamellaire

La microstructure lamellaire, représentée à la figure 1.10.A, est obtenue à partir d'une mise en solution dans le domaine  $\beta$ . L'alliage est maintenu à une température supérieure à celle du transus  $\beta$  et il est constitué de 100% de phase  $\beta$ . Plus le temps de maintien sera long, plus la microstructure sera grossière. Le matériau doit être ensuite trempé et la vitesse de refroidissement va beaucoup influencer la microstructure finale (Lütjering & Williams, 2007):

- Une trempe très rapide ( $100^{\circ}\text{C/s}$ ) va donner une structure entièrement martensitique pour les alliages  $\alpha+\beta$ . Les différentes phases  $\alpha$  n'ont pas le temps de grossir ce qui donne une microstructure très fine.
- Une trempe à vitesse moyenne ( $10^{\circ}\text{C/s}$ ) va entraîner la formation de phase  $\alpha_{wi}$ , phase  $\alpha$  lamellaire fine intragranulaire. La taille de ces lamelles augmente lorsque la vitesse de trempe est diminuée.
- Une trempe à vitesse faible ( $1^{\circ}\text{C/s}$ ) va se caractériser par plusieurs transformations spécifiques. Tout d'abord un liseré de phase  $\alpha$  va se former aux joints des grains  $\beta$  et va croître continument, c'est la phase  $\alpha_{gb}$ . À partir de l'interface entre cette couche  $\alpha_{gb}$  et la phase  $\beta$  dans le grain vont germer des lamelles qui vont grandir vers l'intérieur du grain  $\beta$ , c'est la phase  $\alpha_{wgb}$ . La vitesse de trempe va influencer l'épaisseur des lamelles ainsi que la taille des lamelles et des colonies où les lamelles ont la même orientation géométrique (Da Costa Teixeira et al., 2007). Si le taux de phase  $\alpha$  à l'équilibre n'est

pas obtenu après ces transformations, une précipitation de fine  $\alpha_{wi}$  aura lieu dans les grains  $\beta$  et entre les lamelles  $\alpha_{wgb}$ . La figure 1.11 montre l'existence de ces trois phases.

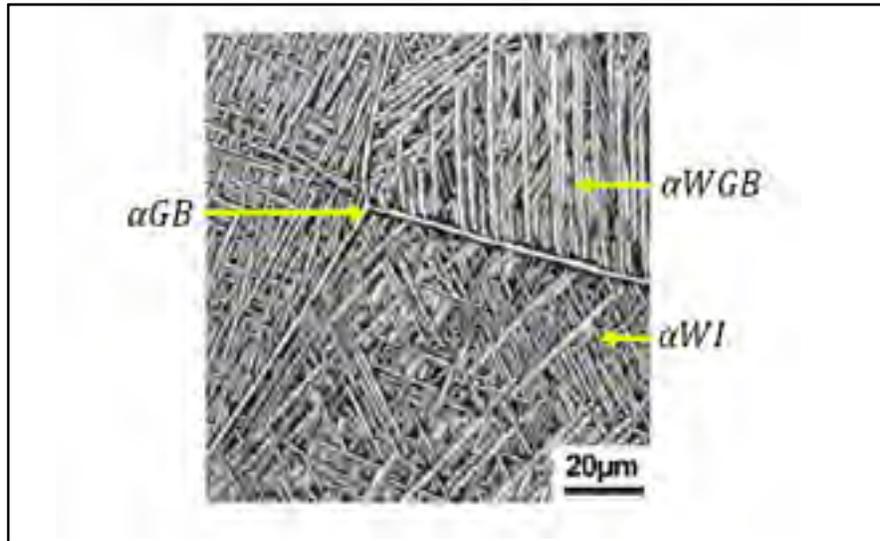


Figure 1.11 Microstructure dite de Widmanstätten dans un alliage  $\beta$ -CEZ  
Tirée de Lütjering & Williams (2007)

### 1.3.2 Microstructure globulaire

La microstructure globulaire, représentée à la figure 1.10.B, appelée également équiaxe, est obtenue par déformation puis par recristallisation d'une microstructure lamellaire. La déformation plastique dans le domaine biphasé permet de fragmenter les lamelles pour ensuite pouvoir avoir des grains de phase  $\alpha$  primaire formés lors d'un recuit statique. La taille de grains obtenue est contrôlée par la largeur des lamelles mères (Brun, Anoshkin & Shakhnova, 1998).

### 1.3.3 Microstructure bimodale

La structure bimodale, représentée à la figure 1.10.C, appelée également mixte, se caractérise par la présence de grains  $\alpha$  primaire dans la matrice lamellaire. Elle s'obtient par la déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$  d'une microstructure lamellaire.

### 1.3.4 Différentes morphologies des phases

Les phases en présence se présentent sous différentes formes :

- La phase  $\alpha$ 
  - Phase  $\alpha_{gb}$  : phase alpha primaire qui précipite sous forme de liserés aux joints de grains  $\beta$  lors du refroidissement depuis le domaine  $\beta$ . Cette phase vérifie les relations de Burgers (décrites en 1.2.1) avec un des ex-grains  $\beta$  adjacents.
  - Phase  $\alpha_{wgb}$  : phase alpha de type Widmanstätten qui précipite à partir du liseré  $\alpha_{gb}$  vers l'intérieur du grain  $\beta$ . Les lamelles parallèles forment des colonies et ont la même orientation cristallographique.
  - Phase  $\alpha_{wi}$  : phase alpha intragranulaire de Widmanstätten, elle apparait lors de la trempe ou lors de la décomposition de  $\beta$  métastable avec un traitement thermique. Elle a une structure d'aiguilles très fines.
  - Phase  $\alpha'$  : phase martensitique de type orthorhombique ayant une forte teneur en éléments betagènes obtenue lors de trempe très rapide.
  
- La phase  $\beta$ 
  - Phase  $\beta_s$  : retenue à l'ambiante et stabilisée, impossible à transformer par traitement thermique
  - Phase  $\beta_m$  : métastable, retenue à l'ambiante avec sa composition haute température. Un traitement thermique la transformera en phase  $\alpha$ .
  - Phase  $\beta_t$  : transformée issue de la décomposition de  $\beta$  par refroidissement lent en structure lamellaire  $\alpha+\beta$
  
- Autres phases
  - Phase  $\omega$  : Phase durcissante mais fragilisante qui est transitoire avant la formation de la phase  $\alpha$ . La phase  $\omega$  athermique apparait lors d'une trempe rapide à partir du transus  $\beta$  alors que la phase  $\omega$  isotherme apparait lors de la possible décomposition de la phase  $\beta$  chez les alliages riches en éléments betagènes.

- Phase  $Ti_3Al$  : Cette phase est présente pour les alliages avec plus de 8% en masse atomique d'aluminium et pour des maintiens prolongés dans le domaine de 400°C à 700°C. Elle est hexagonale, durcissante mais très fragilisante.
- Siliciures : Cette phase apparaît par précipitation du silicium avec le titane lors de traitements thermiques ou lors de l'usage. Les études menées à ce jour semblent montrer une amélioration de la tenue au fluage chez les alliages base TiAl (Paris, 2015).

#### 1.4 Déformations à chaud

La déformation à chaud est définie comme étant une opération de mise en forme effectuée à des températures comprises entre  $0,5T_{\text{fusion}}$  et  $T_{\text{fusion}}$ . Elle entraîne un accroissement important de la densité de dislocations, défini par l'écrouissage, qui a comme conséquence une augmentation de la contrainte d'écoulement et une augmentation de l'énergie interne. On distingue deux types de matériaux, à faible et à haute énergie de faute d'empilement, qui vont tous les deux subir un adoucissement pendant ou après la déformation. Ces mécanismes dynamiques et statiques abaissent la densité de dislocations.

Dans les matériaux à faible énergie d'empilement ( $10^{-2} J/m^2$ ) on peut citer le cuivre, les aciers austénitiques ou les laitons. La phase d'écrouissage est suivie d'un maximum prononcé caractéristique puis le régime stationnaire est atteint rapidement pour de faibles déformations ( $\epsilon < 1$ ). On assiste au phénomène de recristallisation dynamique discontinue, où le régime stationnaire est atteint après des oscillations, lorsque les vitesses de déformation sont faibles et les températures élevées. La figure 1.12 résume ce comportement.

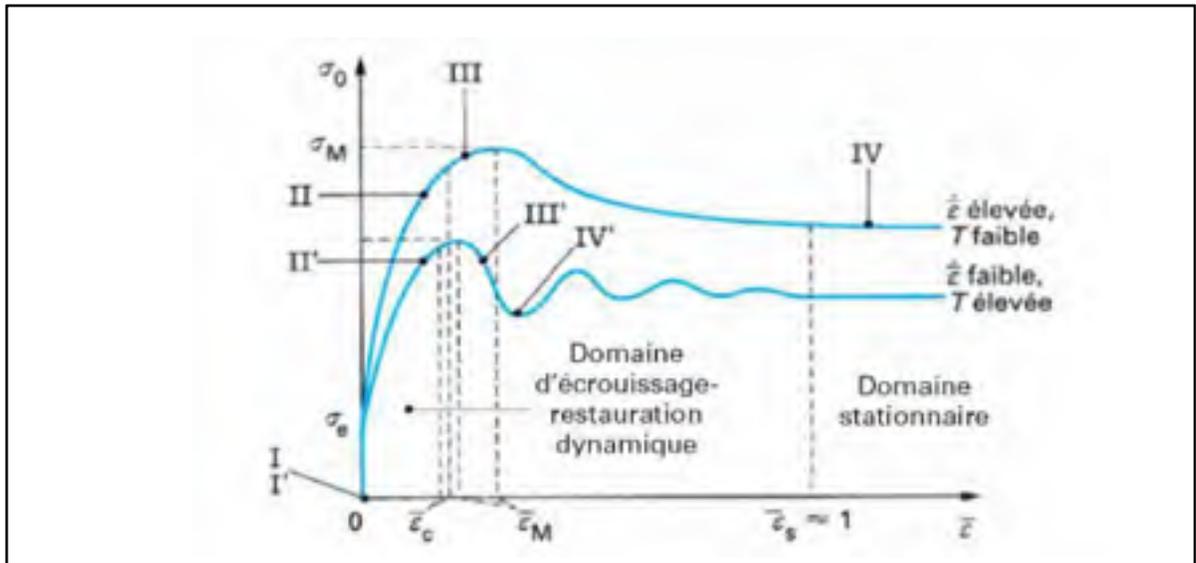


Figure 1.12 Courbe contrainte-déformation des alliages à faible énergie d'empilement  
Tirée de Montheillet (2017)

Dans les matériaux à haute énergie d'empilement ( $10^{-1} \text{J/m}^2$ ) on retrouve l'aluminium, le titane ou les aciers ferritiques. Ici la phase d'écrouissage est suivie d'un maximum peu prononcé puis par un régime stationnaire atteint après un lent adoucissement. Ceci est lié au processus de recristallisation dynamique continue et le régime constant est obtenu à des déformations très grandes ( $\epsilon > 20$ ). La figure 1.13 résume ce comportement.

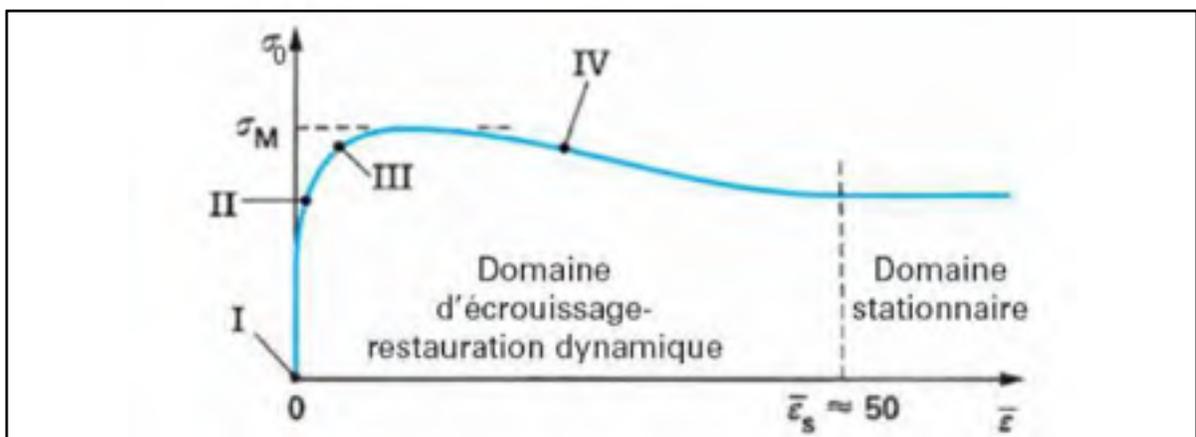


Figure 1.13 Courbe contrainte-déformation des alliages à haute énergie d'empilement  
Tirée de Montheillet (2017)

### 1.4.1 Déformations faibles ou modérées

À ces déformations on observe une augmentation progressive de la densité des dislocations. Cependant cette augmentation est ralentie par la restauration dynamique : les métaux à forte énergie de faute d'empilement facilitent le mouvement des dislocations avec les mécanismes de glissement dévié et montée. Les dislocations sont alors éliminées lors de réarrangement par paires, lors d'absorption aux joints de grains. De plus elles s'organisent en sous-joints formant des sous-grains dans les grains. La figure 1.14 représente cette restauration dynamique qui amène à l'obtention de grains à densité de dislocations uniforme. Les sous-grains vont se désorienter progressivement pour mener à la recristallisation dynamique continue. La taille des grains augmente quand la température augmente ou quand la vitesse de déformation diminue.

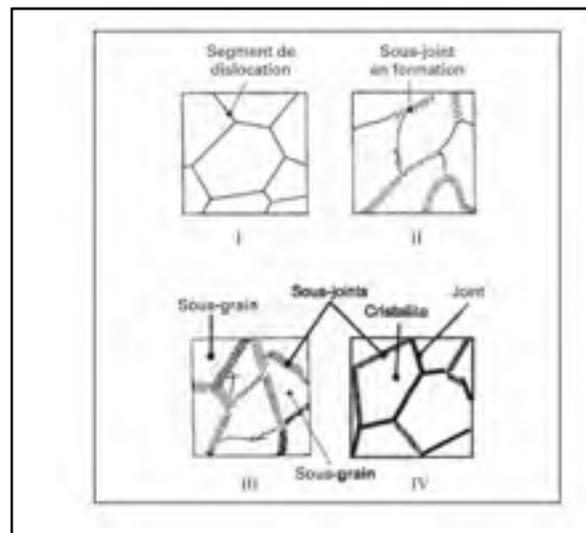


Figure 1.14 Schématisation de la restauration dynamique  
Tirée de Montheillet (2017)

### 1.4.2 Recristallisation dynamique discontinue

Dans les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, les dislocations ont moins de mobilité et ne permettent pas de maintenir une restauration dynamique efficace. L'écroutissage est donc plus important et il conduit à la formation de zones de forte densité de dislocations.

Ainsi à température élevée, avec cette énergie stockée, la germination de nouveaux grains est possible et se fait aux joints de grains écrouis. Les nouveaux grains vont alors croître au détriment des grains écrouis et réduire la présence des dislocations au sein des grains.

Les nouveaux grains recristallisés envahissent progressivement les anciens à partir de leur périphérie, ce qui produit une décroissance de la contrainte d'écoulement. Cependant, les grains recristallisés se déforment sous l'action de la sollicitation imposée, de telle sorte que lorsque les grains initiaux ont entièrement disparu, l'état d'écrouissage du matériau est fortement hétérogène. La recristallisation dynamique va donc se poursuivre de manière non synchronisée, certaines zones du matériau se trouvant au stade de germination, et d'autres au stade de croissance-écrouissage des grains. Ceci se traduit par l'apparition d'une contrainte d'écoulement stationnaire. Ce phénomène est schématisé dans la figure 1.12.

Cependant si les grains sont trop gros et empêchent d'atteindre la taille d'équilibre, l'écrouissage va entraîner une nouvelle vague de recristallisation pour pouvoir arriver à la structure d'équilibre.

### 1.4.3 Recristallisation dynamique géométrique

Ce phénomène a lieu pour des déformations élevées. On observe un allongement des grains avec des joints de grains en dentelure. Lorsque leur épaisseur atteint une valeur minimale critique, les grains vont subir des « pincements » localisés qui vont conduire à la fragmentation. La figure 1.15 schématise ce phénomène qui opère en même temps que la recristallisation dynamique continue.

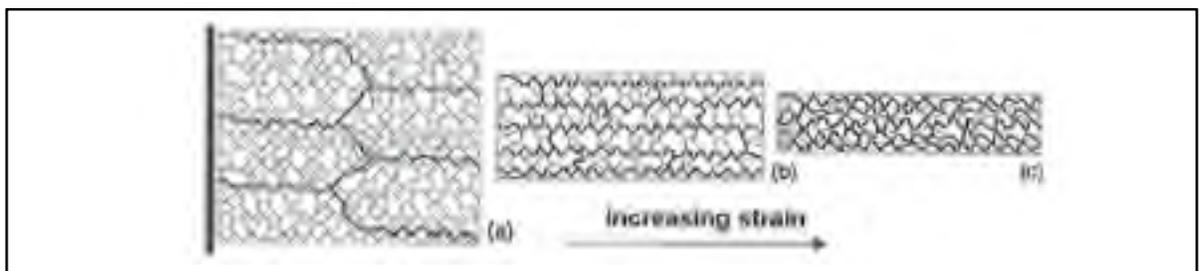


Figure 1.15 Représentation schématique de la recristallisation dynamique géométrique  
Tirée de Humphreys & Hatherly (2004)

#### 1.4.4 Mécanismes statiques

Un maintien en température ou recuit permet de dissiper l'énergie de déformation à travers les mécanismes d'adoucissement statique : la restauration statique et la recristallisation statique.

La restauration statique est un réarrangement des dislocations avec l'annihilation de certaines. Elles se déroulent comme la restauration dynamique.

La recristallisation statique entraîne la formation de nouveaux grains et la migration de leurs joints. La germination peut se faire par migration des sous-joints où les plus désorientés sont les plus mobiles, soit par coalescence de sous-grains. Ce processus nécessite un temps d'incubation du fait de la germination.

#### 1.4.5 Cycles thermomécaniques

Les cycles thermomécaniques sont les derniers traitements subis par l'alliage pour obtenir la microstructure souhaitée. Les paramètres de contrôles permettent de jouer sur les phases en présence afin d'arriver aux meilleures performances mécaniques. Les figures 1.16, 1.17 et 1.18 schématisent les différents cycles thermodynamiques pour obtenir respectivement une structure lamellaire, bimodale et équiaxe.

La phase I permet d'homogénéiser la structure et la taille de grains  $\beta$ , cela supprime la mémoire précédente de l'alliage. L'étape II est la déformation plastique, elle favorise la formation de sous-grains et sous-joints qui seront des sites de germination pour la phase  $\alpha$ . L'étape III est la recristallisation et détermine la microstructure future. Si la trempe est sévère, on aura une phase  $\beta$  entièrement métastable. Pour un refroidissement plus lent, on aura la formation de  $\alpha_{gb}$  et  $\alpha_{wgb}$ . L'étape IV.a, effectuée sous le transus- $\beta$ , est essentielle afin de contrôler la taille et la fraction des plaques grossières de  $\alpha$ . De plus elle contrôle la fraction de  $\alpha_{wi}$  formée à l'étape IV.b. La dernière étape est un revenu aux alentours de 500°C et 600°C qui permet de précipiter la phase fine  $\alpha_{wi}$ . C'est cette phase qui apporte beaucoup aux propriétés mécaniques.

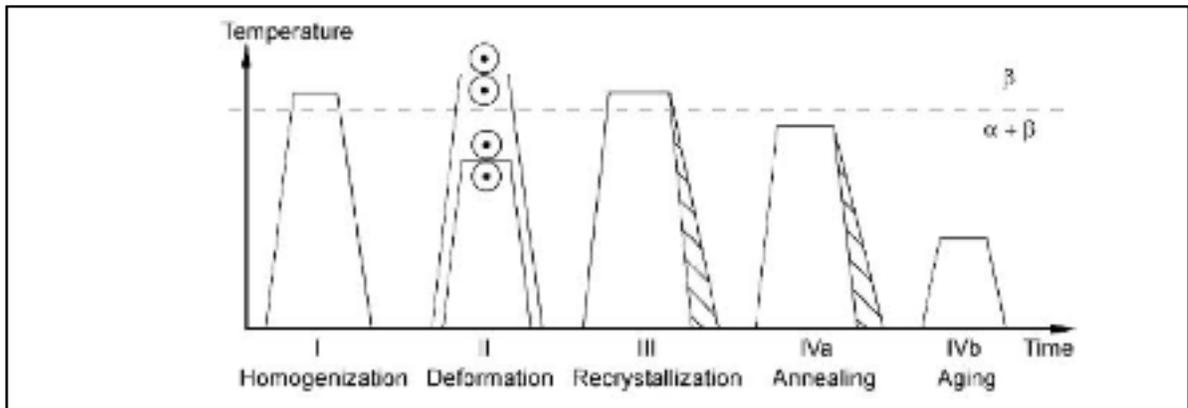


Figure 1.16 Cycle thermomécanique pour obtenir une structure lamellaire  
Tirée de Lütjering & Williams (2007)

Pour la microstructure bimodale, la déformation (étape II) se fait dans le domaine biphasé pour casser la phase  $\alpha_{gb}$  formée lors du refroidissement de l'étape I où la vitesse est contrôlée pour limiter cette phase. L'étape III permet de former de la phase  $\alpha$  primaire, la température influence sur la fraction de phase  $\alpha$  primaire et sur la taille des grains équiaxes recrystallisés  $\beta$ . Les deux dernières étapes ont le même but que dans le cas de la structure lamellaire.

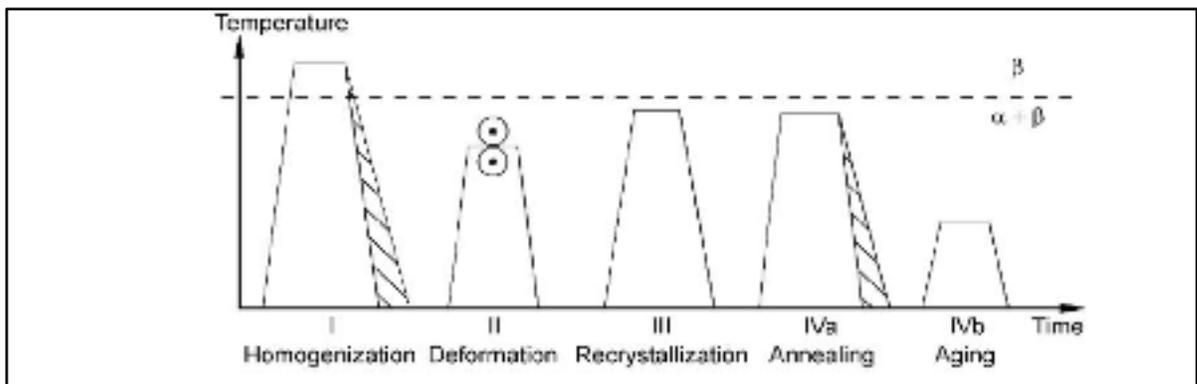


Figure 1.17 Cycle thermomécanique pour obtenir une structure bimodale  
Tirée de Lütjering & Williams (2007)

Pour obtenir une microstructure équiaxe, la phase  $\alpha$  précipite au cours du refroidissement depuis la température d'homogénéisation à l'étape I. Toutes les autres étapes sont alors effectuées dans le domaine biphasé pour garder la phase  $\alpha$  formée. Les successions des étapes de déformation et de recrystallisation conduisent à la microstructure équiaxe de la phase  $\alpha$  dont

la présence limite la croissance du grain  $\beta$ . Le refroidissement est suffisamment lent à l'étape III pour avoir uniquement la croissance de la phase  $\alpha$  primaire.

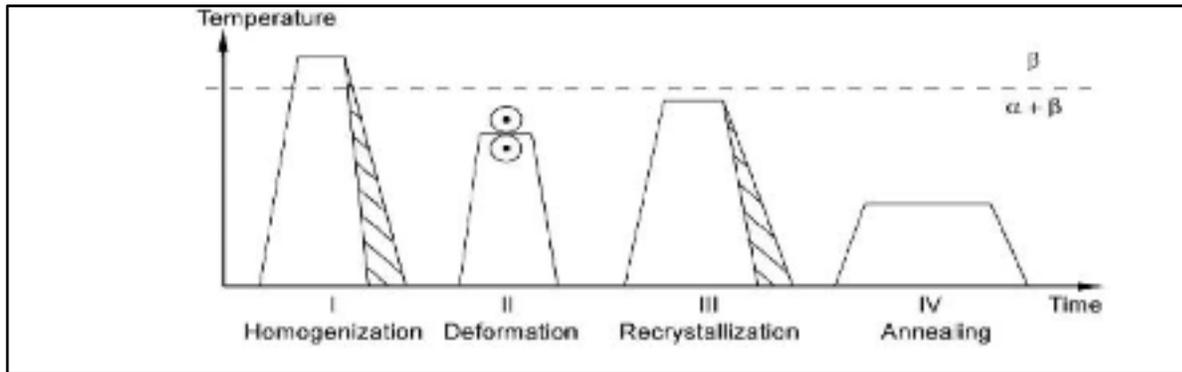


Figure 1.18 Cycle thermomécanique pour obtenir une structure équiaxe  
Tirée de Lütjering & Williams (2007)

## 1.5 Transformation dynamique

La transformation dynamique a été pour la première fois observée chez les aciers dans les années 1980 (Matsumura & Yada, 1987) où la formation de ferrite dans le domaine austénitique lors de test de compression. Par la suite la transformation inverse est observée lors de maintien isotherme après la déformation (Sun, Luo, Dong, Liu & Weng, 2008). Il est proposé par la suite que le moteur de cette transformation serait la différence de contraintes entre les deux phases (Jonas & Ghosh, 2013). C'est seulement dans les années 2000 qu'on découvre cette transformation chez le titane avec la formation de phase bêta dans le domaine monophasé alpha (Koike et al., 2000). La présente partie vient synthétiser les connaissances sur le mode d'activation de la transformation dynamique et de son impact sur la microstructure.

### 1.5.1 Cas des aciers

#### 1.5.1.1 Activation

Il est présenté succinctement ici les deux modèles pour expliquer la transformation de l'austénite déformée.

### Énergie stockée

Pour que l'austénite se transforme il faut pouvoir passer l'énergie de Gibbs de la transformation austénite à ferrite qui est positive lorsque le matériau est à une température supérieure à la température de transformation de l'austénite en ferrite  $Ae_3$ ,  $\Delta G_{\text{Chemical}}^{\gamma \rightarrow \alpha}$ . Cette barrière peut être franchie grâce à l'énergie qui se stocke dans l'austénite déformé,  $\Delta G_{D(\text{in } \gamma)}$ . Ainsi l'équilibre du système se traduit par l'équation 3.

$$\Delta G = \Delta G_{\text{Chemical}}^{\gamma \rightarrow \alpha} - \Delta G_{D(\text{in } \gamma)} \quad (1.3)$$

Ainsi lorsque  $\Delta G$  devient négatif, la transformation de l'austénite en ferrite est possible avec l'énergie en excès (Ghosh, Aranas & Jonas, 2016). L'équation 4 décrit les différentes composantes de l'énergie stockée. Elle est l'addition de l'énergie des dislocations, l'énergie de surface des joints de grain et de l'énergie de formation des lacunes.

$$\Delta G_{D(\text{in } \gamma)} = \Delta G_{\text{Dislocation}} + \Delta G_{\text{Grain boundary}} + \Delta G_{\text{Vacancy}} \quad (1.4)$$

### Activation de contrainte

Cependant cette énergie stockée participe en partie à la transformation dynamique. Le travail manquant est fourni par la contrainte appliquée lors de la déformation. Par conséquent il y a ajout du travail de dilatation due au changement de réseau cristallin et de l'accommodement du cisaillement, dues à la contrainte de déformation, qui viennent s'ajouter à la barrière énergétique. La figure 1.19 montre cette augmentation du cap énergétique à franchir pour obtenir la transformation dynamique.

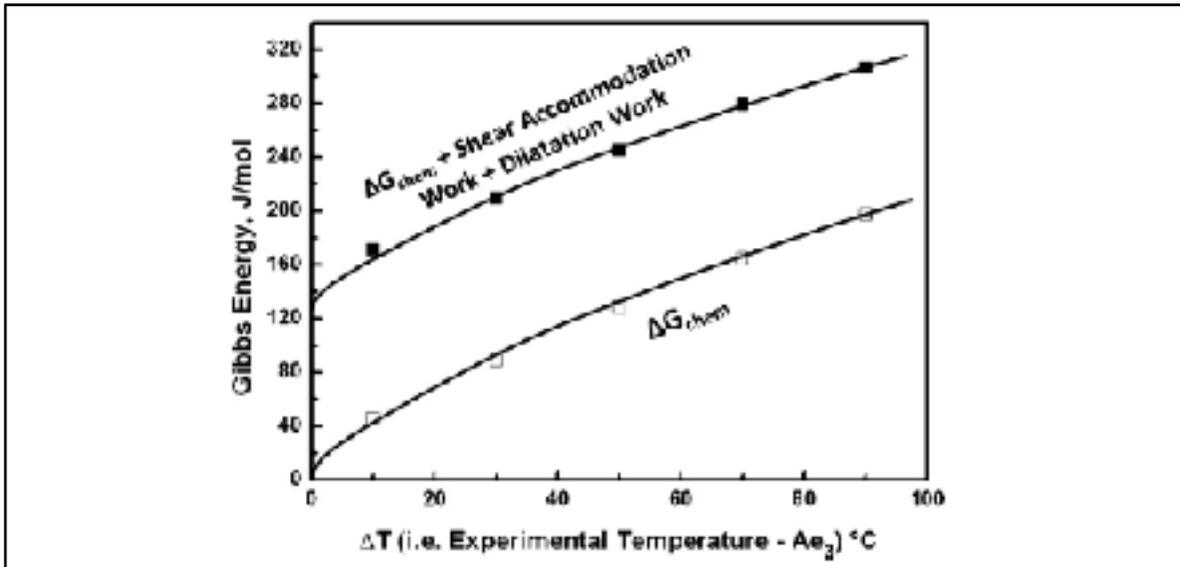


Figure 1.19 Dépendance de la barrière énergétique à la température d'essai  
Tirée de Ghosh et al. (2016)

### 1.5.1.2 Paramètres influents

#### Température

Le taux de ferrite et cémentite formées par la transformation dynamique dépend de la température lors de l'essai. La figure 1.20 montre que le volume de fraction de phase transformée diminue lorsque  $\Delta T$  augmente pour l'acier 0.79 wt%C-0.65 wt%Mn-0.24 wt%Si avec une contrainte appliquée de 4MPa à une vitesse de  $4s^{-1}$ . En effet l'énergie de Gibbs augmente lorsque l'écart entre la température expérimentale et  $A_{e3}$  augmente, réduisant alors la proportion d'austénite déformée avec suffisamment d'énergie pour se transformer en ferrite.

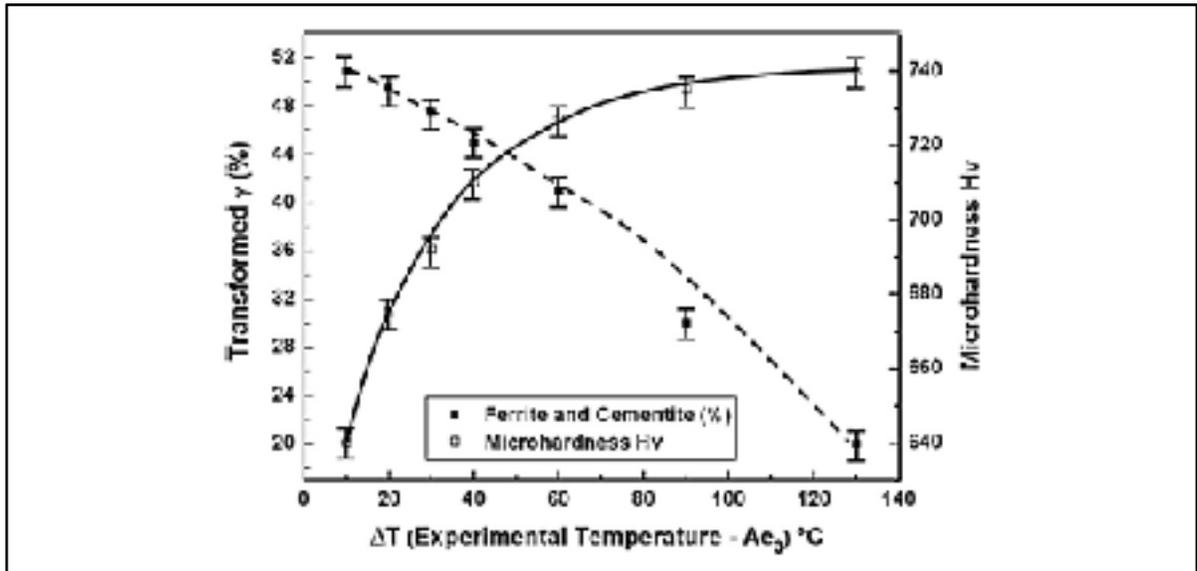


Figure 1.20 Dépendance de la fraction de ferrite et cémentite selon l'écart de température  
Tirée de Ghosh et al. (2016)

### Déformation

La figure 1.21 montre l'effet de la déformation sur la fraction volumique de ferrite formée dans 3 aciers (Ghosh et al., 2016). Dans chaque cas la transformation dynamique augmente lorsque la déformation augmente et il existe une contrainte critique sous laquelle le phénomène n'a pas lieu. Les différences sont dues à la différence de composition chimique, les éléments présents servant de site de nucléation (Wu, Xiao, Wu, Sun & Liao, 2014).

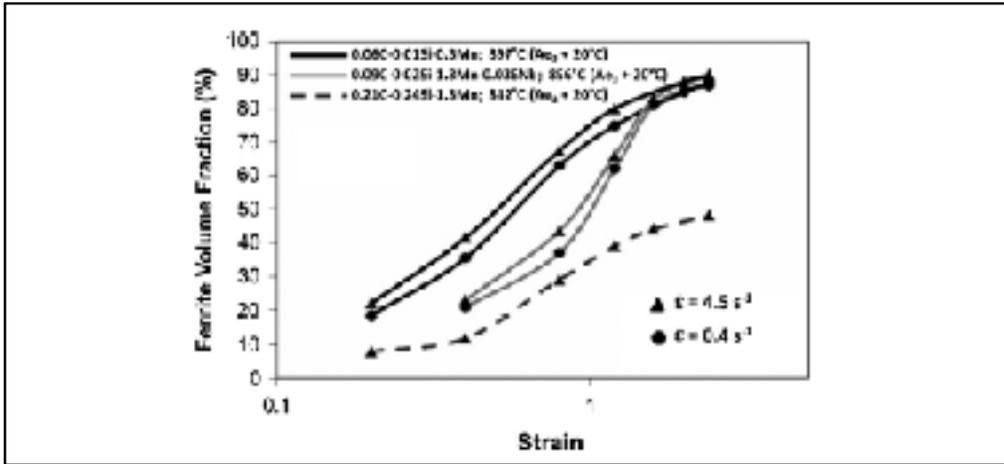


Figure 1.21 Effet de la déformation, de la vitesse de déformation et de la composition chimique sur le pourcentage de ferrite formée par transformation dynamique  
Tirée de Ghosh et al. (2016)

### Vitesse de déformation

La vitesse de déformation a un effet positif sur la transformation dynamique, cependant très faible par rapport à l'effet de la déformation.

### Composition chimique

La présence des éléments impacte la transformation dynamique. Le vanadium va favoriser la formation de ferrite par le biais de nouveaux sites de nucléation (Wu et al., 2014) tandis que le carbone va ralentir la croissance des grains en abaissant la température  $A_{e3}$  (Ghosh et al., 2016). La figure 1.21 montre l'abaissement de la fraction de phase transformée lors de l'ajout de carbone dans l'acier.

#### 1.5.1.3 Transformation et recristallisation

La transformation dynamique est considérée comme étant displacive dans la majorité des publications avec une diffusion locale de carbone plus importante que les autres éléments (Ghosh et al., 2016). Elle produit une microstructure de ferrite ultra fine issue de la ferrite fraîchement formée lors de la déformation (Yada & Yamagata, 2000).

Cependant récemment une étude in-situ par rayons X a analysée la transformation dynamique comme un phénomène contrôlé par la diffusion (Shibata et al., 2019). Les auteurs ont montré que la transformation dynamique favoriserait alors la recristallisation dynamique en multipliant les sites de germination, comme schématisé dans la figure 1.22. Ils ont conclu que la faible taille de grains s'obtient par la recristallisation dynamique des nouveaux grains, les dislocations s'accumulant dans la nouvelle phase car plus formable.

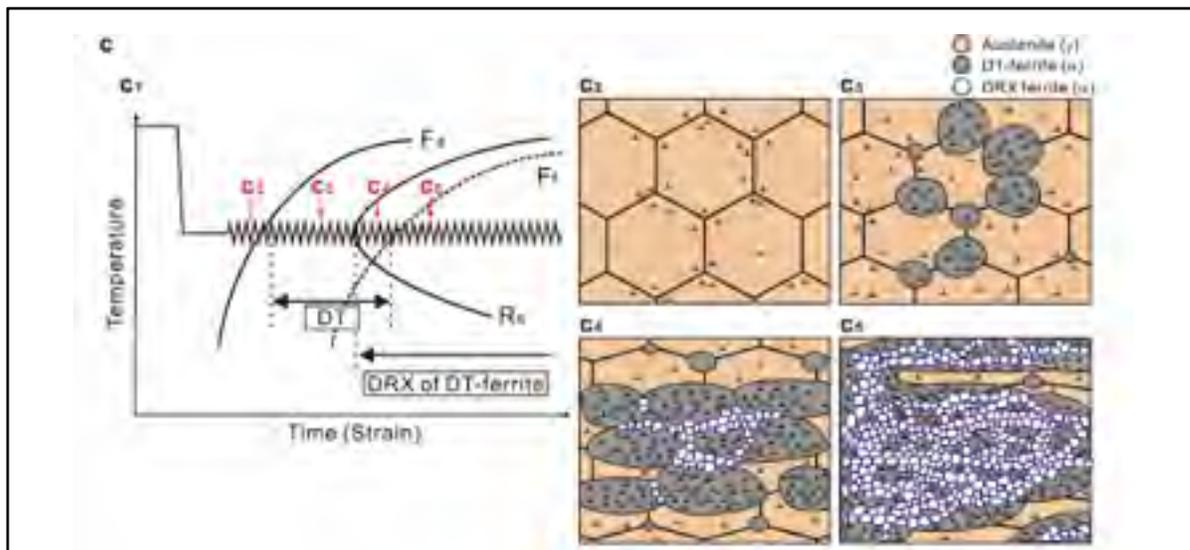


Figure 1.22 Transformation dynamique suivie de Recristallisation dynamique  
Tirée de Shibata et al. (2019)

### 1.5.2 Cas du titane et alliages

La transformation dynamique au sein du titane a d'abord été observée par Koike et ses collègues dans les années 2000. Alors que dans les aciers la transformation dynamique a lieu au-dessus du transus, dans le cas du titane elle prend place sous le transus dans le domaine biphasé. Les connaissances acquises sur le mécanisme d'activation chez les aciers ont été adaptées pour les alliages de titane et les facteurs joueurs sont testés.

### 1.5.2.1 Barrière énergétique

La barrière énergétique à la transformation dynamique comprend celle qui est de nature chimique soit l'énergie de Gibbs, le travail de cisaillement et le travail de dilatation qui sont associés à la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$ . L'énergie de Gibbs constitue la principale source d'énergie à passer pour la transformation, de l'ordre de 200J/mol à 880°C pour le Ti-6Al-4V. Elle va dépendre de la composition chimique de l'alliage ainsi que de la température (Semiatin, Guo & Liang, 2017). Sa valeur diminue lorsque la température augmente, rendant ainsi la transformation dynamique plus facile à être réalisée.

Si on suppose que la transformation dynamique dans le titane est displacive, il y a cisaillement du réseau lors de la formation de  $\beta$  depuis  $\alpha$ . Le travail du cisaillement est alors calculé avec l'équation 1.5 et représente 30J/mol à 880°C pour le Ti-64. Le paramètre  $m$  représente le facteur de Schmid, différence en orientation entre la direction de la contrainte de déformation et la contrainte due au cisaillement,  $\varepsilon$  est la déformation associée au cisaillement.

$$W_{\text{shear accomodation}} = m * \sigma_{\text{critical-}\alpha} * \varepsilon_{\text{shear}} \quad (1.5)$$

La dilatation a également lieu lors de la transformation et son travail est calculé avec l'équation 1.6.  $\lambda$  est le facteur d'orientation entre le plan de transformation et la contrainte appliquée,  $\varepsilon$  est la déformation associée à la dilatation. Ce travail est de l'ordre de quelques J/mol pour le Ti-64. La figure 1.23 montre cette barrière en fonction de la température.

$$W_{\text{dilatation}} = \lambda * \sigma_{\text{critical-}\alpha} * \varepsilon_{\text{dilatation}} \quad (1.6)$$

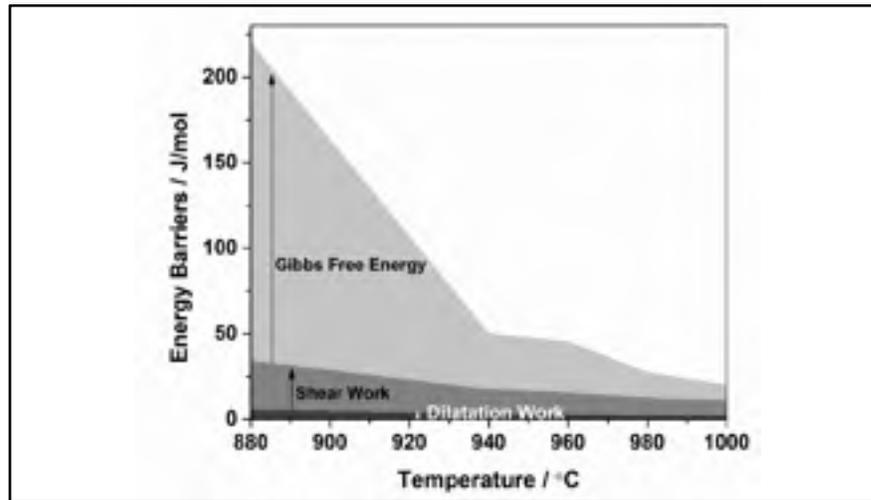


Figure 1.23 Barrière énergétique du Ti-6Al-4V en fonction de la température  
Tirée de Semiatin et al. (2017)

### 1.5.2.2 Force motrice

La force motrice est considérée comme étant la différence entre la contrainte à la déformation critique pour la transformation dynamique dans la phase  $\alpha$  et la contrainte d'écoulement au sein de la nouvelle phase  $\beta$ . Ces contraintes sont calculées par le biais de la loi des mélanges (Guo, Semiatin, Jonas & Yue, 2018) ou par des tests de compression avec extrapolation (Jonas, Aranas, Fall & Jahazi, 2016). La figure 1.24 montre comment est récupérée la valeur de la force motrice à partir des valeurs des contraintes. La contrainte pour la phase beta pour des températures en dessous du transus est obtenue par extrapolation du comportement linéaire. Ainsi la loi des mélanges peut être appliquée pour déterminer la contrainte dans la phase alpha. L'écart entre les deux droites donne alors la force nécessaire, ou l'énergie grâce à une conversion, pour déclencher la transformation dynamique.

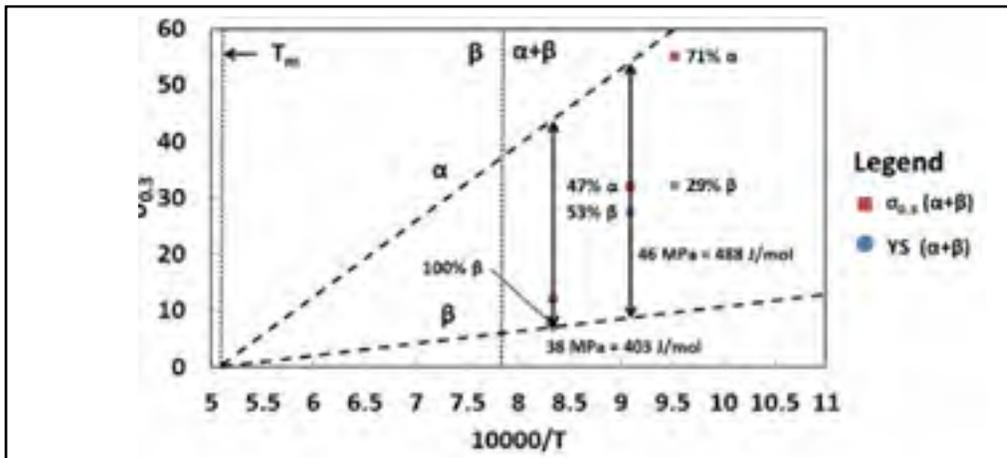


Figure 1.24 Dépendance des contraintes  $\alpha$  et  $\beta$  en fonction de l'inverse de la température et calcul de la force motrice  
Tirée de Jonas et al. (2016)

### 1.5.2.3 Paramètres influents

Plusieurs paramètres sont susceptibles d'avoir une influence sur cette transformation et sur le taux de phase transformé tels que la température de déformation ou la vitesse de déformation.

#### Température

Pour l'IMI834 la température ne change pas la fraction transformée : il y a 20% de phase  $\alpha$  en moins pour des essais à des températures différentes, 975°C - 1000°C - 1025°C (Jonas et al., 2016). Pour Ti-5.5Al-1.5Fe la fraction de phase  $\alpha$  transformée augmente lorsque la température de déformation se rapproche du transus : de 15% à 727 jusque 40% à 927 (Koike et al., 2000). Il y a également une augmentation dans le Ti-6Al-4V avec 65% de phase  $\alpha$  à 900°C et 95% à 955°C (Guo et al., 2019).

#### Déformation

La figure 1.25 montre des observations microscopiques d'alliage Ti-64 non déformé et déformé à une température sous le transus- $\beta$ . On peut y observer la diminution de la phase  $\alpha$  (en noir) lorsque la déformation augmente.

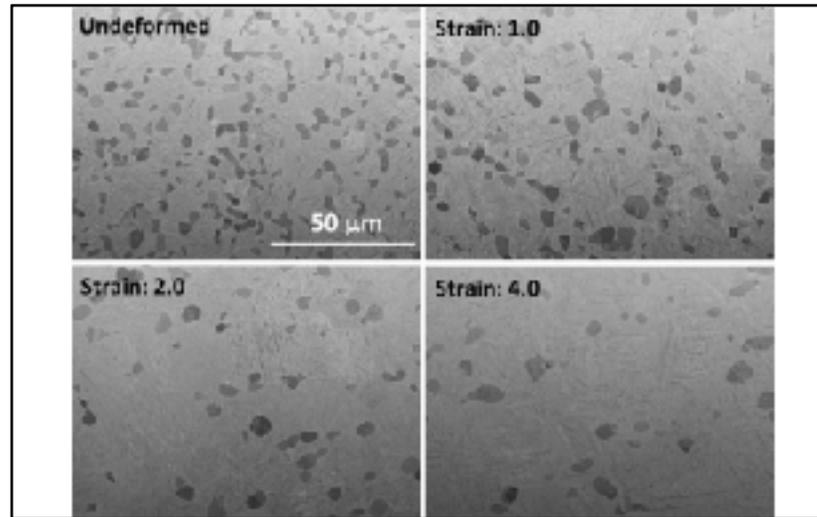


Figure 1.25 Microstructure de Ti-6Al-4V déformé à 0, 1,2 et 4 à une vitesse de  $0,01s^{-1}$  et à une température de  $980^{\circ}C$   
Tirée de Guo et al. (2018)

La figure 1.26 montre la dépendance du pourcentage de phase beta en fonction de la déformation. La transformation dynamique est favorisée lorsque la déformation augmente, avec un ralentissement lorsque la déformation est plus élevée.

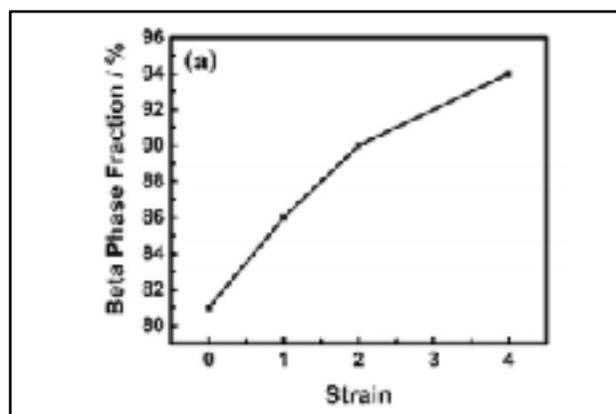


Figure 1.26 Fraction de phase  $\beta$  en fonction de la déformation appliquée  
Tirée de Guo et al. (2018)

### Vitesse de déformation

À 760°C avec un taux de déformation égal à 60% pour l'alliage Ti55511, une augmentation de la fraction de la phase  $\alpha$  est observée lorsque la vitesse de déformation augmente (Lin et al, 2019). De même au sein du Ti-6Al-4V la fraction de phase  $\beta$  augmente avec la vitesse de déformation mais moins significativement : sur un même intervalle de vitesse de déformation la transformation dynamique entraîne une augmentation de 21% de la phase  $\beta$  dans l'alliage  $\beta$ -métastable et une augmentation de 4% chez le Ti-6Al-4V. La figure 1.27 donne l'influence de la vitesse sur les pourcentages de phase dans l'alliage Ti55511 tandis que la figure 1.28 donne les données pour l'alliage Ti-6Al-4V.

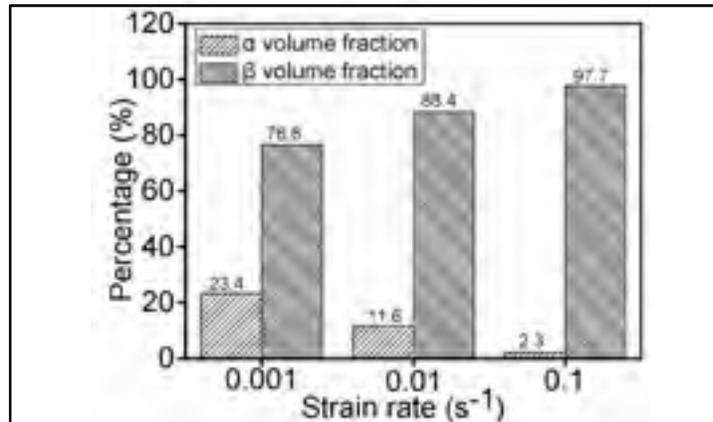


Figure 1.27 Fractions de phase en fonction de la vitesse de déformation pour le Ti55511  
Tirée de Lin et al. (2019)

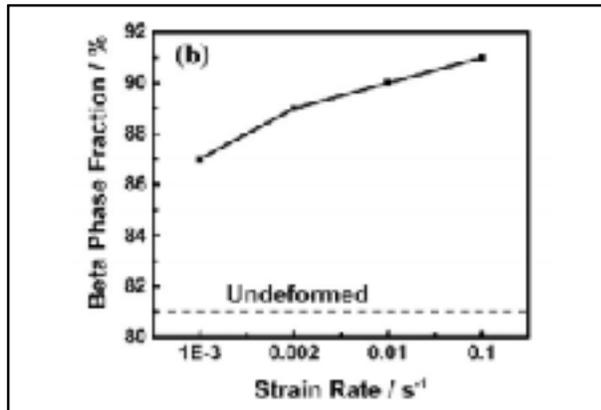


Figure 1.28 Fraction de phase  $\beta$  en fonction de la vitesse de déformation pour Ti-6Al-4V  
Tirée de Guo et al. (2018)

La vitesse de déformation a un impact différent sur la microstructure dépendamment de l'alliage déformé.

### Taille ex-grains $\beta$

On sait que la taille des ex-grains  $\beta$  influence la taille des futurs grains  $\alpha_p$  (Brun et al., 1998) mais l'impact sur la fraction transformée de phase  $\alpha$  n'a pas été rapporté et il n'y a pas de rapport publié dans la littérature à ce propos.

### Temps de maintien après déformation

Il faut également noter l'effet de la transformation inverse lors de maintien isotherme après déformation (Guo et al., 2018). D'après la figure 1.29, une transformation inverse a lieu lorsque l'échantillon déformé est maintenu à la température d'essai après déformation. Plus le temps de maintien augmente, plus la fraction de phase beta diminue.

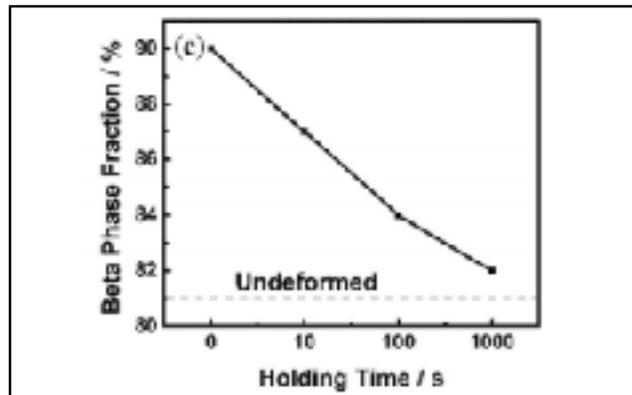


Figure 1.29 Pourcentage de phase  $\beta$  maintenu après différents temps de maintien après déformation  
Tirée de Guo et al. (2018)

### Transformation dynamique dans le domaine monophasé $\beta$

Il est possible d'obtenir la formation de phase  $\alpha$  dans le domaine monophasé  $\beta$  (Fall, 2015).

#### 1.5.2.4 Objectifs personnels

L'étude bibliographique a montré qu'il y a très peu ou pas d'information sur la transformation dynamique dans l'alliage IMI834. De plus, les informations fournies sont relativement incomplètes et il est difficile de les comparer de façon précise car les conditions d'essais, la taille des échantillons, l'étendue des observations de la microstructure sont différentes d'une étude à l'autre rendant complexe la quantification des effets des paramètres et l'interprétation des résultats. L'objectif ici est donc d'étudier de façon plus systématique la déformation dynamique dans l'alliage étudié et quantifier l'effet de certains paramètres et tenter de modéliser la transformation dynamique de cet alliage. Une attention particulière sera apportée à l'étude compréhensive de toute la microstructure des échantillons, contrairement à d'autres études où seulement une zone très limitée est étudiée.

## CHAPITRE 2

### METHODES EXPERIMENTALES ET NUMERIQUES

#### 2.1 Objectifs

L'objectif de cette partie est de présenter la démarche entreprise pour mettre en évidence l'influence des paramètres étudiés sur la transformation dynamique. Dans un premier temps, le dispositif expérimental ainsi que la méthodologie choisie seront expliqués. Ensuite, une partie s'intéresse aux analyses de validation des résultats.

#### 2.2 Processus thermomécanique

Le but étant de connaître la proportion de phase alpha primaire transformée lors de la compression à chaud, des essais sans déformation et avec déformation sont menés. La microstructure initiale du matériau est équiaxe avec 25% de phase  $\alpha_p$ .

Les températures pour les essais sont choisies de manière à être assez proches du transus bêta (1045°C) (TIMET, 2000) afin de pouvoir observer la transformation dynamique. Les expériences sont donc menées à 1000°C, 1015°C et 1030°C soit respectivement -45°C, -30°C et -15°C sous le domaine monophasé.

##### 2.2.1 Essais sans déformation

Pour déterminer l'état de la microstructure sans déformation aux températures sélectionnées, les échantillons suivent le traitement thermique décrit dans la figure 2.1. Les échantillons sont chauffés à 4°C/s depuis la température ambiante pour être ensuite maintenus 30 minutes à la température cible afin d'atteindre l'équilibre. Le refroidissement est de 25°C/s pour s'assurer de figer la microstructure. Deux essais ont été menés pour chaque température.

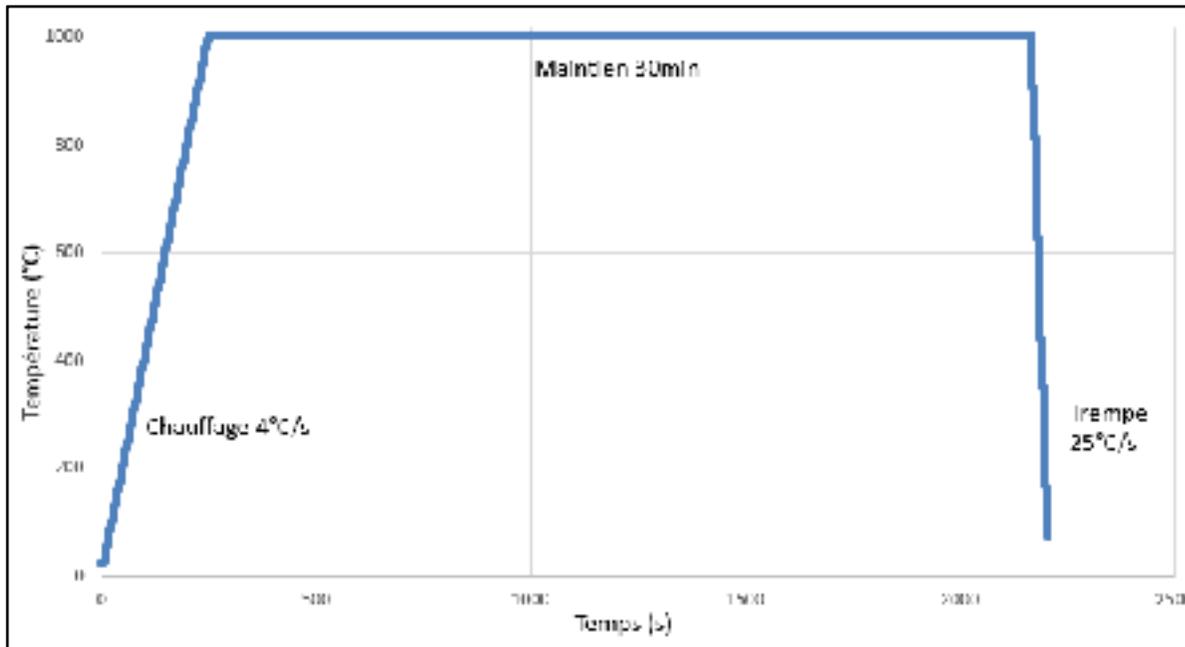


Figure 2.1 Traitement thermique pour les essais sans déformation

### 2.2.2 Essais avec déformation

Pour déterminer l'état de la microstructure avec déformation aux températures sélectionnées, les échantillons suivent le traitement thermique décrit dans la figure 1.28 avec en plus une phase de déformation à la fin du maintien de 30 minutes. Les essais réalisés sont présentés dans le tableau 2.1. Cela dans le but de déterminer les effets sur la microstructure des différents facteurs température, déformation et vitesse de déformation.

Tableau 2.1 Différents essais réalisés

Température(°C)	Déformation	Vitesse(s <sup>-1</sup> )
1000	0,6	0,01
1015	0,6	0,01
1030	0,6	0,01
1000	0,3	0,01
1015	0,3	0,01
1015	0,6	0,001
1030	0,6	0,001

### 2.3 Plan factoriel

Cette série d'essais est réalisée après exploitation des essais de la partie précédente.

Le plan d'expérience choisi est un plan factoriel de 3 facteurs et à 2 niveaux. Le plan permet de donner en peu d'expériences (limiter les coûts) une explication statistique des liens entre facteurs et donnée sortante. Dans cette étude les facteurs observés sont la température, la déformation et la vitesse de déformation alors que la donnée sortante observée est la différence en pourcentage de la phase alpha primaire avant et après déformation. Les niveaux choisis découlent des résultats obtenus par les premières expériences. Le cycle thermomécanique reste le même qu'auparavant. Le tableau 2.2 récapitule le plan :

Tableau 2.2 Niveaux et codage des variables

Température (°C)		Déformation		Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	
1015	1030	0.3	0.6	0.001	0.1
-1	1	-1	1	-1	1

### 2.4 Dispositif expérimental

Les traitements thermiques et les essais de déformation ont été menés sur un dilatomètre muni d'un module de déformation en compression TA 805A/D visible sur la figure 2.2. Les échantillons sont usinés en cylindre de hauteur 10mm et de diamètre 5mm.



Figure 2.2 Photo du dilatomètre TA 805A/D

La machine utilise un chauffage par induction grâce à une bobine permettant d'avoir uniquement l'échantillon sous hautes températures. La bobine permet également de focaliser le flux de gaz inerte autour de l'échantillon pour de meilleures performances lors des refroidissements. Un thermocouple de type S est soudé au centre de l'échantillon afin de contrôler le chauffage comme montré sur la figure 2.3, le maintien à la température cible et le refroidissement. Les essais s'effectuent sous le vide et la trempe est réalisée par injection d'hélium.

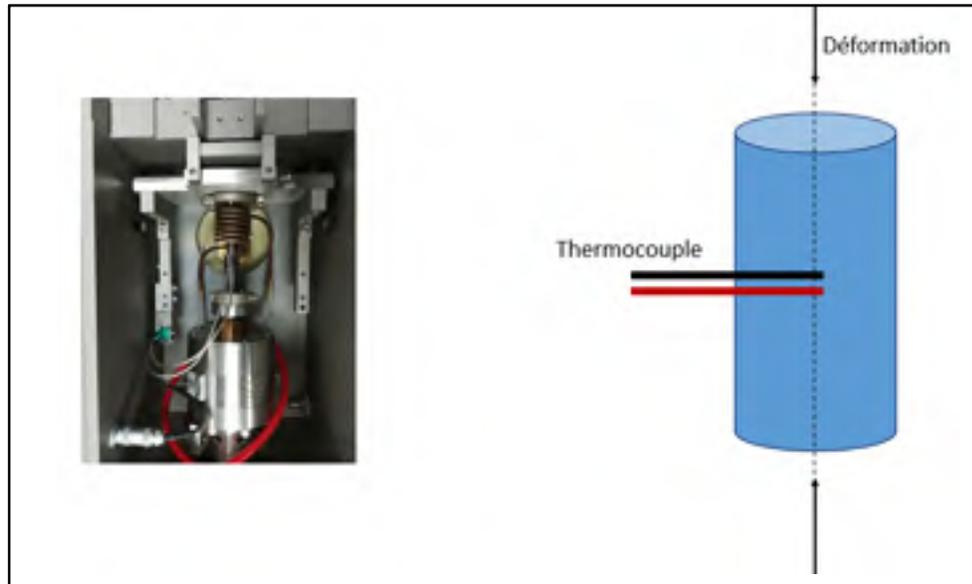


Figure 2.3 Photo de l'intérieur du dilatomètre et vue simplifiée

## 2.5 Métallographie

Les échantillons ont été découpés suivant l'axe longitudinal pour permettre une observation transversale, schématisés sur la figure 2.4. La zone d'observation se situe au centre de la hauteur de l'échantillon déformé et définit une bande tout le long de la tranche. La zone proche des mors n'est pas observée car elle ne présente pas ou peu de déformation. Un certain recul est pris sur les bords pour éviter une erreur due à la possible oxydation du matériau.

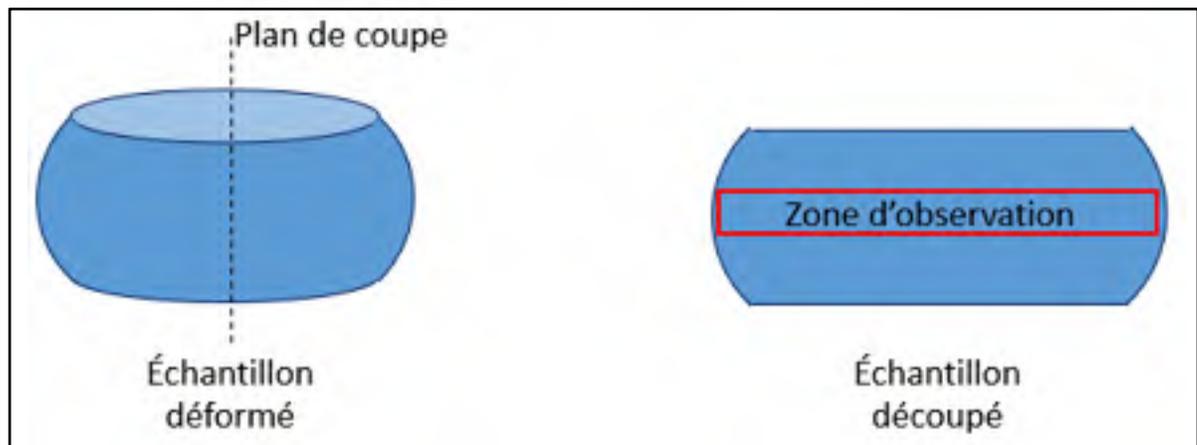


Figure 2.4 Schématisation d'un échantillon déformé et de sa coupe

Le polissage est réalisé mécaniquement à partir de papiers abrasifs avec des granulométries allant de 240 jusque 1200, puis une suspension de silice colloïdale est employée pour l'obtention de la surface miroir. Les échantillons sont par la suite attaqués chimiquement avec le réactif de Kroll pour révéler la microstructure et différencier les phases présentes. La solution de Kroll est composée de 10% d'acide fluorhydrique, 10% d'acide nitrique et 80% d'eau distillée. La phase alpha primaire est ainsi observable en blanc et la phase bêta transformée en noir pour les vues prises au microscope optique.

## **2.6 Microscopie optique et analyse d'images**

La microscopie optique est utilisée pour faire l'observation de la microstructure des échantillons dans le but de quantifier les différentes phases présentes. Les images sont capturées grâce à une caméra numérique puis elles sont traitées via un logiciel de traitement d'image, ici ImageJ. Le logiciel permet de faciliter la visualisation de la phase  $\alpha$  primaire pour la quantification en appliquant la fonction binaire : les grains  $\alpha_p$ , en blanc, sont distingués des phases  $\alpha_s$  et  $\beta$ , en noir. Un grossissement x100 est utilisé pour toutes les prises de photo. Ce grossissement permet de faire un balayage continu et complet de la zone d'observation de la figure 2.4; 4 à 5 images sont ainsi prises dépendamment de l'épaisseur de l'échantillon après déformation. La figure 2.5 montre une micrographie optique et de sa transformation binaire pour le calcul de proportion des phases. L'erreur sur le calcul des pourcentages provient de la qualité de la superposition de l'image traitée et non traitée au niveau des joints de grains et est estimée entre 1% et 2%.

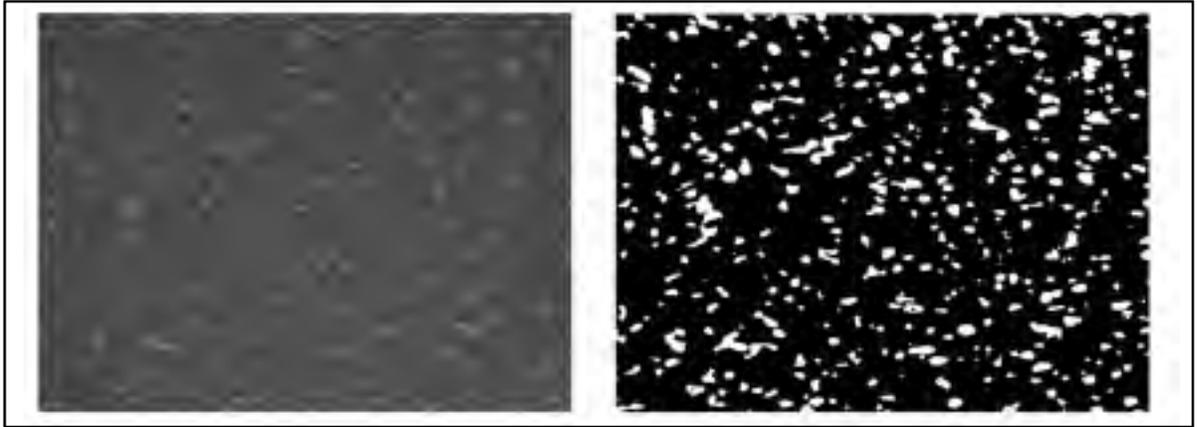


Figure 2.5 Image optique et sa transformation binaire d'IMI 834

## 2.7 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique par balayage (MEB), couplée à un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDS), est utilisée dans ce travail pour quantifier les éléments d'alliage au sein des phases présentes. Le MEB est équipé d'un filament de tungstène pour générer un faisceau d'électrons. La figure 2.6 schématise le fonctionnement d'un tel microscope. Ce dernier, focalisé par des lentilles électromagnétiques, vient balayer une zone de la surface de l'échantillon. Les interactions sont alors observées par différents capteurs. L'échantillon doit se trouver dans une chambre à vide et doit être conducteur.

L'EDS récupère les rayons X émis lorsque le faisceau vient toucher l'échantillon. Chaque élément libère une énergie différente ce qui permet de réaliser l'analyse chimique en mesurant l'énergie et l'intensité de chaque photon capté. L'avantage de cette technique est sa rapidité mais elle ne détecte pas les composants sous 1% de présence.

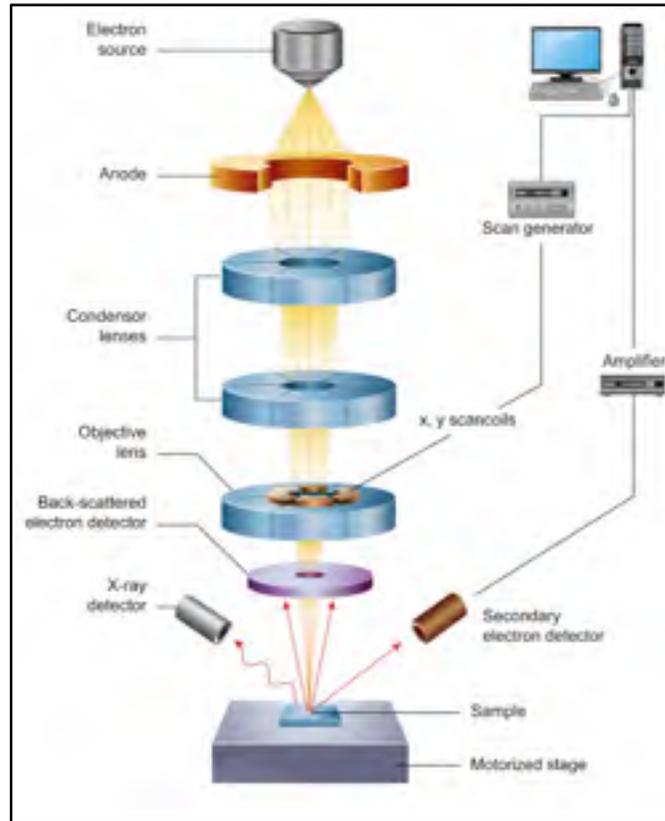


Figure 2.6 Schéma MEB  
Tirée de Inkson (2016)

## 2.8 Validation des résultats

### 2.8.1 Correction de la chaleur adiabatique

Lors d'un essai de déformation, la température au sein de l'échantillon augmente. Cette production de chaleur peut amener à de grandes augmentations de température du fait de la faible conductivité thermique du titane. L'équation 5 permet de calculer cette élévation où  $\Delta T$  représente l'augmentation de température,  $\eta$  est le facteur de correction adiabatique,  $\rho$  est la densité de l'IMI834,  $C_p$  est la chaleur spécifique,  $\sigma$  et  $\epsilon$  sont respectivement la contrainte et la déformation (Goetz et Semiatin, 2001). Les facteurs de correction adiabatique utilisés dans ce travail sont répertoriés dans le tableau 2.3.

$$\Delta T = \frac{0.95 * \eta}{\rho * C_p} \int \sigma d\varepsilon \quad (2.1)$$

Tableau 2.3 Différentes valeurs du facteur de correction adiabatique  
Tiré de Goetz & Semiatin (2001)

Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	0.1	0.01	0.001
Facteur de correction adiabatique	0.5	0.25	0

### 2.8.2 Simulation par éléments finis du refroidissement

Pour s'assurer de la validité des résultats, le refroidissement est simulé sur un logiciel d'éléments finis. Le but est de reproduire le refroidissement en surface expérimental pour observer l'écart de température entre la surface et le cœur de l'échantillon.

Une géométrie approchée est réalisée à partir des dimensions principales de l'échantillon après déformation. Un maillage tétraédrique est réalisé avec des éléments de taille 0,0003m dans le but d'obtenir des résultats satisfaisants avec un coût de calcul réduit. La figure 2.7 montre la modélisation de l'échantillon déformé.

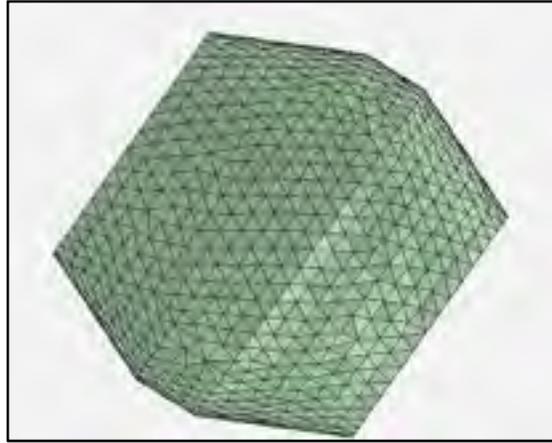


Figure 2.7 Géométrie avec maillage d'un échantillon déformé

Les propriétés physiques appliquées au matériau sont indiquées dans le tableau 2.4. Les valeurs utilisées pour la chaleur spécifique et la conductivité thermique sont celles connues à 20°C. Cependant l'évolution avec la température est minime, c'est pourquoi ce paramètre n'est pas considéré dans ce travail.

Tableau 2.4 Propriétés thermiques d'IMI 834  
Tiré de TIMET (2000)

Densité	4550 kg.m <sup>-3</sup>
Chaleur spécifique	525 J.kg <sup>-1</sup> .C <sup>-1</sup>
Conductivité thermique	7,09 W.m <sup>-1</sup> .C <sup>-1</sup>

La figure 2.8 donne la courbe de vitesse de refroidissement réelle à laquelle celle issue de la simulation doit coïncider au mieux. Les conditions aux limites sont fixées pour atteindre cet objectif. Ainsi le matériau est refroidi par convection avec un coefficient de transfert thermique égal à 75 W.m<sup>-2</sup>.C<sup>-1</sup> pour une température de convection fixée à 25°C. Dans l'idée de simplifier la démarche, les contacts avec les mors ne sont pas simulés car l'intérêt est ici sur le centre de l'échantillon et non la zone morte éloignée. De plus l'échantillon est supposé isotherme.

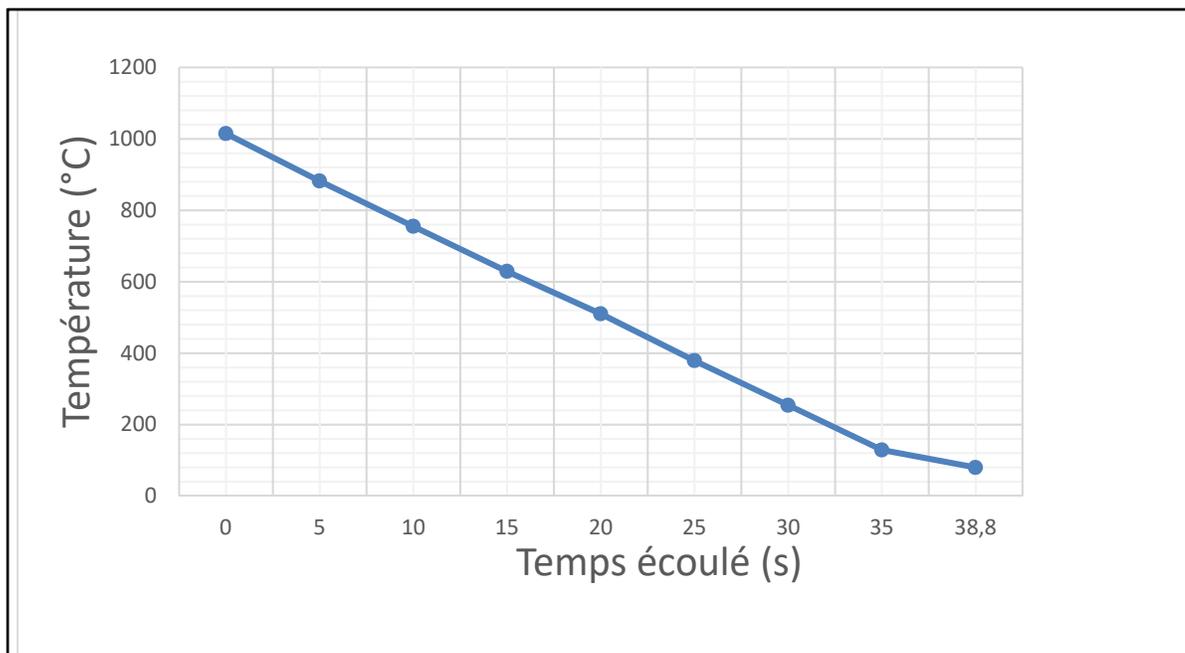


Figure 2.8 Température de la surface de l'échantillon lors du refroidissement depuis 1015°C



## CHAPITRE 3

### RESULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1 Essais de déformation

Cette partie s'intéresse à la mise en évidence de l'influence des différents facteurs sur la transformation dynamique au sein de l'alliage de titane IMI 834. L'annexe 1 présente la méthode d'obtention du pourcentage de la phase  $\alpha_p$  avant déformation. Par souci de clarté pour le lecteur la figure 3.1 représente la numérotation des images prises et de leurs positions sur l'échantillon.

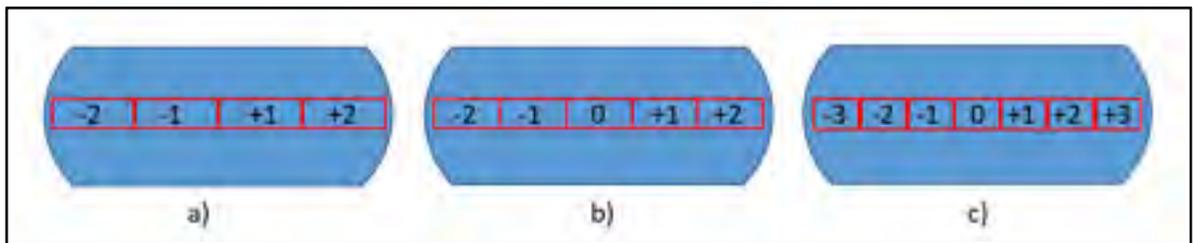


Figure 3.1 Numérotation des zones pour un échantillon déformé à a) 0,3 ; b) 0,6 ; c) 0,9

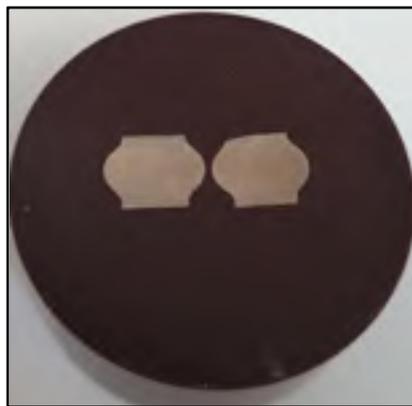


Figure 3.2 Photo d'un échantillon déformé à 0,6

### 3.1.1 Refroidissement de l'échantillon

La figure 3.3 donne les courbes de refroidissement expérimentales et simulées. La simulation se superpose avec l'expérience entre 1015°C et 650°C, zone critique pour les changements de phase. On peut alors regarder la différence de température entre la surface et le cœur de l'échantillon. Le tableau 3.1 résume ces différences. Le cœur est en moyenne plus chaud de 10.5°C par rapport à la surface entre 1015°C et 650°C. Cette différence est acceptable, on peut assumer qu'il n'y a pas de changements microstructuraux notables dus à un gradient de température lors du refroidissement qui pourraient fausser les résultats des parties suivantes.

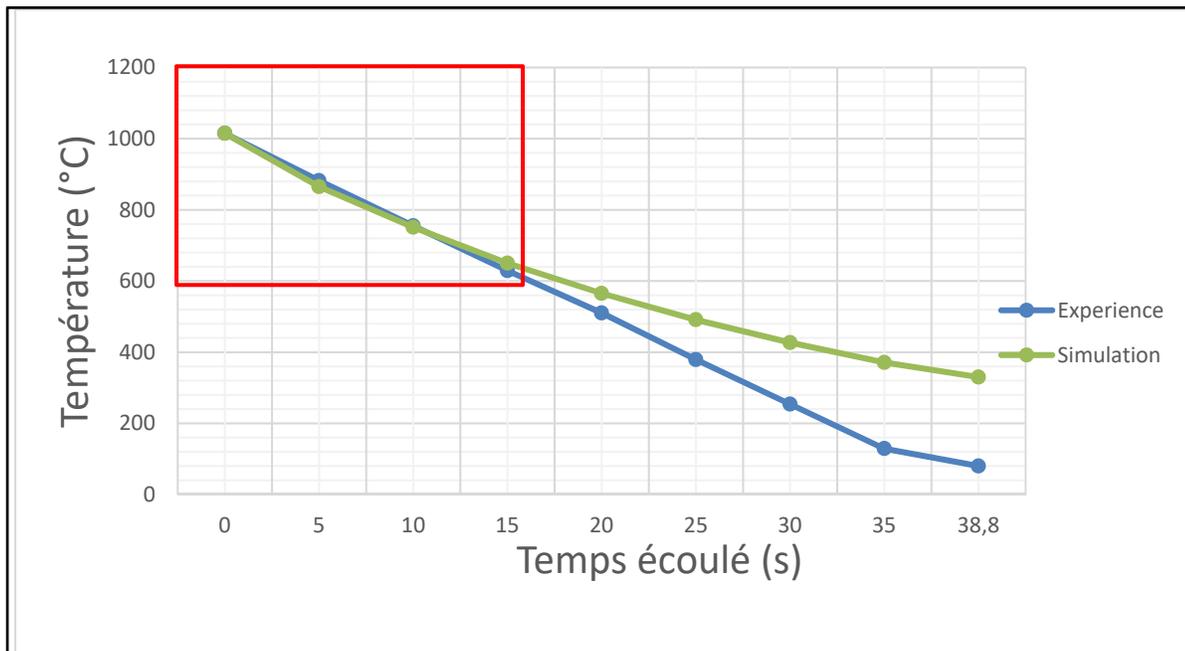


Figure 3.3 Courbes de refroidissement pour un essai à 1015°C

Tableau 3.1 Différence de température entre la surface et le cœur de l'échantillon lors du refroidissement après un essai à 1015°C

Temps (s)	5	10	15	20	25	30	35	38,8
Écart de température (°C)	12	11	8	8	6	5	3	3

### 3.1.2 Influence de la température

Cette section a pour but d'observer l'influence de la température sur la présence de la transformation dynamique. Les essais sont menés à une déformation de 0,6 et une vitesse de déformation de  $0,01s^{-1}$ .

La figure 3.4 donne les courbes de contrainte-déformation pour les essais aux 3 températures. La contrainte diminue lorsque la température augmente et on observe un pic de contrainte suivi d'un adoucissement puis d'une augmentation à nouveau de la contrainte. Après 0,1 de déformation l'état quasi stationnaire est atteint. Les fluctuations sont dues à la présence de friction avec les mors qui génère de la contrainte supplémentaire.

À partir de ces courbes, la chaleur adiabatique calculée est de  $1,5^{\circ}C$  à  $1000^{\circ}C$ ,  $1,3^{\circ}C$  à  $1015^{\circ}C$  et  $1,1^{\circ}C$  à  $1030^{\circ}C$ .

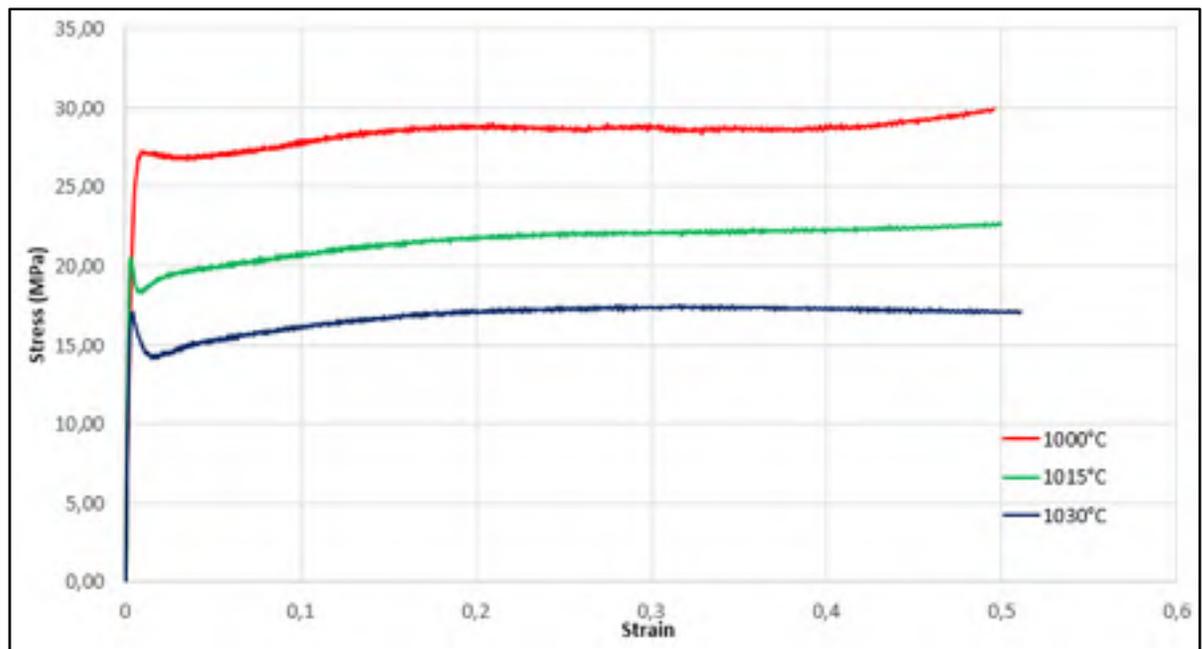


Figure 3.4 Courbes contrainte-déformation pour  $\epsilon=0,6$  et  $\dot{\epsilon}=0,01s^{-1}$

La microstructure obtenue après déformation est comparée à celle avant déformation dans la figure 3.5. Ces photos sont prises à la position 2 d'après la figure 3.1.b et montrent un changement de morphologie de la phase alpha primaire. La transformation dynamique est

visible pour l'essai à 1030°C mais elle ne l'est pas pour les autres à l'œil nu. La figure 3.6 rapporte donc les moyennes sur les différentes positions du pourcentage de phase alpha (-2,-1,0,1,2) pour les essais déformés et ces valeurs sont comparées aux fractions de phase des essais sans déformation.

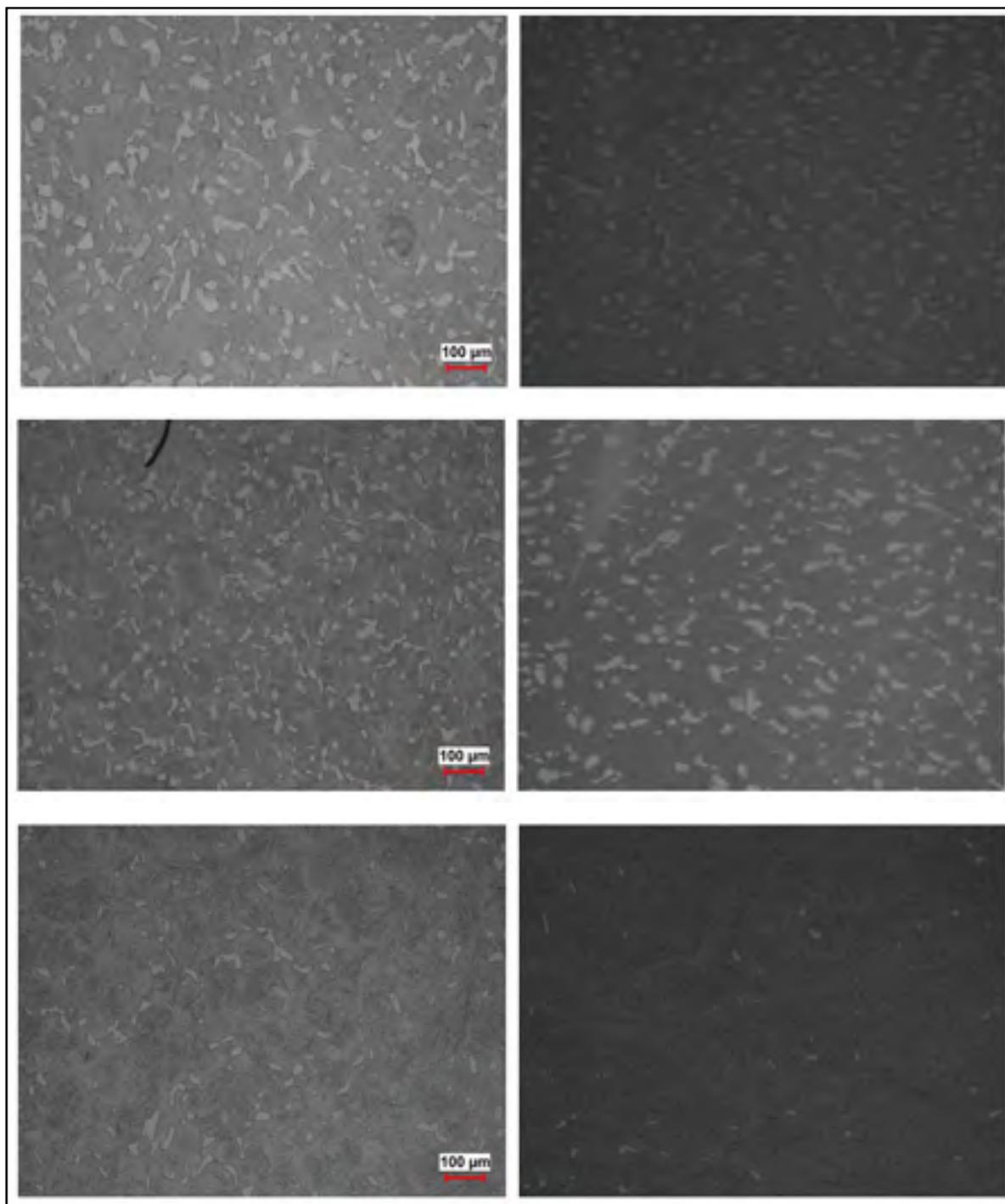


Figure 3.5 Microstructure non déformée (à gauche) et déformée (à droite) à la position 2 à 1000°C (haut), 1015°C (milieu), 1030°C (bas). La déformation est de 0,6 à 0,01s<sup>-1</sup>

La phase  $\alpha$  a diminué à 1015°C et 1030°C ce qui montre la présence de la transformation dynamique. À l'inverse la phase  $\alpha$  a augmenté à 1000°C. De plus le pourcentage de phase transformée est largement inférieur à ce qui a pu être trouvé dans un travail précédent (Jonas et al., 2016) : on obtient une différence de 1,5% à 1015°C et 1030°C pour une différence de 20% à 1000°C et 1025°C. Cela peut s'expliquer par l'utilisation de matériel différent, leurs échantillons étant plus grands pour l'utilisation sur une Gleeble. De plus Jonas et ses collègues ont travaillé à une déformation plus importante. Cependant ce n'est pas compatible avec les résultats obtenus dans ce travail. À 1015°C et 1030°C le pourcentage de phase  $\alpha$  est de respectivement 12% et 5%, il est alors impossible d'avoir 20% de phase transformée.

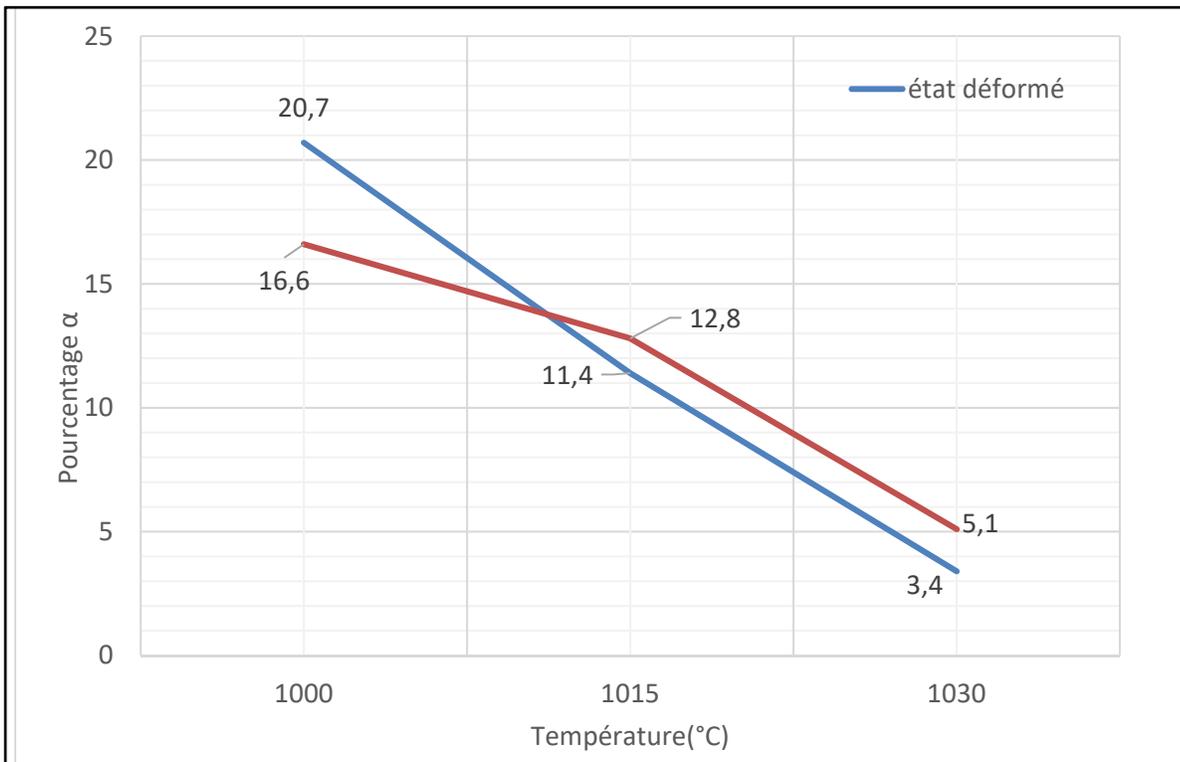


Figure 3.6 Moyennes de la fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction de la température. L'état déformé est obtenu avec une déformation de 0,6 et une vitesse de  $0,01s^{-1}$

On observe également l'évolution de la fraction de  $\alpha_p$  le long de la zone d'observation, c'est-à-dire sur toute la tranche de l'échantillon. La figure 3.8 présente la microstructure aux différentes positions pour un essai à 1015°C. On observe pour chaque essai la même tendance

sur la figure 3.7 : La fraction de phase  $\alpha$  augmente lorsqu'on se rapproche du cœur de l'échantillon. C'est sur les bords que la transformation dynamique semble être la plus présente. D'après la littérature l'augmentation de la déformation favorise la transformation dynamique or ici ce n'est pas le cas : le centre de l'échantillon, où la microstructure subit plus de déformation que prévu, n'a pas de transformation dynamique. Ce résultat peut être relié à la recristallisation dynamique. En effet cette dernière est plus présente au cœur d'un échantillon déformé qu'à sa périphérie.

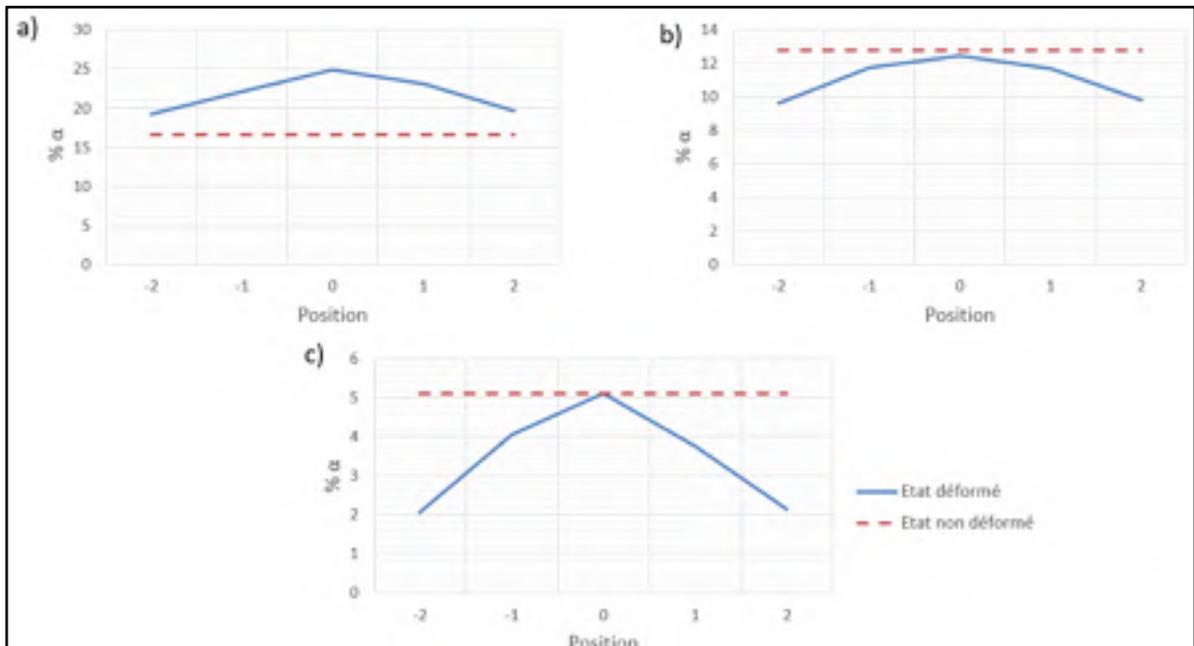


Figure 3.7 Fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction de la position à a) 1000°C; b) 1015°C et c) 1030°C

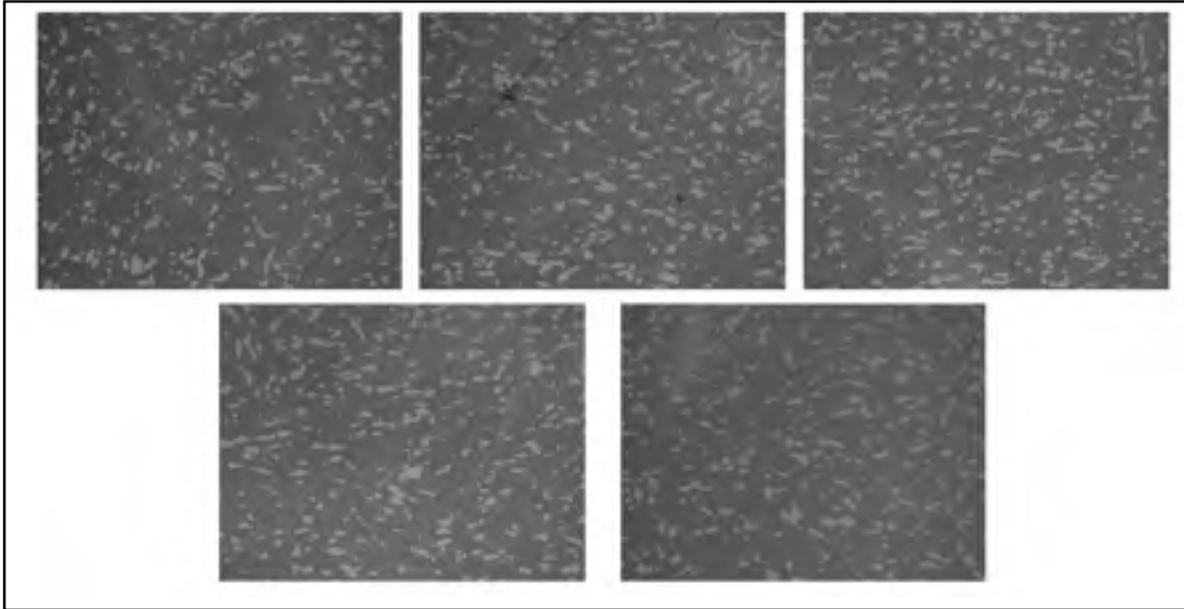


Figure 3.8 Microstructure aux positions -1 à +1 (de gauche à droite et de haut en bas) pour l'essai à  $T=1015^{\circ}\text{C}$ ,  $\varepsilon=0,6$  et  $\dot{\varepsilon}=0,01\text{s}^{-1}$

### 3.1.3 Influence de la déformation

Cette section a pour but d'observer l'influence de la déformation sur la présence de la transformation dynamique. Les essais sont menés à une température de  $1015^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de déformation de  $0,01\text{s}^{-1}$ .

Les courbes de contrainte-déformation pour les essais aux 3 déformations, sur la figure 3.9, montrent que la contrainte diminue lorsque la déformation diminue, les dislocations ayant le temps de se réarranger. L'évolution de la contrainte suit la même tendance qu'à la partie précédente et on observe encore de la friction.

À partir de ces courbes la chaleur adiabatique calculée est de  $0,2^{\circ}\text{C}$  pour  $\varepsilon=0,3$ ,  $1,3^{\circ}\text{C}$  pour  $\varepsilon=0,6$  et  $1,5^{\circ}\text{C}$  pour  $\varepsilon=0,9$ .

Les microstructures sont données sur la figure 3.10.

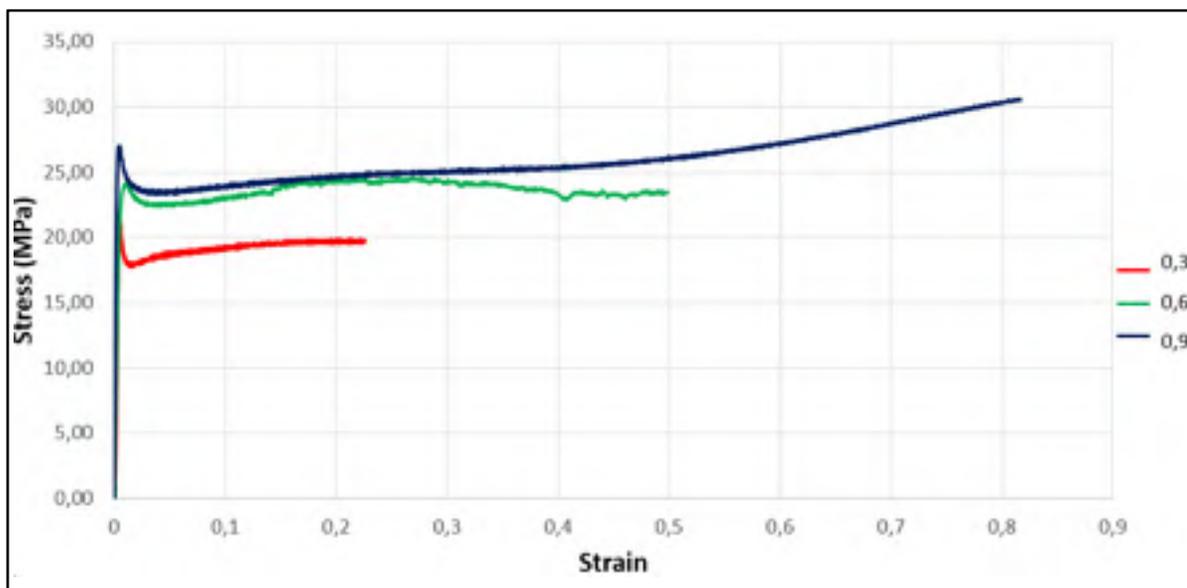


Figure 3.9 Courbes contrainte-déformation pour  $T=1015^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon}=0,01\text{s}^{-1}$

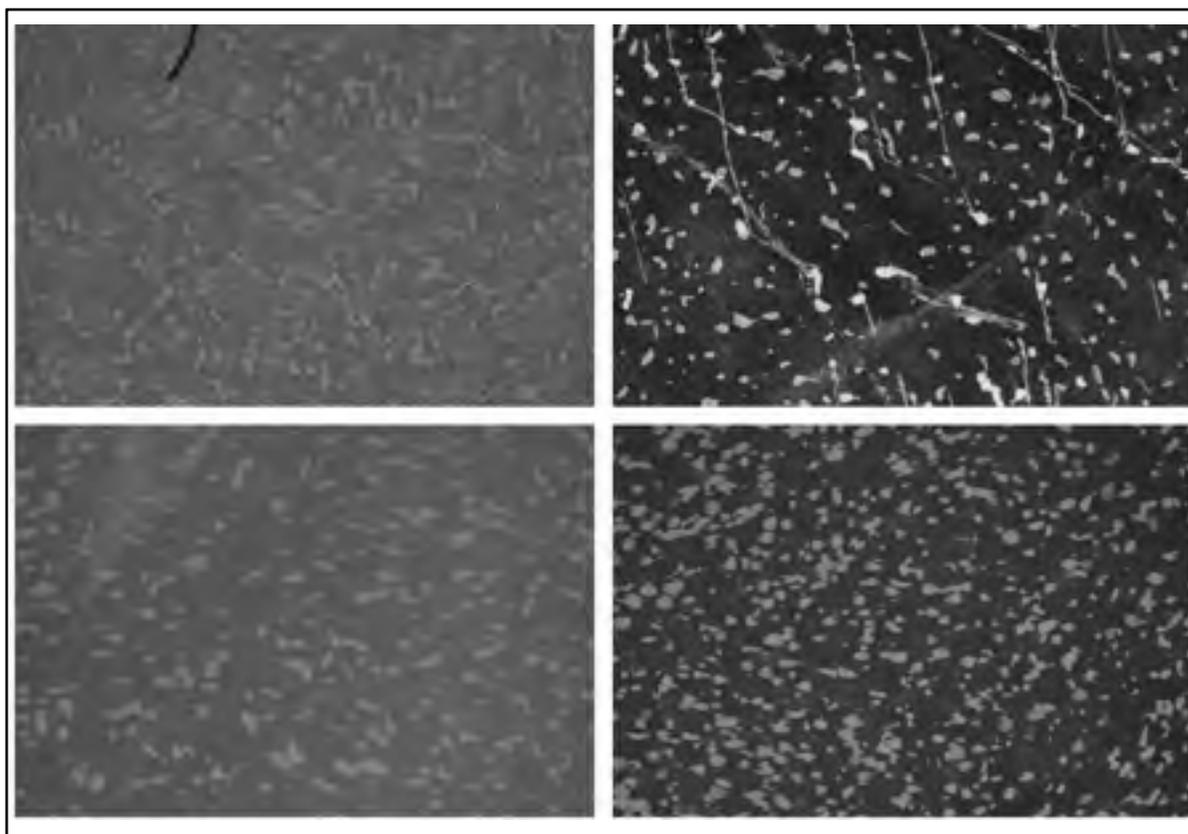


Figure 3.10 Microstructure à  $1015^{\circ}\text{C}$  vitesse  $0,01\text{s}^{-1}$  et déformation de 0, 0,3, 0,6 et 0,9 de gauche à droite et de haut en bas

La figure 3.11 présente la moyenne de la fraction de phase  $\alpha_p$  le long de l'échantillon. C'est à  $\epsilon=0,3$  que la transformation dynamique est la plus présente. En augmentant la déformation, la phase  $\alpha$  augmente. L'effet est inverse par rapport à l'alliage Ti-6Al-4V où l'augmentation de la déformation favorise la formation de phase beta (Guo et al., 2018).

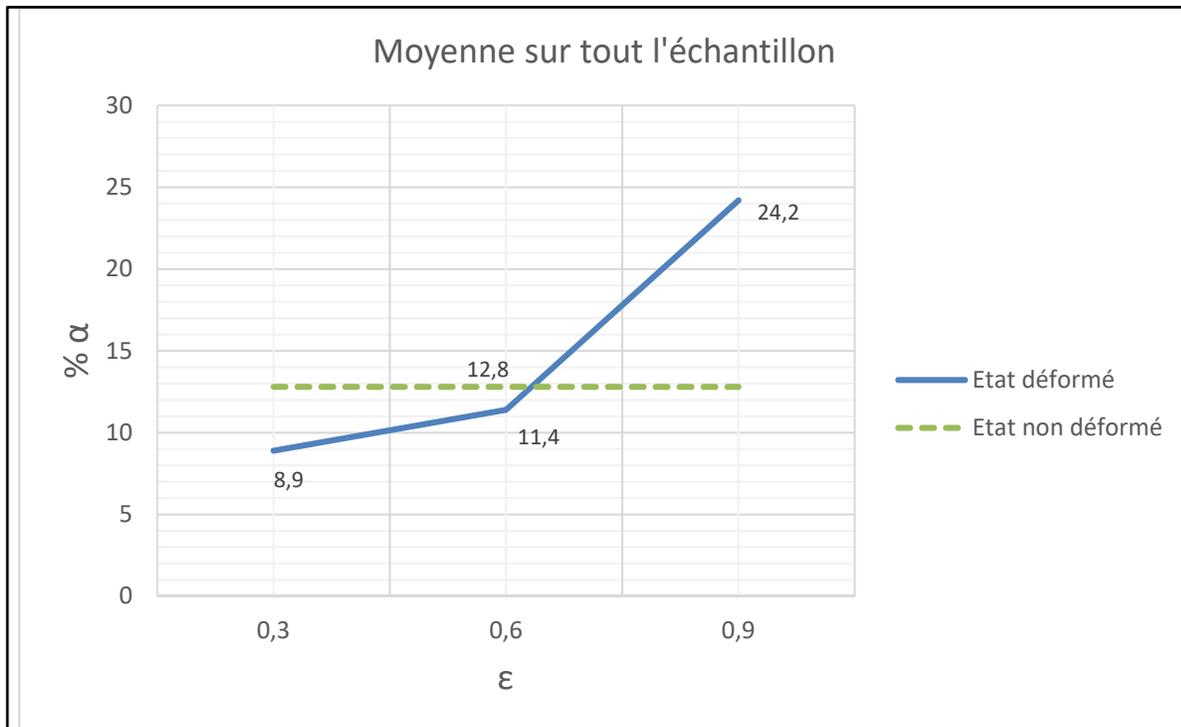


Figure 3.11 Fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction de la déformation à  $T=1015^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon}=0,01\text{s}^{-1}$

La fraction de phase  $\alpha$  est plus élevée aux centres qu'aux bords pour chaque essai d'après la figure 3.12.

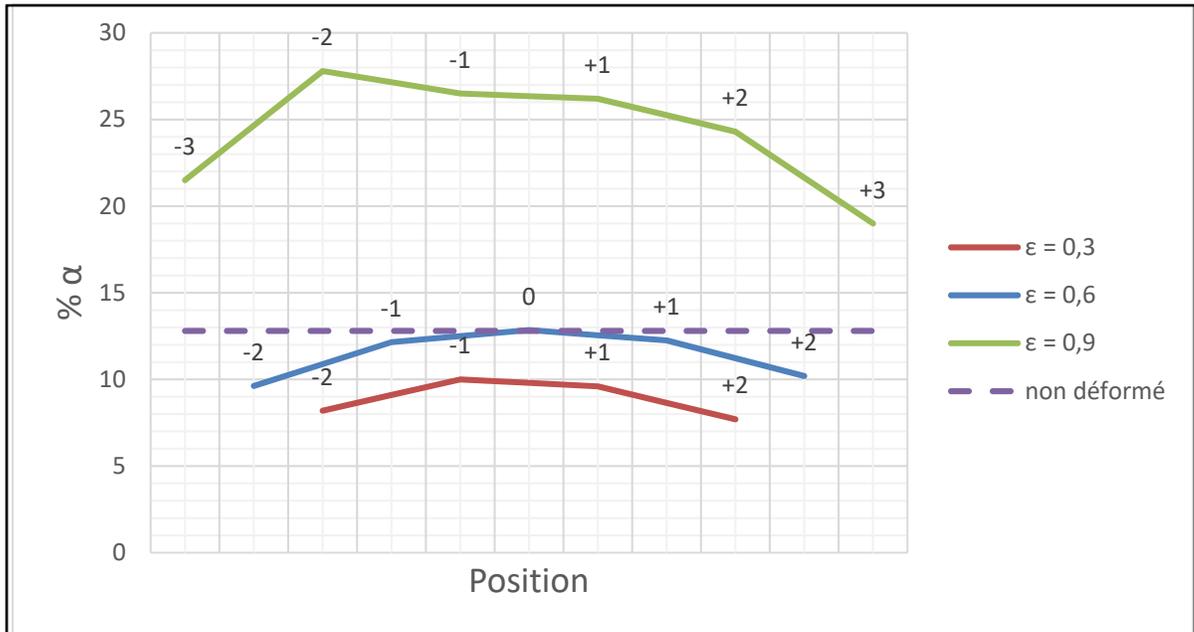


Figure 3.12 Fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction de la position pour différentes déformations à  $T=1015^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon}=0,01\text{s}^{-1}$

### 3.1.4 Influence de la vitesse de déformation

Cette section a pour but d'observer l'influence de la déformation sur la présence de la transformation dynamique. Les essais sont menés à une température de  $1015^\circ\text{C}$  et une déformation de 0,6.

Les courbes de contrainte-déformation pour les essais aux 3 vitesses, sur la figure 3.13, montrent que la contrainte diminue lorsque la vitesse de déformation diminue. Dans ce cas la friction ne semble pas être observable.

À partir de ces courbes la chaleur adiabatique calculée est de  $0^\circ\text{C}$  pour  $\dot{\epsilon}=0,001\text{s}^{-1}$ ,  $1,3^\circ\text{C}$  pour  $\dot{\epsilon}=0,01\text{s}^{-1}$  et  $2,0^\circ\text{C}$  pour  $\dot{\epsilon}=0,1\text{s}^{-1}$ .

La figure 3.14 représente la microstructure au bord pour les essais aux différentes vitesses.

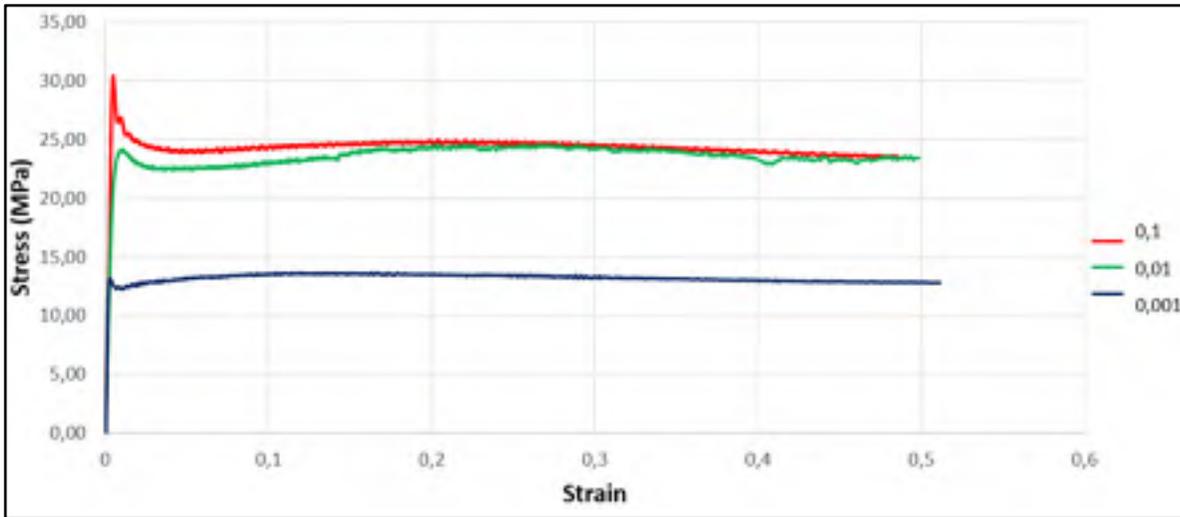


Figure 3.13 Courbes contrainte-déformation pour  $\epsilon=0,6$  et  $T=1015^{\circ}\text{C}$

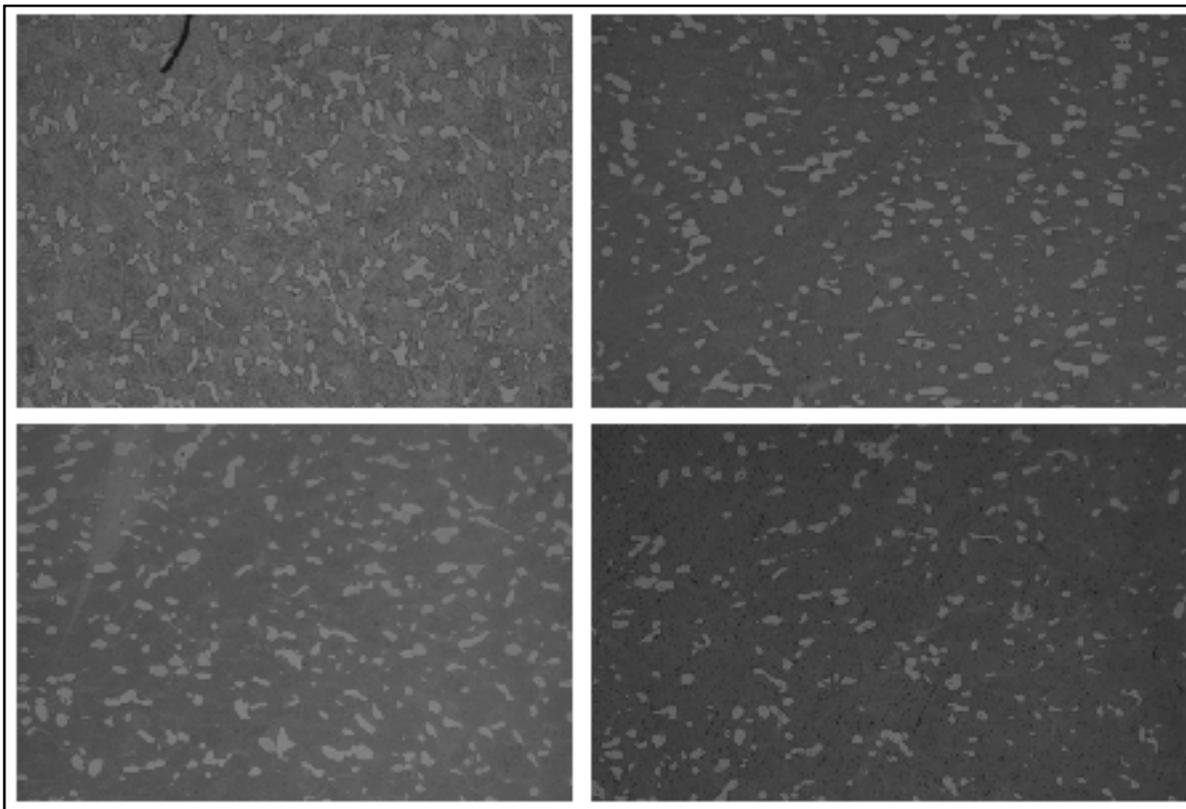


Figure 3.14 Microstructure à  $1015^{\circ}\text{C}$  déformation 0,6 et vitesse de déformation de 0,001, 0,01 et 0,1 de gauche à droite et de haut en bas

À partir de la figure 3.15 on s'aperçoit qu'à  $\dot{\epsilon}=0,001\text{s}^{-1}$  la fraction de phase  $\alpha$  augmente par rapport à l'équilibre. De plus il semble exister une vitesse critique à laquelle la transformation dynamique est maximisée. Toutefois la fraction de phase beta est augmentée aux bords des échantillons pour chaque vitesse expérimentée d'après la figure 3.16.

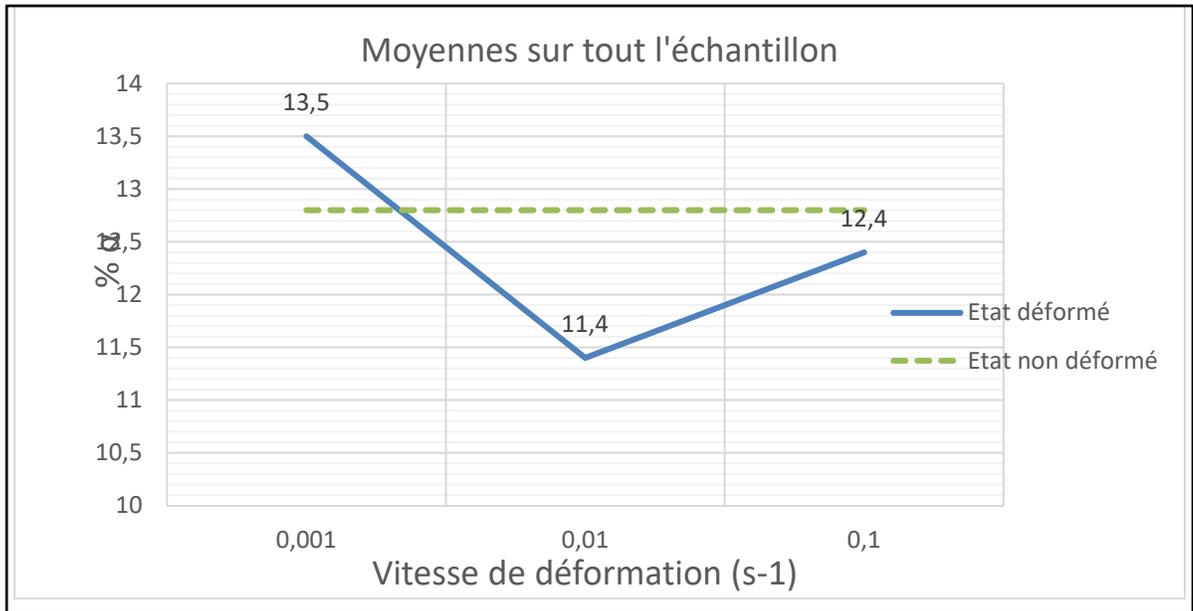


Figure 3.15 Fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction de la déformation à  $T=1015^\circ\text{C}$  et  $\epsilon=0,6$

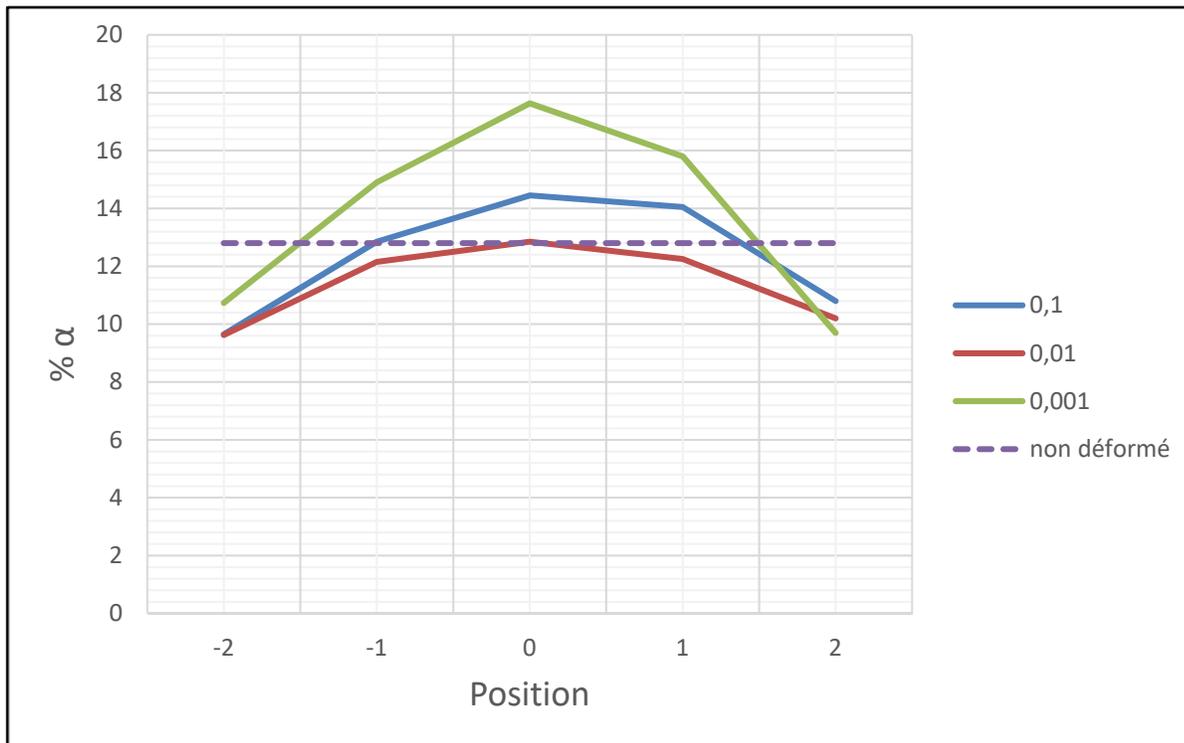


Figure 3.16 Fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction de la position pour différentes vitesses de déformation à  $T=1015^\circ\text{C}$   $\epsilon=0,6$

### 3.1.5 Influence de la taille de grains $\beta$

On souhaite voir si la taille de grains bêta a une influence sur la transformation dynamique. Pour cela on ajoute au cycle thermomécanique un maintien à  $1060^\circ\text{C}$  (domaine monophasé) avant le maintien de 30min à  $1015^\circ\text{C}$  afin d'augmenter la taille des grains  $\beta$ . On observe avec les figures 3.17 et 3.18 une augmentation de la fraction de phase  $\alpha$  transformée lorsque le temps de maintien dans le domaine monophasé augmente. La taille des grains beta n'a pas été mesurée dans cette étude du fait de la difficulté d'observer dans le domaine biphasé. Un travail précédent a montré une augmentation de  $40\mu\text{m}$  à  $350\mu\text{m}$  lors d'un maintien de 15min à  $1060^\circ\text{C}$  (Vo, 2009). Ainsi plus la taille de grains  $\beta$  est grande, plus l'étendue de la transformation dynamique est grande.

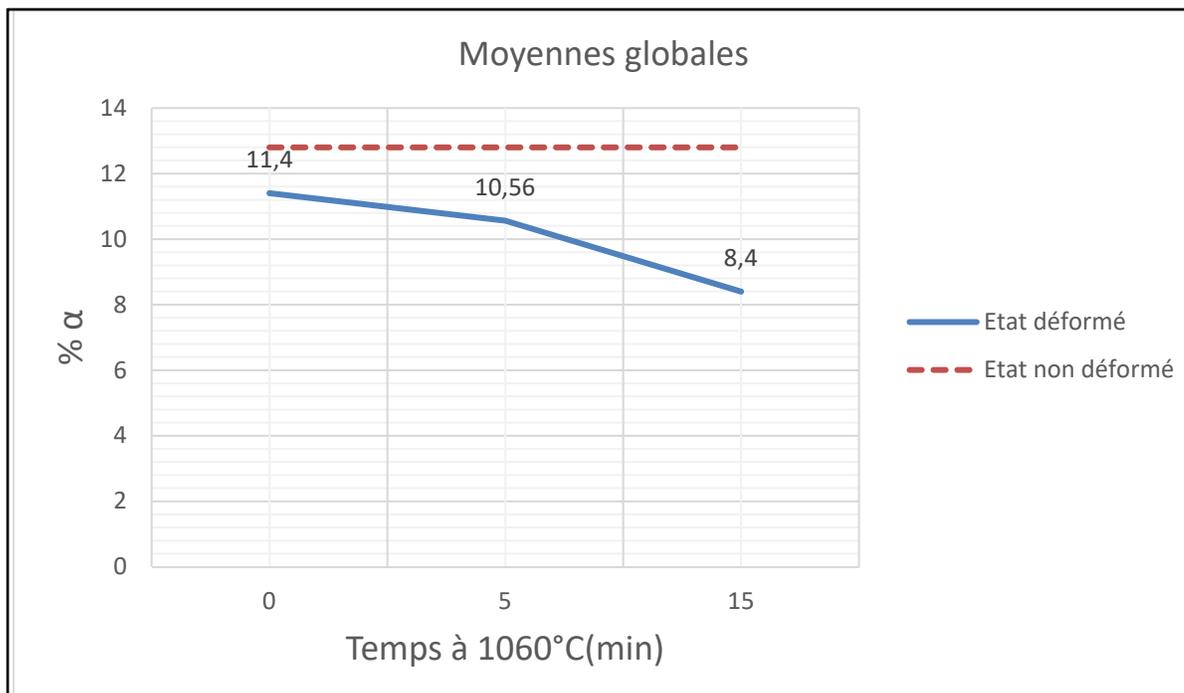


Figure 3.17 Fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction du temps de maintien à 1060°C à  $T=1015^\circ\text{C}$ ,  $\varepsilon=0,6$  et  $\dot{\varepsilon}=0,01\text{s}^{-1}$

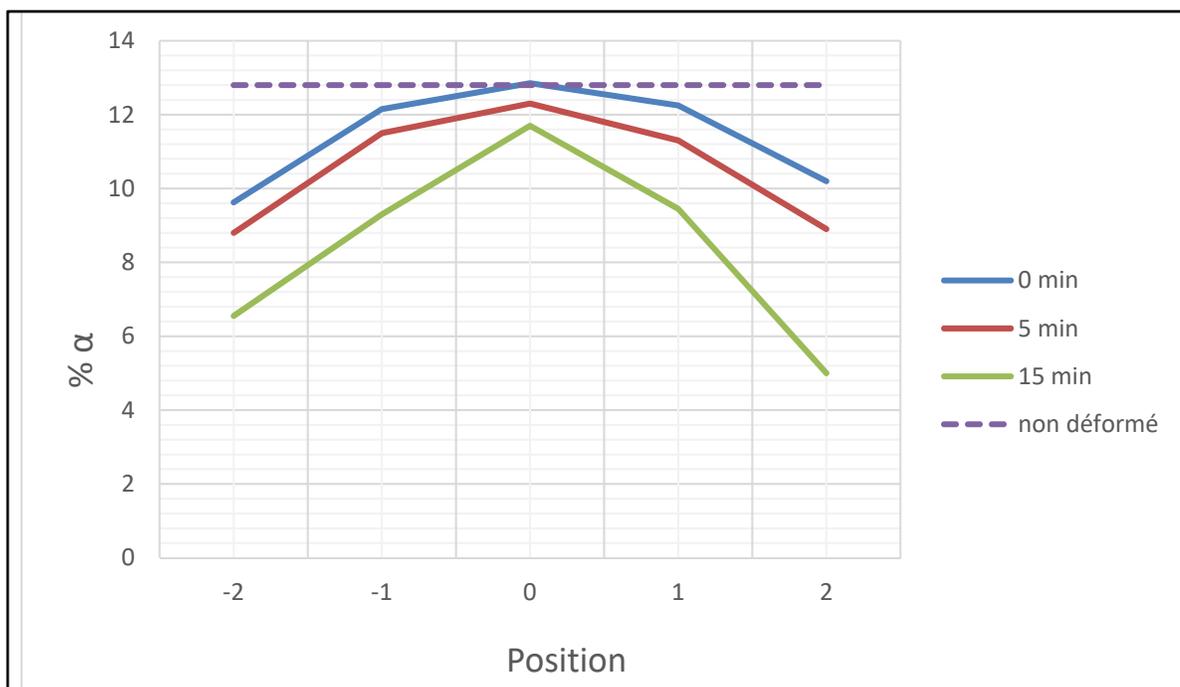


Figure 3.18 Fraction de phase  $\alpha_p$  en fonction de la position pour différents temps de maintien à 1060°C à  $T=1015^\circ\text{C}$ ,  $\varepsilon=0,6$  et  $\dot{\varepsilon}=0,01\text{s}^{-1}$

### 3.2 Conclusion partielle

Cette partie nous a appris que la transformation dynamique est inégale au sein d'un échantillon. Elle est favorisée vers les bords du lingot et augmente lorsque la déformation diminue. De plus le traitement thermomécanique subi par le matériau va influencer son comportement puisque la taille des anciens grains  $\beta$  impacte la fraction de phase  $\alpha$  transformée.

### 3.3 Plan factoriel

#### 3.3.1 Résultats de la microstructure

Le tableau 3.2 récapitule les fractions de phase  $\alpha$  pour chaque essai ainsi que la différence entre l'état déformé et l'état non déformé. Du fait des résultats de la partie précédente, on regarde ici la tendance globale, au bord et au centre. En effet les résultats diffèrent de plus de 5% pour certains essais entre le bord et le centre de l'échantillon.

Tableau 3.2 Fractions de phase  $\alpha_p$

I	D	v	Moyenne 5 positions		Moyenne position 1 et -1		Position 0	
			% phase $\alpha$	%( $\alpha_1 - \alpha_2$ )	% phase $\alpha$	%( $\alpha_1 - \alpha_2$ )	% phase $\alpha$	%( $\alpha_1 - \alpha_2$ )
1015	0,6	0,1	8,88	4,02	8,05	4,85	9,2	3,2
1015	0,6	0,002	15,78	8,98	11,95	1,05	20,8	7,9
1015	0,8	0,1	6,025	6,975	5,55	6,85	6,6	5,8
1015	0,8	0,002	7,75	4,55	6,75	5,55	9,2	3,1
1030	0,6	0,1	4,7	0,4	4,25	0,85	5,8	0,7
1030	0,6	0,002	7,02	-2,82	5,45	-0,35	11,1	-5
1030	0,8	0,1	6,625	4,175	6,5	1,6	6,6	1,3
1030	0,8	0,002	4,7	0,1	4	1,1	5,1	-0,3

#### 3.3.2 Interactions entre facteurs

Cette partie poursuit deux objectifs. Elle permet de connaître l'effet des facteurs et de leurs interactions sur la transformation dynamique. De plus elle permet d'éliminer des termes pour la régression de la partie suivante. En effet il y a 9 essais pour 8 constantes ce qui ne laisse pas de valeur pour le calcul des résidus.

Pour le comportement global, décrit sur les figures 3.19 et 3.20, on s'aperçoit que la température a le rôle le plus important. Pour les interactions, on sait si le terme est pertinent

lorsque les droites ne sont pas parallèles. Le terme croisé de la vitesse avec la déformation est le seul pertinent.

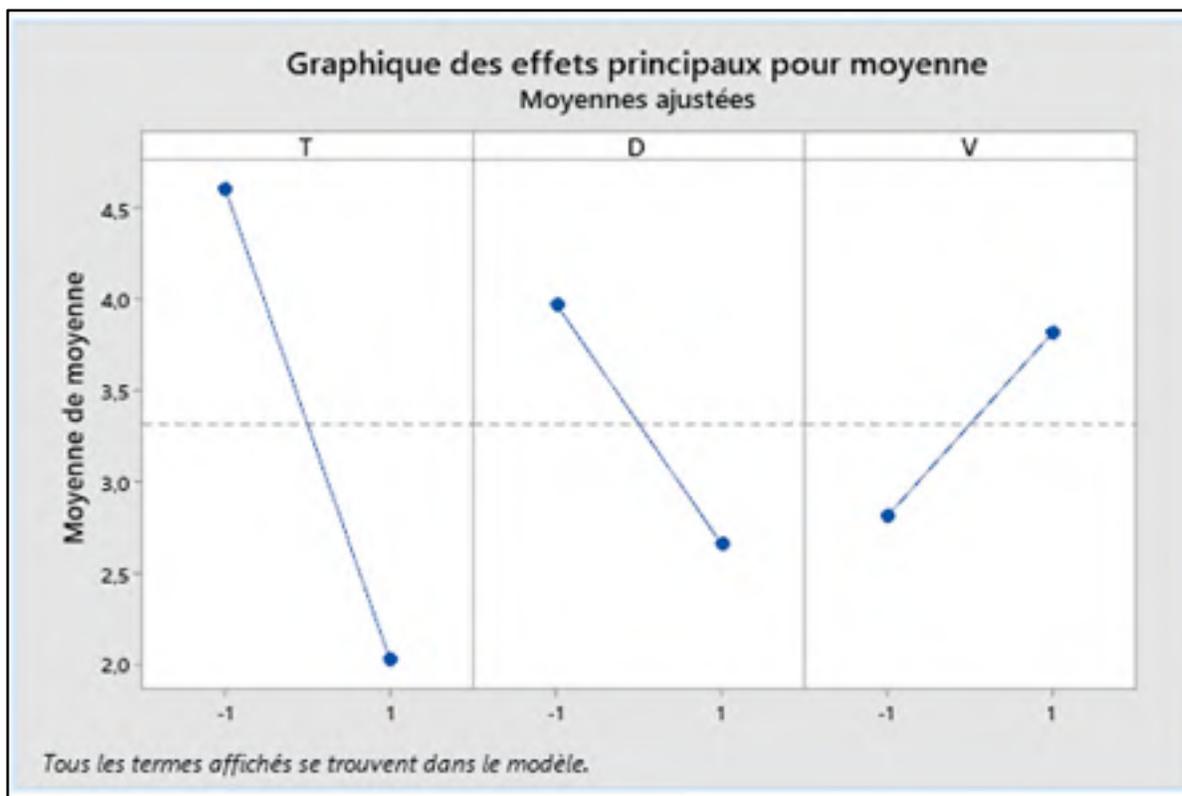


Figure 3.19 Effet des paramètres pour les moyennes sur tout l'échantillon

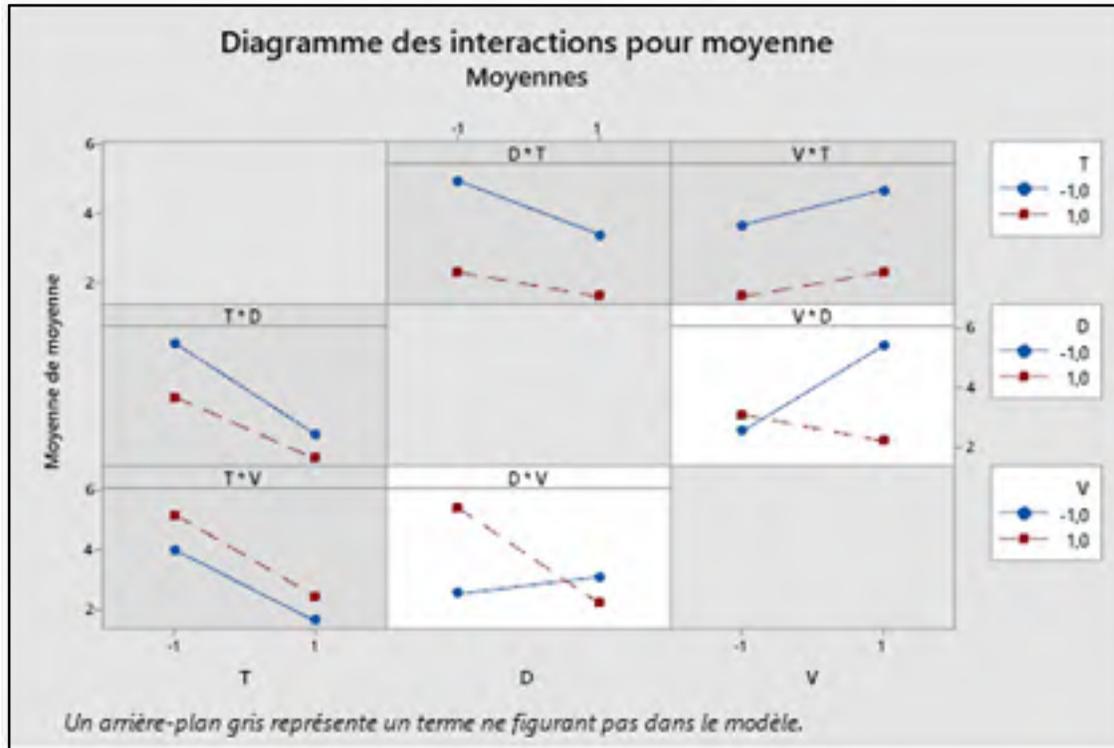


Figure 3.20 Interactions pour les moyennes sur tout l'échantillon

Pour le comportement au bord, décrit sur les figures 3.21 et 3.22, on s'aperçoit que les 3 facteurs ont un rôle important, avec la déformation et la vitesse qui ont des impacts plus grands que si l'on regarde l'ensemble de l'échantillon. Pour les interactions, toutes les droites sont parallèles donc les interactions entre les facteurs ne semblent pas jouer un rôle.

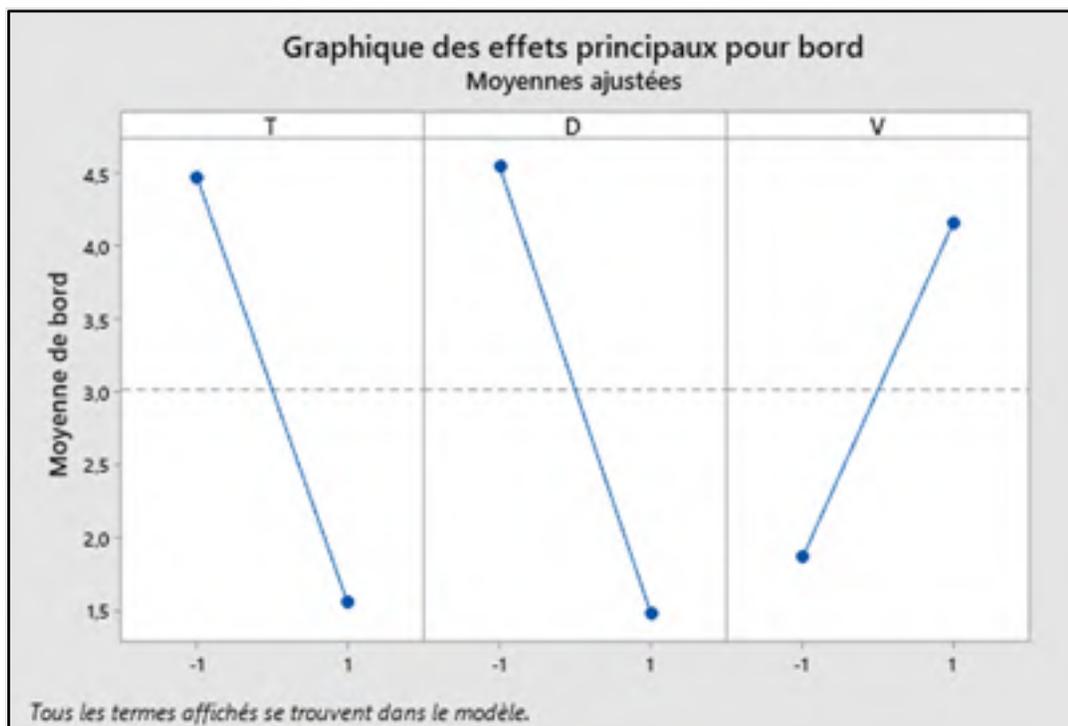


Figure 3.21 Effet des paramètres pour les moyennes proche de la surface

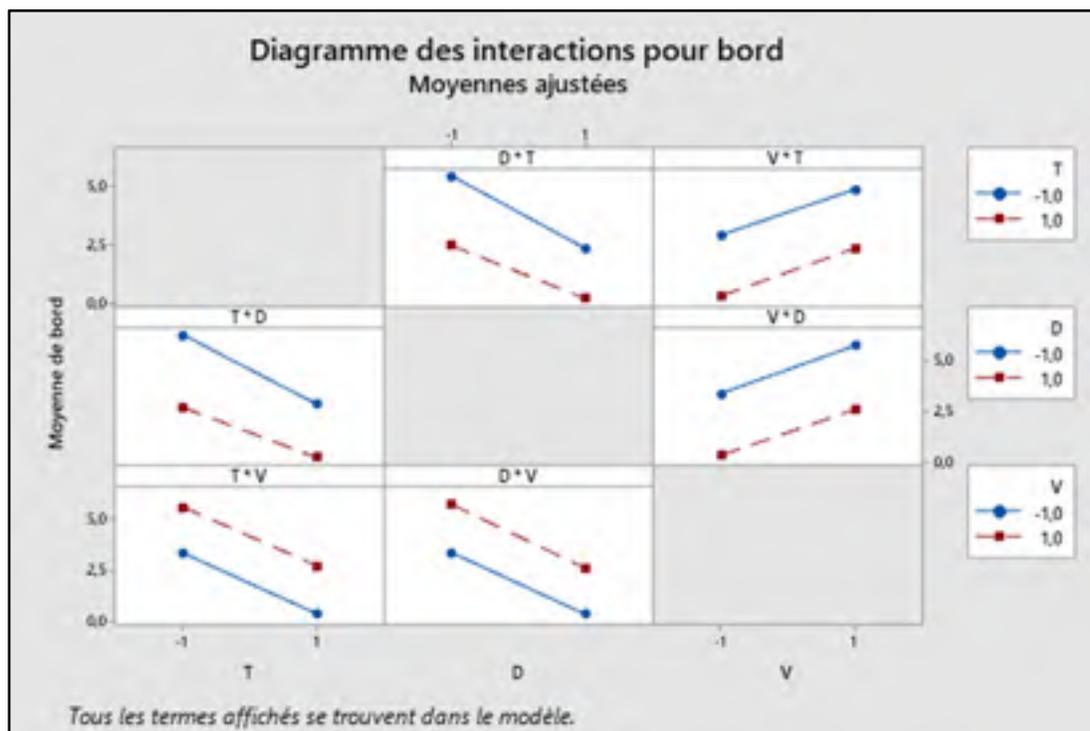


Figure 3.22 Interactions pour les moyennes proche de la surface

Pour le comportement au centre, décrit sur les figures 3.23 et 3.24, on s'aperçoit que la température n'a quasiment pas d'effet significatif. Ceci est cohérent avec le fait qu'au cœur c'est la déformation qui va dominer lors de la compression. Le taux de déformation est plus que doublé comparé aux bords (Liu et al., 2012). Pour les interactions, Il ne semble pas d'y avoir d'interactions majeures.

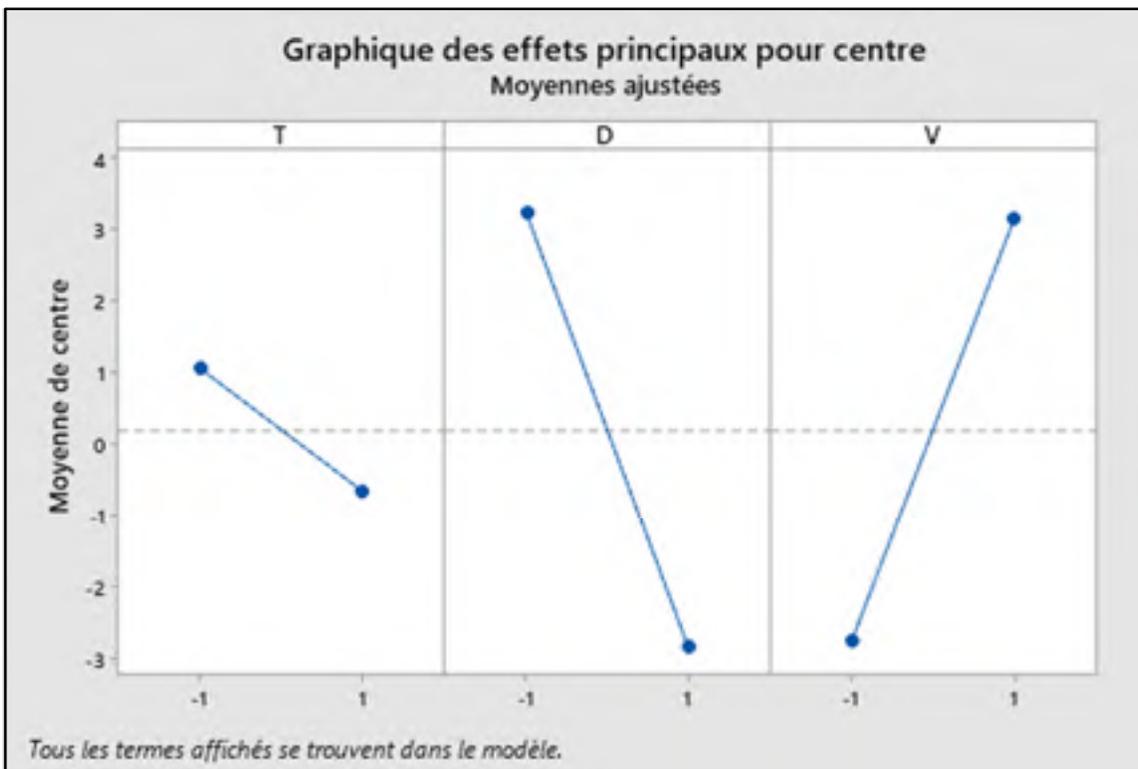


Figure 3.23 Effet des paramètres au centre

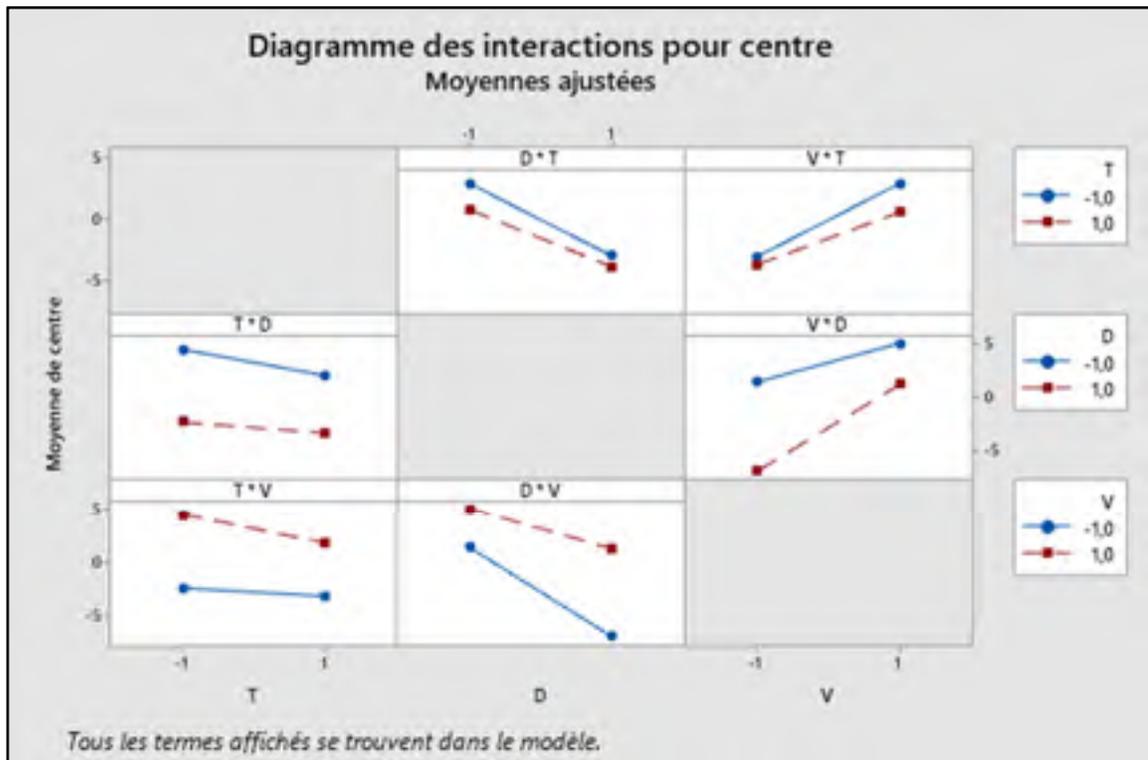


Figure 3.24 Interactions au centre

### 3.3.3 Régressions

#### Cas de la moyenne

Les figures 3.25 et 3.26 rapporte le diagramme de Pareto ainsi que les diagrammes des valeurs résiduelles. Comme prédit dans la section précédente le terme de la température et le terme croisé entre la vitesse et la déformation ont le plus de poids. Les termes non pertinents sont conservés pour ne pas obtenir un coefficient d'ajustement inférieur à 85%.

L'équation de régression est :

$$\% \alpha = 3,315 - 1,291T - 0,660\varepsilon + 0,0503\dot{\varepsilon} - 0,948\varepsilon\dot{\varepsilon} - 0,676T\varepsilon\dot{\varepsilon} \quad (3.1)$$

Le coefficient d'ajustement est de 98,19%. Le terme de la vitesse de déformation est beaucoup plus petit que celui de la déformation. La vitesse de déformation a donc un impact plus faible que la déformation, ce phénomène est similaire chez les aciers et le Ti-6Al-4V.

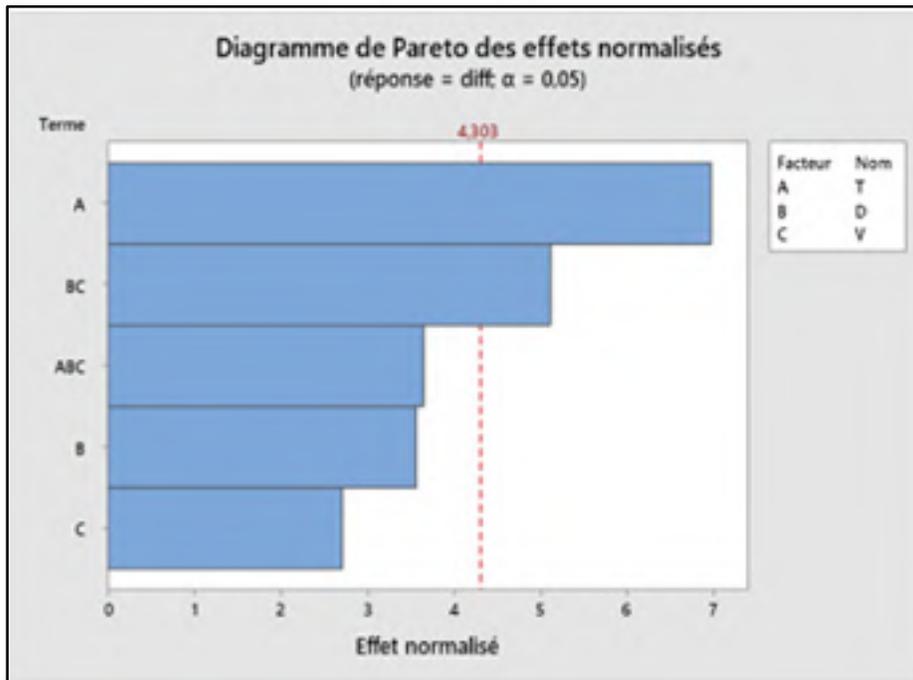


Figure 3.25 Diagramme de Pareto pour la moyenne globale

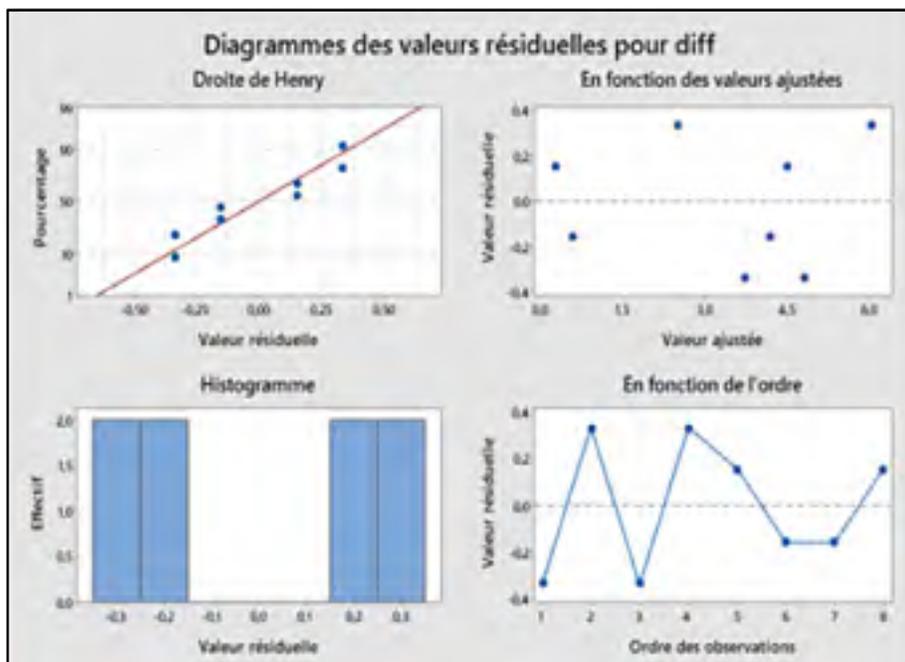


Figure 3.26 Diagrammes des valeurs résiduelles pour la régression sur la moyenne globale

### Cas au bord

Les figures 3.27 et 3.28 rapporte le diagramme de Pareto ainsi que les diagrammes des valeurs résiduelles. Ici les termes simples ont le plus de poids avec des coefficients proches.

L'équation de régression est :

$$\% \alpha = 3,013 - 1,463T - 1,537\varepsilon + 1,150\dot{\varepsilon} - 0,550T\varepsilon\dot{\varepsilon} \quad (3.2)$$

Le coefficient d'ajustement est de 99,07%.

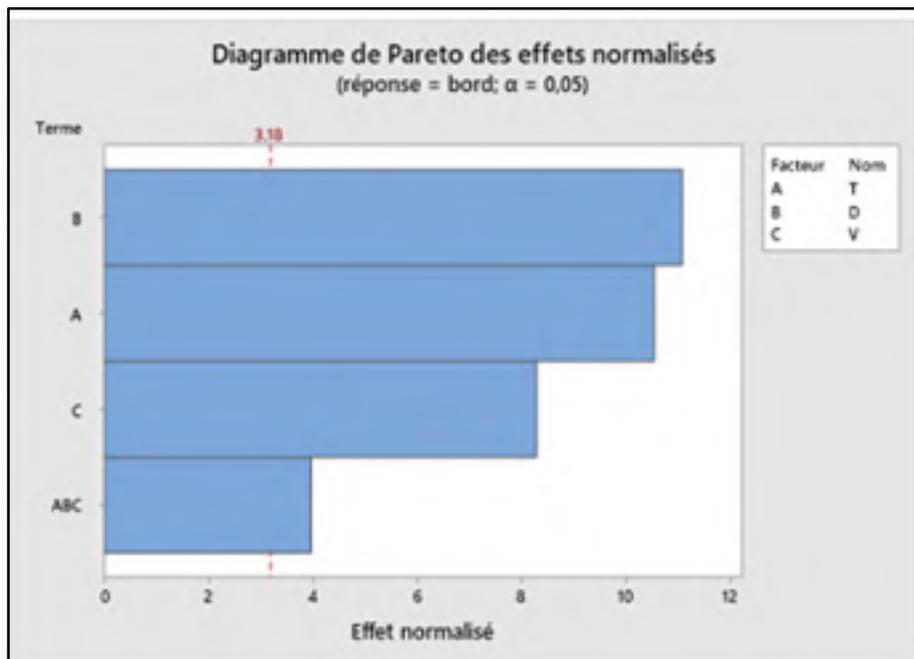


Figure 3.27 Diagramme de Pareto pour la moyenne au bord

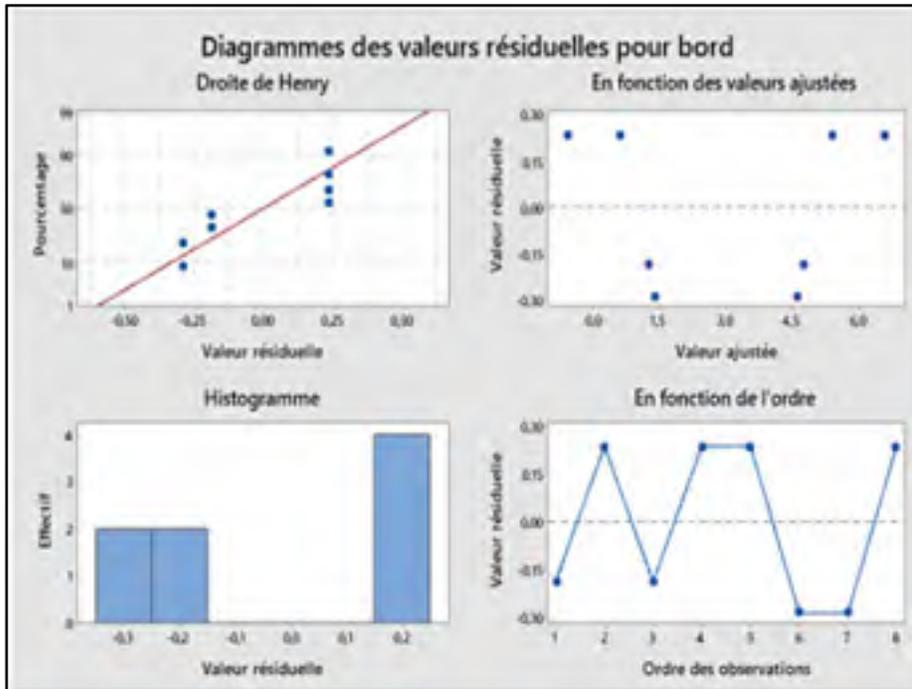


Figure 3.28 Diagrammes des valeurs résiduelles pour la régression sur la moyenne au bord

### Cas au centre

Les figures 3.29 et 3.30 rapporte le diagramme de Pareto ainsi que les diagrammes des valeurs résiduelles. C'est la déformation et la vitesse de déformation qui ont un rôle prédominant au cœur de l'échantillon. Lors de compression c'est au centre que se trouvent les plus grandes déformations. Les termes non pertinents sont conservés pour ne pas obtenir un coefficient d'ajustement inférieur à 85%.

L'équation de régression est :

$$\% \alpha = 0,187 - 0,863T - 3,038\varepsilon + 2,962\dot{\varepsilon} + 1,138\varepsilon\dot{\varepsilon} - 0,962T\varepsilon\dot{\varepsilon} \quad (3.3)$$

Le coefficient d'ajustement est de 98,27%. Les termes de la déformation et de la vitesse de déformation sont plus importants pour l'équation liée au centre par rapport à celle pour la moyenne. En effet la déformation la plus élevée se retrouve au cœur de l'échantillon

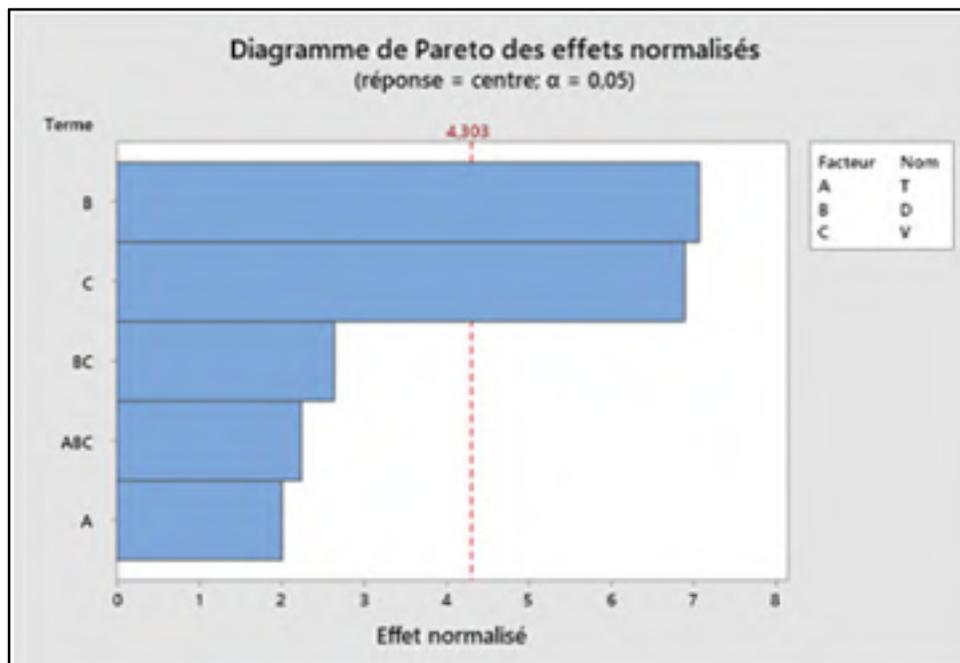


Figure 3.29 Diagramme de Pareto pour le centre

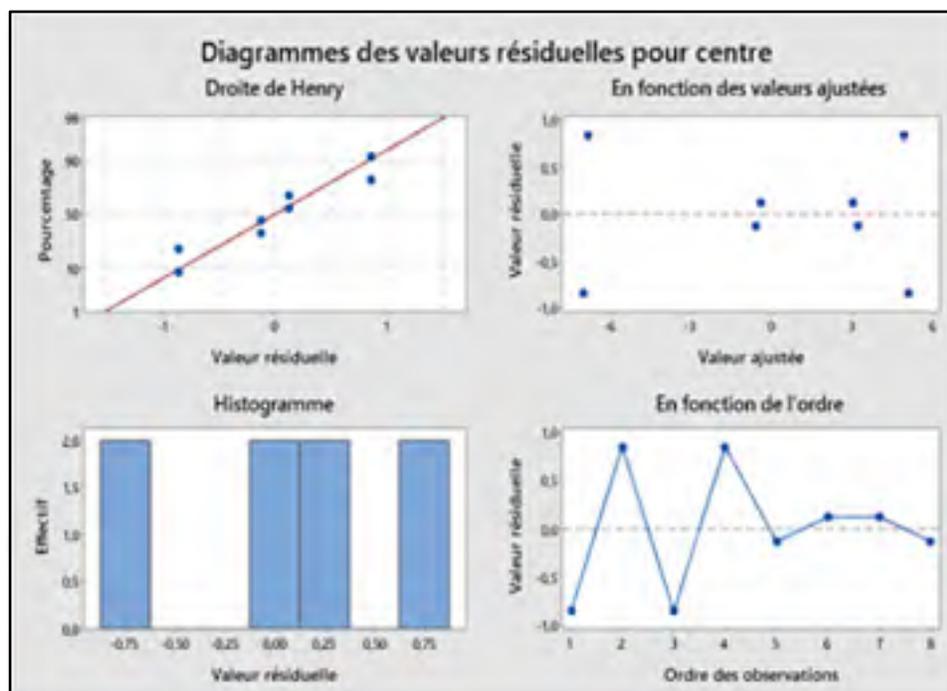


Figure 3.30 Diagrammes des valeurs résiduelles pour la régression sur le centre

Ici il n'y a pas de point central mais le tableau 3.3 compare la proportion de phase alpha transformée déterminée par l'expérience et les équations pour un essai à 1015°C avec une déformation de 0.6 et une vitesse de déformation de  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ . Les équations surestiment le taux de phase transformée.

Tableau 3.3 Comparaison du taux de transformation dynamique

	Moyenne	Au centre	Au bord
expérimentale	1,4%	0%	3,2%
statistique	3,6%	3%	4,6%

La différence de comportement entre le centre et le bord de l'échantillon peut s'expliquer par la présence de la recristallisation dynamique. Cette dernière entraîne un blocage des sites de nucléation de la phase beta par la recristallisation des grains de phase alpha primaire (Vo, 2009). La fraction de phase recristallisée est plus importante au cœur que sur les bords et lorsque la vitesse de déformation augmente la recristallisation diminue sur les bords de l'échantillon (Lv et al., 2018). La transformation dynamique est alors ralentie au centre de l'échantillon par rapport aux bords.

De plus la transformation dynamique se réalise lors de la déformation avec une part de contrainte de cisaillement (Ghosh et al, 2016). Les grains avec une orientation favorable sont alors activés énergétiquement pour la transformation dynamique. La compression uniaxiale amène un grand nombre de grains avec une misorientation élevée sur les bords de l'échantillon (Liu et al., 2012) ce qui augmente les chances de présence de transformation dynamique aux bords de l'échantillon déformé.

### 3.4 Conclusion partielle

Dans cette partie l'étude statistique pointe des comportements différents au sein de l'échantillon. Les paramètres observés n'ont pas les mêmes effets au bord (T) qu'au centre ( $\epsilon$  et  $\dot{\epsilon}$ ). Des pistes d'explication de l'hétérogénéité dans l'échantillon sont donc émises grâce aux résultats statistiques. De plus les équations déterminées surestiment la proportion de phase

transformée lorsque que l'expérience est comparée avec elles. Un plan factoriel à 2 niveaux ne semble pas être suffisant pour déterminer avec précision la transformation dynamique. L'utilisation d'un plan factoriel à 3 niveaux avec un point central serait donc un travail futur pour améliorer ces équations.



## CONCLUSION

Cette étude a permis de mettre en exergue la différence de comportement de la transformation dynamique au sein d'un alliage de titane IMI 834. L'influence des paramètres usuels en industrie a été observée : Les températures 1015°C et 1030°C ont été favorables à l'observation de la diminution de la phase alpha ; l'augmentation de la déformation ne favorise pas l'apparition de la transformation dynamique à l'inverse du comportement des aciers ou du Ti-6Al-4V ; l'augmentation de la vitesse de déformation semble favorisait le changement de phase avec toutefois l'existence d'une vitesse critique. Dans les cas favorables, 2% à 4% de transformation dynamique sont observés.

Une méthode originale a été mise en place afin d'observer et quantifier l'effet de la transformation dynamique sur un échantillon lors de compression. L'observation de la microstructure le long de la tranche du matériau déformé a montré que la fraction de phase diminue aux bords des échantillons tandis qu'elle est favorisée au cœur. Ce phénomène n'a pas été observé dans les études précédentes disponibles dans la littérature.

Un plan factoriel a permis de connaître par les statistiques les effets et les interactions entre les paramètres. La recristallisation dynamique semble être un phénomène en compétition avec la transformation dynamique au cœur de l'échantillon. L'orientation des grains semble également favorisée la transformation dynamique vers les bords de l'échantillon. Cet effet n'a pas été quantifié dans ce travail.

Un modèle statistique a été produit afin de pouvoir prédire la proportion de phase alpha lors de la déformation. Un plan factoriel à deux niveaux ne semble pas suffire pour décrire au mieux l'évolution des fractions de phase dans la microstructure car les équations déterminées surestiment de quelques pourcents le taux de transformation dynamique. Il serait alors intéressant de produire un plan d'expérience à trois niveaux afin d'améliorer les données statistiques.



## RECOMMANDATIONS

Les calculs thermodynamiques n'ont pas été menés dans ce travail pour lier l'évolution de la microstructure aux paramètres thermodynamiques. Connaître les niveaux d'énergie ainsi que les valeurs critiques d'activation de la transformation dynamique est une piste d'étude future.

L'influence de la taille de grains bêta sur la transformation dynamique a été observée. Toutefois il reste à observer et à mesurer la taille des grains beta, que ce soit avant ou pendant la déformation.

Chez les aciers le pourcentage de carbone ralentit la transformation dynamique lorsqu'il augmente. Il serait intéressant de trouver quelle est l'influence des éléments présents dans l'IMI 834.

Les essais réalisés sont des essais de compression uniaxiale et le frottement aux mors est présent. Une étude de ce dernier permet de connaître les différents coefficients de frottements et l'impact sur le matériau.



## ANNEXE I

### CALCUL DE LA FRACTION DE PHASE SANS DEFORMATION

Pour chaque température (1000°C, 1015°C, 1030°C) 2 essais sont réalisés selon la partie 2.2. Après la préparation métallurgique, 3 photos de la microstructure sont tirées au niveau du centre de l'échantillon afin d'avoir au complet la zone d'observation comme décrit dans la figure A :

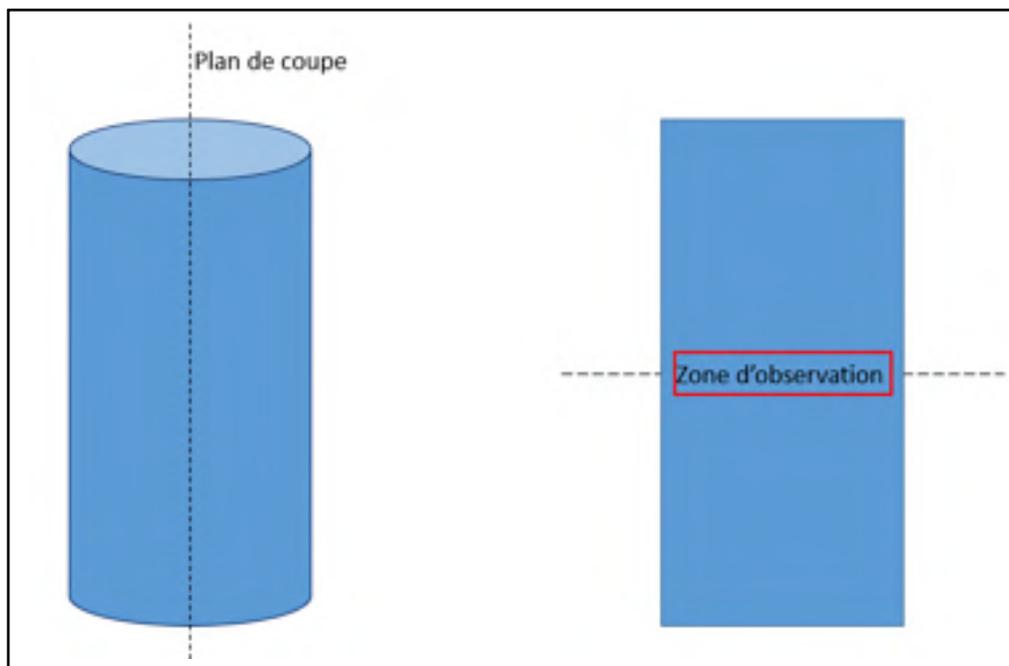
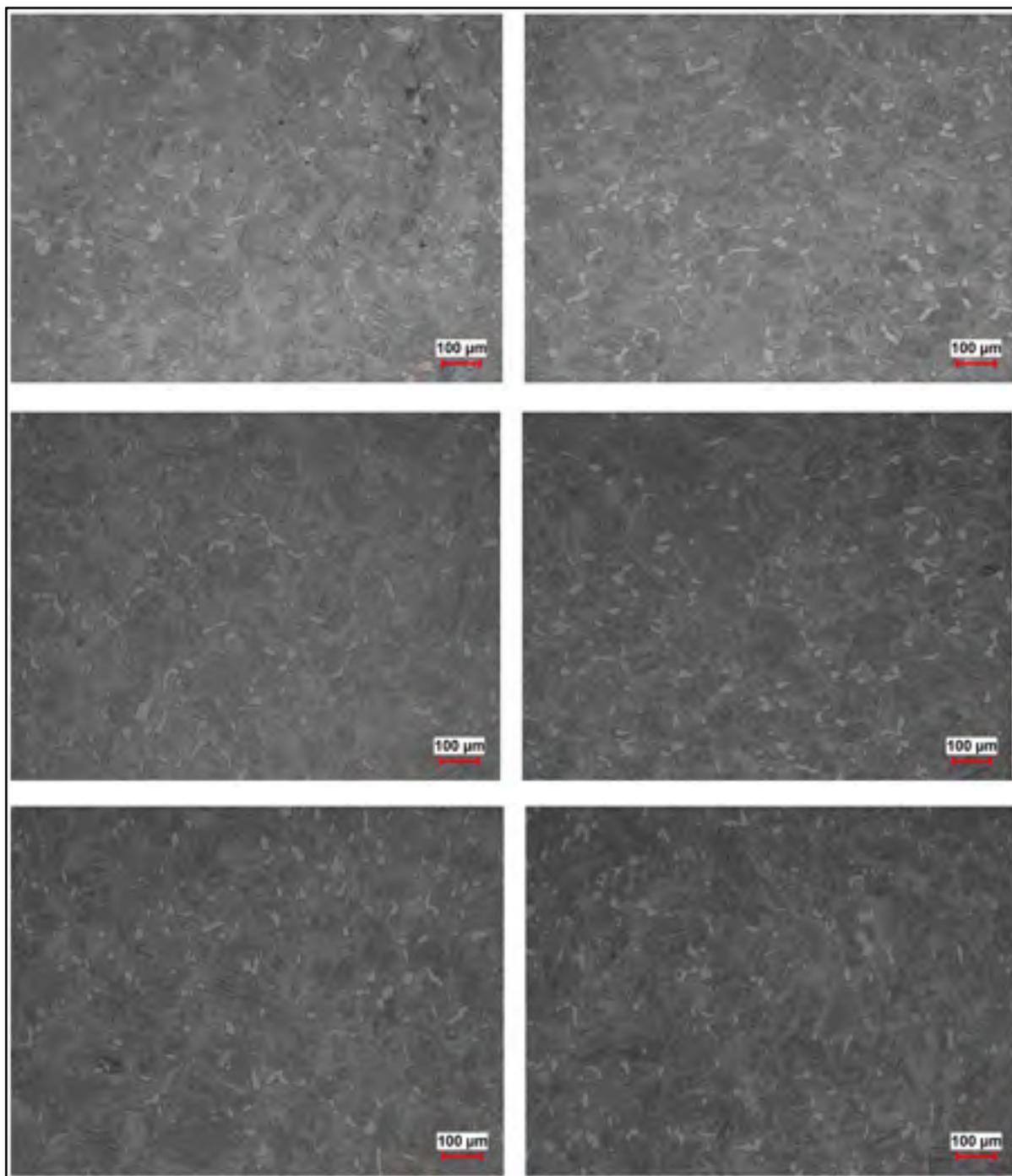


Figure A Schéma de coupe des échantillons

On a ainsi 6 images qui sont traitées par ImageJ en coloration binaire pour calculer le pourcentage de phase alpha primaire, la figure B présente les microstructures à 1030°C :



.Figure B microstructures non déformées pour l'essai 1 (gauche) et l'essai 2 (droite)

Le tableau A récapitule les différentes valeurs.

Tableau A Pourcentages de la phase  $\alpha_p$   
à différentes températures

1000°C	1015°C	1030°C
15,6	11,9	4,8
16,9	11,8	5,2
16,7	12,3	4,1
15,5	12,9	5,7
16,4	13,6	5,5
18,3	14,4	5,5

Les moyennes sont utilisées dans tout le travail comme base de comparaison avec l'état déformé.

Tableau B Moyennes de la phase  $\alpha_p$   
à différentes températures

1000°C	1015°C	1030°C
16,6 %	12,8 %	5,1 %



## BIBLIOGRAPHIE

- Bania, P.J., (1994). Beta titanium alloys and their role in the titanium industry. *JOM*, 46(7), 16-19. doi: 10.1007/BF03220742
- Boyer, R., Welsch, G. & Collings, E.W. (1994). *Materials Properties Handbook - Titanium Alloys*. [Version Knovel]. Repéré à <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpMPHTA002/materials-properties/materials-properties>
- Boyer, R.R., (1994). Aerospace applications of beta titanium alloys. *JOM*, 46(7), 20-23. doi: 10.1007/BF03220743
- Brun, M., Anoshkin, N. & Shakhanova, G. (1998). Physical processes and regimes of thermomechanical processing controlling development of regulated structure in the  $\alpha$  +  $\beta$  titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, 243, 77-81. doi: 10.1016/S0921-5093(97)00781-8
- Burgers, W.G., (1934). On the process of transition cubic body centered modification into the hexagonal close packed modification of zirconium. *Physica*, 1, 561-586. doi: 10.1016/S0031-8914(34)80244-3
- Combres, Y., (1999). *Mise en forme des alliages de titane*. Traité Mise en forme des métaux et fonderie, Techniques de l'ingénieur numéro M3160
- Combres, Y., (2013). *Traitements thermiques des alliages de titane*. Traité Traitements des métaux, Techniques de l'ingénieur numéro M1335
- Combres, Y., (2016). *Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages*. Traité Élaboration et recyclage des métaux de transition, Techniques de l'ingénieur numéro M2355
- Cotton, J.D., Briggs, R.D., Boyer, R.R., Tamirisakandala, S., Russo, P., Shchetnikov, N. & Fanning, J.C., (2015). State of the art in beta titanium alloys for airframe applications. *JOM*, 67(6). doi: 10.1007/s11837-015-1442-4
- Da Costa Teixeira, J., Appolaire, B., Aeby-Gautier, E., Denis, S., Cailletaud, G. & Spath, N., (2007). Transformation kinetics and microstructures of Ti17 titanium alloy during continuous cooling. *Materials Science & Engineering*, 448(1-2), 135-145. doi: 10.1016/j.msea.2006.10.024
- Donachie, M., (2000). *Titanium a technical guide*. [Version Knovel]. Repéré à <<http://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpTATGE013>>

- Fall, A., (2015). *Etude de la rhéologie à chaud et des évolutions microstructurales de l'alliage Ti-5553*. (Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne, France)
- Germain, L. (2005). *Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture des billettes d'IMI 834*. (Thèse de doctorat, Université de Metz, Metz, France). Repéré à <http://theses.fr/2005METZ018S>
- Germain, L., Gey, N., Humbert, M., Bocher P. & Jahazi, M. (2005). Analysis of sharp microtexture heterogeneities in a bimodal IMI 834 billet. *Acta Materialia*, 53, 3535–3543. doi: 10.1016/j.actamat.2005.03.043
- Ghosh, C., Aranas Jr., C. & Jonas, J. J. (2016). Dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae3. *Progress in Materials Science*, 82, 151–233
- Goetz, R. L. & Semiatin, S. L. (2001). The adiabatic correction factor for deformation heating during the uniaxial compression test. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 10(6), 710-717. doi: 10.1361/105994901770344593
- Guo, B., Semiatin, S.L., Jonas, J.J. & Yue, S., (2018). Dynamic transformation of Ti-6Al-4V during torsion in the two-phase region. *Journal of Materials Science*, 53(12). doi: 10.1007/s10853-018-2237-0
- Humbert, M., Germain, L., Gey, N., Bocher, P. & M. Jahazi, M. (2006). Study of the variant selection in sharp textured regions of bimodal IMI 834 billet. *Materials Science and Engineering A*, 430, 157–164
- Humphreys, F.J. & Hatherly, M., (2004). *Recrystallization and related annealing phenomena* (2<sup>e</sup> éd.). Pergamon
- Inkson, B. J. (2016). Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization. Dans G. Hübschen, I. Altpeter, R. Tschuncky & H.-G. Herrmann (Eds), *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods* (pp 17-43). doi: 10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X
- Jonas, J.J., Aranas Jr., C., Fall. A. & Jahazi, M., (2016). Transformation softening in three titanium alloys. *Materials and Design*, 113, 305-310
- Jonas, J.J. & Ghosh, C., (2013). Role of mechanical activation in the dynamic transformation of austenite. *Acta Materialia*, 61. 6125-6131. doi: 10.1016/j.actamat.2013.06.054
- Jones, N.G., Dashwood, R.J., Dye, D., Jackson, M., (2009). The flow behavior and microstructural evolution of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr during subtransus isothermal

- forging. *Metallurgical and Materials Transactions*, 40(8), 1944-1954. doi: 10.1007/s11661-009-9866-5
- Kitashima, T. & Yamabe-Mitarai, Y., (2016). Development and material properties of titanium alloys for aeroengine and airframe applications. *Materia Japan*, 55(8), 370-376. doi: 10.2320/material.55.370
- Koike, J., Shimoyama, Y., Ohnuma, I., Okamura, T., Kainuma, R., Ishida, K. & Maruyama, K., (2000). Stress-induced phase transformation during superplastic deformation in two-phase Ti-Al-Fe alloy. *Acta Materiala*, 48. 2059-2069. doi: 10.1016/S1359-6454(00)00049-5
- Lin, Y. C., Huang, J., He, D.-G., Zhang, X.-Y., Wu, Q., Wang, L.-H., ..., Zhou, K.C. (2019). Phase transformation and dynamic recrystallization behaviors in a Ti55511 titanium alloy during hot compression. *Journal of Alloys and Compounds*, 795, 471-482. doi: 10.1016/j.jallcom.2019.04.319
- Liu, B., Matsumoto, H., Li, Y. P., Koizumi, Y., Liu, Y. & Chiba, A. (2012). Dynamic Phase Transformation during Hot-Forging Process of a Powder Metallurgy  $\alpha+\beta$  Titanium Alloy. *Materials Transactions*, 53(5), 1007-1010. doi: 10.2320/matertrans.M2012042
- Lütjering, G. & Williams, J.C., (2007). *Titanium* (2<sup>e</sup> éd.). Springer
- Matsumara, Y. & Yada, H. (1987). Evolution of ultrafine grained ferrite in hot successive deformation. *Transactions ISIJ*, 27, 492-498. doi: 10.2355/isijinternational1966.27.492
- Lv, Y.-P., Li, S.-J., Zhang, X.-Y., Li, Z.-Y. & Zhou, K.-C. (2018). Modeling and finite element analysis for the dynamic recrystallization behavior of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr near  $\beta$  titanium alloy during hot deformation. *High temperature materials and processes*, 37(5), 445-454. doi: 10.1515/htmp-2016-0238
- Montheillet, F., (2017). *Métallurgie en mise en forme à chaud*. Traité Mise en forme des métaux et fonderie, Techniques de l'ingénieur numéro M3031
- Neal, D. F. (1998). *Proceedings of the VI International Conference on Titanium*, France.
- Nyakana, S.L., Fanning, J.C. & Boyer, R.R., (2005). Quick reference guide for  $\beta$  titanium alloys in the 00s. *Journal of materials engineering and performance*, 14(6), 799-811. doi: 10.1361/105994905X75646
- Paris, A. (2015). *Etude des transformations de phase dans les alliages base TiAl faiblement alliés en Silicium*. (Thèse de doctorat, Université de Lorraine, Nancy & Metz, France). Repéré à <http://www.theses.fr/2015LORR0340>

- Semiatin, S.L., Guo, B. & Liang, J., (2017). Energy barriers and driving forces associated with the dynamic transformation of Ti-6Al-4V
- Shibata, A., Takeda, Y., Park, N., Zhao, L., Harjo, S., Kawasaki, T., ..., Tsuji, N. (2019). Nature of dynamic ferrite transformation revealed by in-situ neutron diffraction analysis during thermomechanical processing. *Scripta Materiala*, 165, 44-49. doi: 10.1016/j.scriptamat.2019.02.017
- Sun, X., Luo, H., Dong, H., Liu, Q. & Weng, Y., (2008). Microstructural evolution and kinetics for post-dynamic transformation in a plain low carbon steel. *ISIJ International*, 48(7), 994-1000. doi: 10.2355/isijinternational.48.994
- Toho Titanium Co. (2016). Titanium Metals – Titanium Sponge. Repéré à [www.toho-titanium.co.jp/en/products/sponge.html](http://www.toho-titanium.co.jp/en/products/sponge.html)
- Uta, E. (2009). *Etude des hétérogénéités de texture et de microstructure au sein de disques forgés en IMI 834 : influence sur les propriétés en fatigue-dwell*. (Thèse de doctorat, Université de Metz, Metz, France). Repéré à <http://theses.fr/2009METZ054S>
- Veeck, S., Lee, D., Boyer, R. & Briggs, R., (2005). The castability of Ti-5553 alloy : its microstructure and properties. *Journal of advanced materials*, 37(4), 40-45
- Vo, P. (2009). *Flow and microstructure development of a near-alpha titanium alloy during thermomechanical processing*. (Thèse de doctorat, Université McGill, Montreal, Canada).
- Wagner, V., Baili, M. & Dessein, G. (2014). The relationship between the cutting speed, tool wear, and chip formation during Ti-5553 dry cutting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 76(5-8), 893-912. doi: 10.1007/s00170-014-6326-1
- Withers, J.C., Loutfy, R.O. & Pickard, S.M. (2016). Electrolytic Ti powder production from ore sources. Dans V. Venkatesh et al. (Éds), *Proceedings of the 13<sup>th</sup> World Conference on Titanium, San Diego, USA, August 16-20, 2015* (pp. 61-63). Hoboken, USA: Wiley
- Wu, D.-Y., Xiao, F.-R., Wu, L.-L., Sun, M.-Y. & Liao, B. (2014). Quantitative Research on the Role of Large Precipitates in V-Ti Micro-Alloyed Steel during Dynamic Transformation. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 28(1), 77-82. doi: 10.1007/s40195-014-0170-z.
- Yada, H., Li, C.-M. & Yamagata, H. (2000). Dynamic  $\gamma \rightarrow \alpha$  Transformation during Hot Deformation in Iron-Nickel-Carbon Alloys. *ISIJ International*, 40(2), 200-206. doi: 10.2355/isijinternational.40.200