



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

---

# THESE

---

Présentée à



---

L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

---

Par

**Lionel GERMAIN**

Pour l'obtention du grade de :  
**Docteur de l'Université de Metz**

**SPECIALITE : Sciences des matériaux**  
**OPTION : Physique**

**Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture  
des billettes d'IMI 834**

Soutenue le 9 décembre à Metz, devant le jury composé de :

M. Claude PRIOUL	Professeur à l'Université de Paris XIII, LMSSM, France	Rapporteur
M. Robert SCHWARZER	Professeur à l'Institute of Physics and Physical Technologies, TU Clausthal, Allemagne	Rapporteur
Mme Elisabeth GAUTIER	Directrice de Recherche à l'Ecole des mines de Nancy, LSG2M, France	Examinatrice
M. Patrick VILLECHAISE	Chargé de Recherche au LMPM/ENSMA, Poitier, France	Examineur
M. Mohammad JHAZI	Docteur à l'Institute for Aerospace Research, National Research Council Canada, Ottawa, Canada	Invité
M.Philippe BOCHER	Professeur à l'École de technologie supérieure, Montréal, Canada	Invité
M. Michel HUMBERT	Professeur à l'Université de Metz, LETAM, France	Directeur de thèse
Mme Nathalie GEY	Chargée de Recherche CNRS, LETAM, France	Co-encadrante scientifique



A mes parents

*Lorsqu'une chose évolue, tout ce qui est autour évolue de même.*  
Paulo Coelho, dans l'Alichimiste

## *Remerciements*

Je tiens à remercier en premier lieu, Madame Elisabeth Gautier, présidente du jury de thèse, Monsieur Claude Prioul et Monsieur Robert Schwartz qui ont rapporté ce mémoire et Monsieur Patrick Villechaise qui a examiné ce travail. Tous m'ont fait un grand honneur en acceptant de participer à mon jury de thèse.

Un grand merci à Monsieur Francis Wagner, directeur du LETAM, qui m'a accueilli dans son laboratoire. J'y ai passé trois excellentes années où j'ai pu m'épanouir autant du point de vue personnel que professionnel.

Je voudrais exprimer toute mon amitié et ma profonde reconnaissance à Monsieur Michel Humbert et à Madame Nathalie Gey qui m'ont encadré, guidé, conseillé, soutenu mais supporté également (dans les deux sens du terme), durant cette thèse.

Je tiens également à souligner la participation active de nos partenaires Canadiens : Monsieur Mohammad Jahazi du CNRC de Montréal et Monsieur Philippe Bocher de l'École de Technologie supérieure de Montréal sans lesquels ce travail de thèse n'aurait certainement jamais commencé. Merci à tous les deux.

Merci à Phong Vuo doctorant à l'Université de Mc Gill, avec qui nous avons réalisé la campagne d'essais de compression.

Je me dois aussi de remercier tous les collègues avec lesquels j'ai eu l'occasion d'échanger idées et points de vue sur ce travail. En particulier Alain Hazotte, Jean Jacques Fundenberger, Nathalie Bozzolo, Jean Sébastien Lecomte, Yudong Zhang, Natanael Dewobroto, Suhash Dey, Bertrand Petit et Juan Puerto Velasquez.

Enfin, je dédie ce travail à mes parents, qui m'ont encouragé et soutenu tout au long de cette thèse.

# *Table des matières*

## *Chapitre I. Introduction*

---

## *Chapitre II. Etude bibliographique*

---

▪ <b>II.1. Caractéristiques principales du titane et de ses alliages</b> .....	<b>10</b>
▪ II.1.1. Le titane pur .....	10
▪ II.1.2. Les alliages de titane .....	11
▪ II.1.3. Microstructures caractéristiques.....	12
▪ II.1.3.1. Microstructure lamellaire .....	12
▪ II.1.3.2. Microstructure martensitique .....	12
▪ II.1.3.3. Microstructure équiaxe.....	13
▪ II.1.3.4. Microstructure bimodale .....	13
▪ II.1.4. L'alliage IMI 834.....	14
▪ II.1.4.1. Caractéristiques .....	14
▪ II.1.4.2. Métallurgie de l'IMI 834 .....	15
▪ <b>II.2. Mécanismes de déformation et d'adoucissement des phases <math>\alpha/\beta</math></b> .....	<b>17</b>
▪ II.2.1. Déformation dans le domaine $\beta$ .....	17
▪ II.2.1.1. Plasticité de la phase $\beta$ .....	17
▪ II.2.1.2. Mécanismes d'adoucissement.....	17
▪ II.2.2. Mécanismes de déformation et d'adoucissement dans le domaine $\alpha/\beta$ .....	19
▪ II.2.2.1. Plasticité des phases $\alpha/\beta$ .....	19
▪ II.2.2.2. Autres mécanismes spécifiques à une structure $\alpha$ lamellaire.....	20
▪ <b>II.3. Application des alliages de titane dans les moteurs d'avions</b> .....	<b>22</b>
▪ II.3.1. Historique .....	22
▪ II.3.2. La sensibilité au "cold dwell" .....	23
▪ II.3.2.1. Historique .....	23
▪ II.3.2.2. La sensibilité au "cold dwell" dans l'IMI 834 .....	24
▪ II.3.2.3. Caractéristiques des régions défavorables en fatigue.....	25

## *Chapitre III. Développements méthodologiques*

---

▪ <b>III.1. Analyse des orientations individuelles par EBSD</b> .....	<b>28</b>
▪ III.1.1. Notion d'orientation individuelle.....	28
▪ III.1.2. Acquisition des données EBSD.....	31
▪ III.1.2.1. Le principe de l'EBSD .....	31
▪ III.1.2.2. Le dispositif expérimental .....	32
▪ III.1.2.3. Acquisition en mode 'cartographie' .....	32
▪ III.1.3. Exploitation courante des données EBSD.....	32
▪ III.1.3.1. Correction des données .....	32
▪ III.1.3.2. Représentation standard .....	33
▪ III.1.3.3. Calcul de la fonction de texture.....	33

▪ <b>III.2. Un outil pour caractériser l'anisotropie de texture: les facteurs de Kearns généralisés .....</b>	<b>34</b>
▪ III.2.1. Expression des facteurs de Kearns .....	34
▪ III.2.2. Facteurs de Kearns généralisés .....	34
▪ III.2.3. Représentation .....	35
▪ <b>III.3. Identification des orientations <math>\alpha_p/\alpha_s</math> sur la carte EBSD .....</b>	<b>37</b>
▪ III.3.1. Méthode retenue pour séparer les orientations $\alpha_p$ et $\alpha_s$ .....	37
▪ III.3.1.1. Caractéristique physique distinguant les deux populations.....	37
▪ III.3.1.2. Origine du contraste en imagerie BSE .....	38
▪ III.3.1.3. Méthode retenue .....	39
▪ III.3.2. Mise en œuvre : Corrélation des données EBSD et d'imagerie BSE .....	39
▪ III.3.2.1. Acquisition et correction additionnelle des données .....	39
▪ III.3.2.2. Séparation automatique des grains $\alpha_p$ et des colonies $\alpha_s$ sur la carte EBSD ...	41
▪ III.3.3. Efficacité de la méthode .....	42
▪ <b>III.4. Restitution de la texture et microstructure de la phase <math>\beta</math> haute température.....</b>	<b>43</b>
▪ III.4.1. Groupement des colonies $\alpha_s$ héritées d'un même grain $\beta$ .....	43
▪ III.4.1.1. Critère d'identification .....	43
▪ III.4.1.2. Mise en œuvre .....	45
▪ III.4.2. Calcul de l'orientation $\beta$ .....	46
▪ III.4.2.1. Cas d'une relation de Burgers stricte .....	46
▪ III.4.2.2. Cas d'une relation de Burgers approximative .....	47
▪ III.4.2.3. Unicité de l'orientation $\beta$ .....	48
▪ III.4.2.4. Procédure de recherche de l'orientation $\beta$ et construction de la carte $\beta$ .....	49
▪ III.4.3. Validation de la méthode.....	50
▪ III.4.3.1. Procédure expérimentale et résultats.....	50
▪ III.4.3.2. Discussion concernant l'efficacité de la méthode .....	52

#### *Chapitre IV. Analyse des hétérogénéités de microstructure et de texture d'une billette d'IMI 834*

▪ <b>IV.1. Caractéristiques générales de la billette.....</b>	<b>56</b>
▪ IV.1.1. Microstructure .....	56
▪ IV.1.2. Procédé de fabrication .....	57
▪ IV.1.3. Repère macroscopique d'analyse .....	58
▪ IV.1.4. Une utilisation industrielle limitée .....	59
▪ <b>IV.2. Hétérogénéités de la billette.....</b>	<b>60</b>
▪ IV.2.1. Analyse macrographique .....	60
▪ IV.2.2. Hétérogénéités de microstructure .....	61
▪ IV.2.3. Hétérogénéités de texture .....	63
▪ IV.2.3.1. Analyse à une échelle mésoscopique .....	63
▪ IV.2.3.2. Influence sur les propriétés .....	66
▪ IV.2.3.3. Répartition des hétérogénéités de texture dans la billette .....	67
▪ <b>IV.3. Analyse des hétérogénéités de texture en relation avec la structure bimodale.....</b>	<b>70</b>

▪ IV.3.1. Identification des microtextures $\alpha_p$ et $\alpha_s$ dans les macrozones .....	70
▪ IV.3.2. Analyse de la microtexture des grains $\alpha_p$ .....	72
▪ IV.3.3. Analyse de la microtexture des colonies $\alpha_s$ .....	74
▪ IV.3.4. Analyse de la microtexture des grains parents $\beta$ .....	76
<b>▪ IV.4. Discussion .....</b>	<b>79</b>
▪ IV.4.1. Relations entre les différentes hétérogénéités de la billette .....	79
▪ IV.4.2. Macrozones et propriétés mécaniques .....	80
▪ IV.4.3. Hypothèses sur l'origine des macrozones .....	80

### *Chapitre V. Etude de la sélection de variantes dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$ en présence de grains $\alpha_p$*

---

<b>▪ V.1. Analyse des textures <math>\alpha_s</math> héritées par transformation de phase .....</b>	<b>84</b>
▪ V.1.1. Mise en évidence de la sélection des variantes .....	84
▪ V.1.2. Intensité de la sélection de variantes suivant les macrozones .....	86
▪ V.1.3. Sélection de variantes dans les composantes de texture $\beta$ .....	86
<b>▪ V.2. Influence de la microtexture <math>\alpha_p/\beta</math> sur la formation des variantes <math>\alpha_s</math> .....</b>	<b>88</b>
▪ V.2.1. Influence des joints de phases $\alpha_p/\beta$ sur la sélection de variantes .....	91
▪ V.2.1.1. Analyse du voisinage $\alpha_p/\alpha_s$ .....	91
▪ V.2.1.2. Statistique de désorientations entre variantes $\alpha_s$ et grains $\alpha_p$ .....	94
▪ V.2.1.3. Ecart angulaire entre plans de base aux joints $\alpha_p/\alpha_s$ .....	96
▪ V.2.2. Influence des joints de grains $\beta/\beta$ sur la sélection de variantes .....	99
▪ V.2.2.1. Observations locales de joints $\beta/\beta$ influençant la sélection des variantes .....	99
▪ V.2.2.2. Analyse statistique des variantes $\alpha_s$ aux joints de grains $\beta/\beta$ .....	101
<b>▪ V.3. Influence de l'anisotropie élastique sur la sélection des variantes .....</b>	<b>103</b>
▪ V.3.1. Déformation induite par la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$ .....	103
▪ V.3.2. Homogénéisation .....	104
▪ V.3.3. Simulation des textures $\alpha_s$ dans une macrozone .....	105
<b>▪ V.4. Conclusions .....</b>	<b>106</b>

### *Chapitre VI. Evolution des microtextures lors de traitements thermomécaniques en $\beta$ et $\alpha_p/\beta$ : Discussion sur la formation des macrozones*

---

<b>▪ VI.1. Campagne expérimentale .....</b>	<b>110</b>
▪ VI.1.1. Etat initial .....	110
▪ VI.1.1.1. Traitement thermique en $\beta$ .....	110
▪ VI.1.1.2. Microstructure et texture $\alpha$ héritée du traitement thermique en $\beta$ .....	111
▪ VI.1.1.3. Microtexture de la phase parente $\beta$ .....	113
▪ VI.1.2. Essais de compression .....	114
▪ VI.1.2.1. Protocole expérimental .....	114
▪ VI.1.2.2. Les essais de compression dans le domaine $\beta$ .....	114

▪ VI.1.2.3. Les essais de compression dans le domaine $\alpha_p/\beta$ .....	116
▪ VI.2. Evolution de la microtexture $\beta$ lors de traitements thermomécaniques dans le domaine $\beta$ .....	117
▪ VI.2.1. Microtexture $\beta$ reconstituée juste après déformation.....	117
▪ VI.2.2. Effet d'un maintien en température après déformation.....	119
▪ VI.2.3. Discussion: évolution de la microtexture $\beta$ lors de la forge en $\beta$ .....	121
▪ <b>VI.3. Evolution de la microtexture <math>\alpha_p/\beta</math> lors de la compression dans le domaine <math>\alpha/\beta</math></b>	<b>123</b>
▪ VI.3.1. Microtexture $\alpha_p/\beta$ à 1000°C, avant déformation.....	123
▪ VI.3.2. Influence de la déformation.....	124
▪ VI.3.3. Influence de la formation de globules $\alpha_p$ .....	130
▪ VI.3.4. Discussion.....	133
▪ <b>VI.4. Application à l'optimisation des textures locales de pièces industrielles</b> .....	<b>137</b>
▪ VI.4.1. Origine des macrozones dans la billette.....	137
▪ VI.4.2. Influence d'un changement de direction de compression.....	138

### *Chapitre VII. Conclusions et Perspectives*

---

▪ <b>VII.1. Conclusions</b> .....	<b>143</b>
▪ <b>VII.2. Perspectives</b> .....	<b>145</b>

## *Chapitre I. Introduction*

Les alliages de titane sont très employés par l'industrie aéronautique en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et leur faible densité. L'alliage IMI 834 est un alliage de titane pseudo- $\alpha$  dédié spécifiquement à des applications à haute température nécessitant une haute résistance au fluage et des durées de vie importantes en fatigue. La microstructure optimale pour atteindre ces propriétés est de type bimodale, composée de grains  $\alpha_p$  équiaxes dans une matrice  $\alpha_s$  lamellaire.

L'IMI 834 est en particulier utilisé pour la fabrication de roues à aubes de compresseurs haute pression dans les réacteurs d'avions. Cependant il n'est employé que dans les turboréacteurs de petite taille, équipant principalement les avions d'affaire, car seules les pièces fabriquées à partir de billettes de petit diamètre, ont des propriétés mécaniques suffisantes pour ce type d'applications. En effet, l'expérience a montré que des roues à aubes fabriquées à partir de billettes de plus grande taille, présentent une tenue en fatigue bien moins élevée. Ce comportement plus médiocre a été relié, en partie, à des hétérogénéités de microstructure et de texture présentes dans les billettes de structure bimodale.

La compréhension de l'origine de ces hétérogénéités et la volonté de produire des pièces en IMI 834 plus homogènes ont motivé cette étude. Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une collaboration entre le LETAM et le Centre des Technologies de Fabrication en Aérospatiale de Montréal au Québec. Notre partenaire Canadien s'est attaché à la caractérisation du comportement mécanique de l'IMI 834 lors de la déformation à chaud. Au LETAM, à travers cette thèse, nous avons caractérisé les microstructures et textures héritées. Ce travail examine tout d'abord les hétérogénéités associées aux deux morphologies distinctes de la phase  $\alpha$  rencontrées dans une billette d'IMI 834 de structure bimodale, puis s'efforce de comprendre leur développement au cours de la fabrication de la billette. Ce manuscrit, outre l'introduction, est divisé en cinq chapitres.

Pour mieux cerner le contexte de l'étude et la complexité de l'élaboration du matériau, des rappels bibliographiques concernant les alliages de titane et l'IMI 834 en particulier, sont présentés dans le *chapitre II*. Le traitement thermomécanique conduisant à la microstructure bimodale y est décrit ainsi que les mécanismes de déformation mis en jeu dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Le chapitre se termine par une courte synthèse des résultats déjà publiés concernant les performances de l'IMI 834 en fatigue en relation avec les microstructures et les textures locales.

Les méthodologies qui ont été développées pour déterminer et analyser les textures locales de la billette dans les microstructures bimodales sont détaillées dans le *chapitre III*. La technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) associée à la microscopie électronique à balayage, a largement été utilisée pour l'acquisition de cartographies d'orientations sur des zones de taille millimétrique de la billette.



Une des originalités de notre travail réside dans l'exploitation spécifique de ces cartographies d'orientations. En effet, dans la structure bimodale, les grains  $\alpha_p$  primaires de morphologie équiaxe, sont le résultat de la déformation de lamelles  $\alpha$  dans le domaine  $\alpha/\beta$  alors que les lamelles  $\alpha_s$  secondaires sont héritées de la transformation de la phase  $\beta$ . Par conséquent chaque population de structure cristalline hexagonale, développe des textures locales différentes, liées à son histoire thermomécanique. Pour obtenir les textures locales de chaque population de grains, nous avons développé une méthode permettant de distinguer, de manière automatique, les orientations  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$  sur les cartographies d'orientations globales.

Par ailleurs, le procédé d'élaboration de la billette implique des déformations dans le domaine  $\alpha/\beta$  au cours desquelles les textures locales des deux phases évoluent. La connaissance seule des textures locales  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$  n'est donc pas suffisante pour comprendre le développement des hétérogénéités de texture de la billette. Il est également nécessaire de connaître la texture locale de la phase  $\beta$  parente. En se basant sur les relations d'orientations cristallographiques qui lient la phase  $\alpha_s$  à la phase  $\beta$ , une méthode a été développée pour reconstruire la cartographie d'orientations de la phase  $\beta$  parente à partir de la carte  $\alpha_s$  héritée.

**Le chapitre IV** est consacré à la caractérisation des hétérogénéités de microstructure (par analyse d'image) et de texture (par EBSD) de la billette en liaison avec une analyse macrographique. Par ailleurs, une attention particulière est portée sur la caractérisation des textures locales de la billette en relation avec sa microstructure bimodale. Dans des zones fortement texturées, on distingue la microtexture des grains  $\alpha_p$ , des colonies  $\alpha_s$  et des grains  $\beta$  parents présents dans lors du dernier traitement dans le domaine  $\alpha/\beta$ . Cela nous permet de discuter la contribution des différentes phases, dans la formation des hétérogénéités de texture.

Nos travaux montrent que la billette présente des zones fortement allongées selon la direction axiale, dans lesquelles les grains  $\alpha_p$  présentent une composante de texture unique fortement dispersée. Les colonies  $\alpha_s$  sont orientées autour de plusieurs composantes de texture mais avec une composante majoritaire proche de l'orientation des grains  $\alpha_p$ . Dans ces zones, la texture locale de la phase  $\beta$  parente est peu marquée.

L'origine de la texture locale très marquée des colonies  $\alpha_s$  est étudiée au **chapitre V**, en relation avec les microtextures des phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  à haute température et les mécanismes de sélection de variantes lors de la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$ . L'observation des variantes sur les cartes EBSD d'une part et la simulation des textures de transformation d'autre part, nous conduisent à proposer des mécanismes pouvant expliquer le développement préférentiel de certaines variantes. Nous avons en particulier étudié le rôle de certains joints spécifiques  $\alpha_p/\beta$  et  $\beta/\beta$  sur la sélection des variantes mais aussi l'implication possible de l'anisotropie élastique générée par les fortes textures locales de la phase  $\alpha_p$ . L'ensemble de l'étude permet de discuter l'importance de la sélection des variantes  $\alpha_s$ , sur la formation de textures locales très marquées au sein de la billette.

Au **chapitre VI**, l'analyse des résultats d'une campagne d'essais de compression permet par analogie, de mieux comprendre les microtextures qui se sont développées lors de l'élaboration à chaud de la billette. En effet, des essais de compression uniaxiale dans le domaine  $\beta$  et  $\alpha/\beta$  réalisés sur des échantillons initialement homogènes en texture et en microstructure ont

permis de produire une structure hétérogène présentant des similarités avec celles observées dans la billette. Ainsi, l'analyse de ces échantillons déformés nous renseigne à la fois sur les évolutions de texture et sur les mécanismes de déformation à chaque étape de la déformation. L'ensemble de ces résultats nous permet de proposer une explication possible du développement des hétérogénéités de texture et de microstructure au cours de la forge de la billette.

Pour conclure ce chapitre, l'ensemble des travaux que nous avons réalisés sur les hétérogénéités de texture et de microstructure de la billette, nous amène à percevoir des possibilités de réduire ces hétérogénéités dans les pièces finales en adaptant le procédé thermomécanique. Ainsi des essais additionnels de compression uniaxiales dans l'axe de la billette montrent qu'une déformation complémentaire produit une microtexture plus homogène.

## *Chapitre II. Etude bibliographique*

▪ <b>II.1. Caractéristiques principales du titane et de ses alliages .....</b>	<b>10</b>
▪ II.1.1. Le titane pur .....	10
▪ II.1.2. Les alliages de titane .....	11
▪ II.1.3. Microstructures caractéristiques.....	12
▪ II.1.3.1. Microstructure lamellaire .....	12
▪ II.1.3.2. Microstructure martensitique .....	12
▪ II.1.3.3. Microstructure équiaxe.....	13
▪ II.1.3.4. Microstructure bimodale .....	13
▪ II.1.4. L'alliage IMI 834.....	14
▪ II.1.4.1. Caractéristiques .....	14
▪ II.1.4.2. Métallurgie de l'IMI 834 .....	15
▪ <b>II.2. Mécanismes de déformation et d'adoucissement des phases <math>\alpha/\beta</math> .....</b>	<b>17</b>
▪ II.2.1. Déformation dans le domaine $\beta$ .....	17
▪ II.2.1.1. Plasticité de la phase $\beta$ .....	17
▪ II.2.1.2. Mécanismes d'adoucissement.....	17
▪ II.2.2. Mécanismes de déformation et d'adoucissement dans le domaine $\alpha/\beta$ .....	19
▪ II.2.2.1. Plasticité des phases $\alpha/\beta$ .....	19
▪ II.2.2.2. Autres mécanismes spécifiques à une structure $\alpha$ lamellaire.....	20
▪ <b>II.3. Application des alliages de titane dans les moteurs d'avions.....</b>	<b>22</b>
▪ II.3.1. Historique .....	22
▪ II.3.2. La sensibilité au "cold dwell" .....	23
▪ II.3.2.1. Historique .....	23
▪ II.3.2.2. La sensibilité au "cold dwell" dans l'IMI 834 .....	24
▪ II.3.2.3. Caractéristiques des régions défavorables en fatigue.....	25

## II.1. Caractéristiques principales du titane et de ses alliages

### II.1.1. Le titane pur

Le titane pur peut se présenter sous deux structures cristallographiques différentes :

- la phase  $\alpha$  stable à basse température, caractérisée par un réseau hexagonal compact
- la phase  $\beta$ , stable à des températures supérieures à la température de transus,  $T_\beta = 882^\circ\text{C}$ , caractérisée par un réseau cubique centré.

Les paramètres de maille de ces deux phases sont les suivants [Combes-94] :

Réseau cristallin	Température	Paramètres de maille
Hexagonal compact (hc)	$25^\circ\text{C}$	$a=2.950 \text{ \AA}$ , $c=4.68 \text{ \AA}$
Cubique centré (cc)	$900^\circ\text{C}$	$a=3.32 \text{ \AA}$

Le rapport  $c/a$  de la phase  $\alpha$  est égale à 1.587. Il est inférieur au rapport  $c/a$  théorique de compacité idéale du système hexagonal qui est de  $1.633 (\sqrt{8/3})$ . Ainsi la densité des plans prismatiques de la structure hexagonale  $\alpha$  est plus élevée que dans le cas théorique.

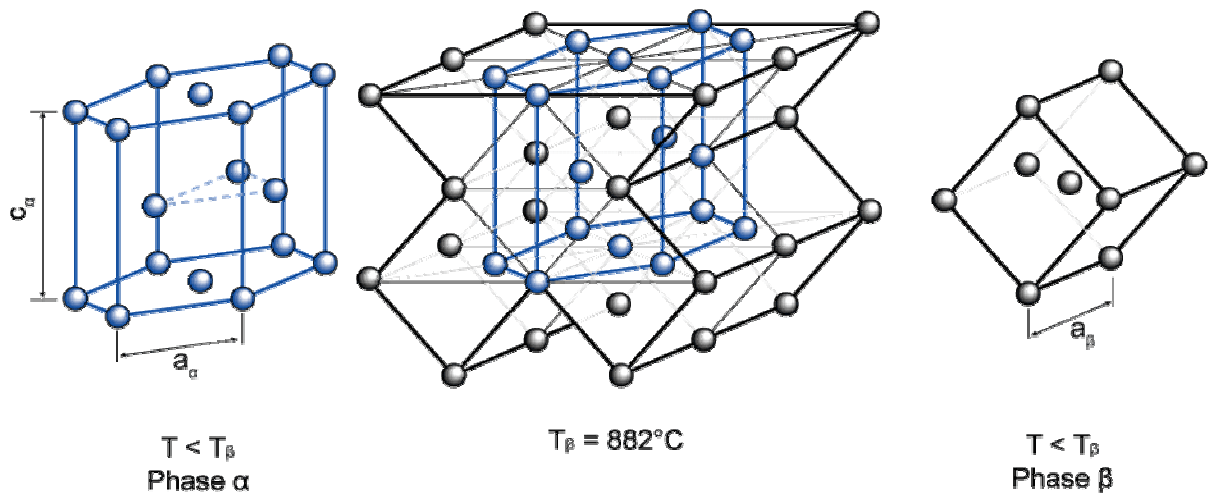


Figure 1: Cristallographie du titane et transformation allotropique

La transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$  (fig. 1) est de type martensitique et est caractérisée par la relation d'orientation suivante entre les deux phases, également appelée relation de Burgers [Burgers-34]:

$$\begin{aligned}
 (110)_{CC} // (0001)_{HC} \\
 [\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]_{CC} // [2 \ \bar{1} \ \bar{1} 0]_{HC} \\
 (\bar{1} \ 1 2)_{CC} // (01 \ \bar{1} 0)_{HC}
 \end{aligned} \tag{1}$$

### **II.1.2. Les alliages de titane**

Pour des applications mécaniques, le titane est essentiellement utilisé sous forme d'alliages. L'addition d'éléments d'alliage modifie l'équilibre thermodynamique des deux phases, notamment, les paramètres de mailles et les cinétiques de transformation  $\beta \leftrightarrow \alpha$ . Ces éléments peuvent se classer dans deux catégories : les éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes.

**Les éléments  $\alpha$ -gènes** augmentent la température de transus  $T_\beta$ . Parmi ces éléments, on peut citer : l'aluminium, le zirconium, l'étain, l'oxygène, le carbone et l'azote. La teneur en éléments  $\alpha$ -gènes s'évalue selon la relation [Weiss-99] :

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{[Zr]}{6} + \frac{[Sn]}{3} + 10([O] + 2[N] + [C]) \quad (2)$$

**Les éléments  $\beta$ -gènes** stabilisent la phase  $\beta$  et abaissent la température de transus. On distingue :

Les éléments  $\beta$  isomorphes, miscibles en toute proportion dans la phase  $\beta$  tels que le molybdène, le tantale, le vanadium et le niobium.

Les éléments  $\beta$  eutectoïdes, pouvant former des précipités, tels que le manganèse, le fer, le chrome, le silicium, le nickel et le cuivre.

La teneur en éléments  $\beta$ -gènes s'évalue selon la relation [Weiss-99] :

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0,6[V] + 0,44[W] + 0,28[Nb] + 0,22[Ta] + 1,25[Cr] + 1,22[Ni] + 1,7[Co] + 2,5[Fe] \quad (3)$$

Certains éléments peuvent modifier d'autres propriétés, par exemple le silicium durcit le titane par solution solide ou par précipitation.

Les différents alliages de titane peuvent être classés en fonction de leur teneur en éléments  $\alpha$ - et  $\beta$ -gènes dans les catégories suivantes [Combres-95] :

**Les alliages  $\alpha$**  ( $[Al]_{eq} < 8$  et  $[Mo]_{eq} < 1$ ). Leur composition ne permet pas de retenir la phase  $\beta$  à température ambiante. Les alliages  $\alpha$  ont une bonne résistance au fluage et peuvent être durcis par précipitation. Ils sont soudables et résistants à l'oxydation jusqu'à 1100°C. Ils sont par contre moins ductiles que les alliages à plus forte teneur en éléments  $\beta$ -gène.

**Les alliages quasi- $\alpha$**  ( $8 < [Al]_{eq} < 10$  et  $[Mo]_{eq} < 2$ ). Aux éléments  $\alpha$ -gènes s'ajoute une faible quantité d'éléments  $\beta$ -gènes. Le domaine  $\alpha/\beta$  s'élargit et une faible fraction de phase  $\beta$  peut être retenue à l'ambiante. Ces alliages ont globalement les mêmes propriétés que les alliages  $\alpha$  avec une ductilité légèrement améliorée.

**Les alliages  $\alpha/\beta$**  ( $5 < [Al]_{eq} < 10$  et  $2 < [Mo]_{eq} < 8$ ). Les éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes sont présents en quantité suffisante pour obtenir un large domaine  $\alpha/\beta$ . Ils ont des caractéristiques mécaniques élevées et une assez bonne ductilité. Ils sont plus sensibles à l'oxydation que les alliages  $\alpha$ . Leur soudabilité varie en fonction des éléments d'alliages.

**Les alliages quasi- $\beta$**  ( $[Al]_{eq} < 8$  et  $10 < [Mo]_{eq} < 15$ ). La concentration en éléments  $\beta$ -gènes est suffisante pour déplacer le point  $M_f$  de transformation martensitique en dessous de l'ambiante. La cinétique de germination de la phase  $\alpha$  est fortement ralentie si bien qu'il est possible de retenir la phase  $\beta$  à l'ambiante sous forme métastable. Des traitements de mise en solution conduisent à l'apparition de nouvelles phases comme la phase transitoire  $\omega$  ou la

martensite  $\alpha''$  de structure orthorhombique. Cette dernière apparaît également par transformation sous contraintes lors de la déformation à froid de la phase  $\beta$ .

**Les alliages  $\beta$**  ( $[Al]_{eq} < 6$  et  $15 < [Mo]_{eq}$ ). La concentration en éléments  $\beta$ -gènes est telle que la phase  $\beta$  est stable thermodynamiquement ou faiblement métastable à température ambiante. Des traitements ultérieurs n'entraînent plus sa décomposition. Les alliages  $\beta$  et quasi- $\beta$  ont une excellente ductilité à température ambiante. Ils sont parfois soudables mais peu résistants à l'oxydation. Ils sont difficilement utilisables au-delà de 350°C du fait de leur mauvaise résistance au fluage.

### II.1.3. Microstructures caractéristiques

#### II.1.3.1. Microstructure lamellaire

Une microstructure lamellaire est le résultat d'une mise en solution dans le domaine  $\beta$  monophasé, suivie d'un refroidissement à température ambiante, à vitesse de refroidissement modérée. Au-dessus du transus  $\beta$ , les grains  $\beta$  connaissent une croissance rapide. Lors du refroidissement, la phase  $\alpha$  précipite préférentiellement aux joints de grains  $\beta$  ( $\alpha_{GB}$ ). A partir de cette précipitation  $\alpha_{GB}$ , se développent des colonies de lamelles, notées  $\alpha_w$ . Simultanément, la phase  $\alpha$  se développe dans la matrice, formant des sous-colonies pour des vitesses de refroidissement rapides (fig. 2). La différence entre les coefficients de diffusion des éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes impose une croissance de la phase  $\alpha$  sous forme lamellaire [Fujii-88].

Cette structure de type Widmanstätten est caractérisée par des colonies de lamelles  $\alpha$  en relation d'orientation de Burgers (1) avec le grain  $\beta$  (fig. 2). La taille des lamelles dépend de la vitesse de refroidissement. La phase  $\beta$  résiduelle se retrouve entre les lamelles.

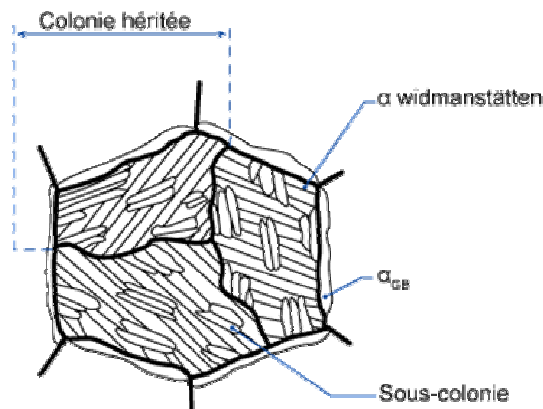


Figure 2: Schéma d'une microstructure de type Widmanstätten

#### II.1.3.2. Microstructure martensitique

Suite à une trempe depuis le domaine  $\beta$ , il se produit une transformation de type martensitique, donnant naissance à la phase  $\alpha'$ . Elle se présente sous forme de très fines aiguilles qui ont précipité à partir des grains  $\beta$ . Le mécanisme de transformation s'interprète par un cisaillement de la phase mère sans recours à un régime diffusionnel. Ainsi la composition de la phase  $\alpha'$  est la même que celle de la phase  $\beta$  mais sa structure correspond à

celle de la phase  $\alpha$  hexagonale compacte. La relation d'orientation de Burgers est strictement observée.

### II.1.3.3. Microstructure équiaxe

Des grains équiaxes sont obtenus par déformation d'une structure lamellaire ou martensitique dans le domaine  $\alpha/\beta$  proche  $\alpha$  suivi d'une mise en solution [Weiss-86]. Les lamelles  $\alpha$  déformées dans le domaine  $\alpha/\beta$  se fractionnent. Deux mécanismes sont mis en évidence :

- la formation de sous-joints à l'intérieur des lamelles, si la déformation est homogène,
- le cisaillement local des lamelles, si la déformation est hétérogène.

La désorientation entre les sous-grains ainsi formés est faible dans le premier cas et plus importante dans le second. La séparation de ces fragments passe par la pénétration de la phase  $\beta$ , le long des interfaces  $\alpha/\alpha$  jusqu'à obtention de l'équilibre des énergies interfaciales. Un revenu après déformation assure la formation de la structure équiaxe. La structure prend l'allure d'un état recristallisé, cependant la taille des grains n'excède pas la largeur des lamelles initiales.

### II.1.3.4. Microstructure bimodale

Une microstructure bimodale est composée de grains équiaxes et de colonies de Widmanstätten. Elle est obtenue après déformation d'une microstructure initialement lamellaire dans le domaine  $\alpha/\beta$ . Les lamelles  $\alpha$  présentes lors de la déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$ , forment des globules  $\alpha$  équiaxes aussi appelés  $\alpha$  primaires. Les colonies, aussi appelées  $\alpha$  secondaires, sont héritées de la transformation de la phase  $\beta$  lors du refroidissement.

Pour simplifier la lecture de ce travail, les différentes morphologies de la phase  $\alpha$  seront désignées par :

- $\alpha_p$  pour les grains  $\alpha$  primaires équiaxes ou allongés,
- $\alpha_s$  pour les colonies  $\alpha$  secondaires héritées de la transformation de la phase  $\beta$ ,
- $\alpha_{GB}$ , le liseré qui correspond à la précipitation intergranulaire.

Bien que ces termes distinguent différentes morphologies de la phase  $\alpha$ , pour simplifier, on parlera parfois de phases  $\alpha_p$ ,  $\alpha_s$  et  $\alpha_{GB}$ .

Les caractéristiques importantes d'une microstructure bimodale sont :

- la fraction de phase  $\alpha_p$ ,
- la taille de grains  $\alpha_p$ ,
- la taille des ex-grains  $\beta$ ,
- la taille des lamelles  $\alpha_s$  dans les colonies.

Brun a étudié en détail les paramètres du procédé permettant de contrôler ces caractéristiques [Brun-95, Brun-98]. La taille de ex-grains  $\beta$  et la largeur des lamelles  $\alpha$  de la structure initiale influencent la taille des futurs grains  $\alpha_p$  et  $\beta$ . Le pourcentage de phase  $\alpha$  présent lors de la déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$  permet de contrôler la fraction volumique de grains équiaxes (en général entre 10 et 30%). La vitesse de refroidissement depuis le domaine  $\alpha/\beta$  permet de contrôler la taille de lamelles  $\alpha_s$  dans la microstructure bimodale.

## II.1.4. L'alliage IMI 834

### II.1.4.1. Caractéristiques

L'IMI 834 (ou TIMETAL<sup>®</sup> 834) fait partie des derniers alliages développés par TIMET (ex-IMI). La composition nominale de l'alliage est présentée dans le tableau 1.

	Ti	Al	Sn	Zr	Nb	Mo	Si	C	Fe	O	N	H	Impuretés diverses
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 : Composition chimique en % massique [Timet-00]

Quelques propriétés physiques usuelles sont reportées dans le tableau 2.

Densité	$\beta$ transus	E (à 20°C)
4,55 g.cm <sup>-3</sup>	1045°C	120 GPa

Tableau 2 : Quelques propriétés physiques de l'IMI 834 [Timet-00]

C'est un alliage de titane quasi- $\alpha$ , destiné à des applications à haute température [Neal-88]. Il est entre autre utilisé pour fabriquer des roues à aubes de compresseurs haute et basse pression de réacteurs d'avions (fig. 3).

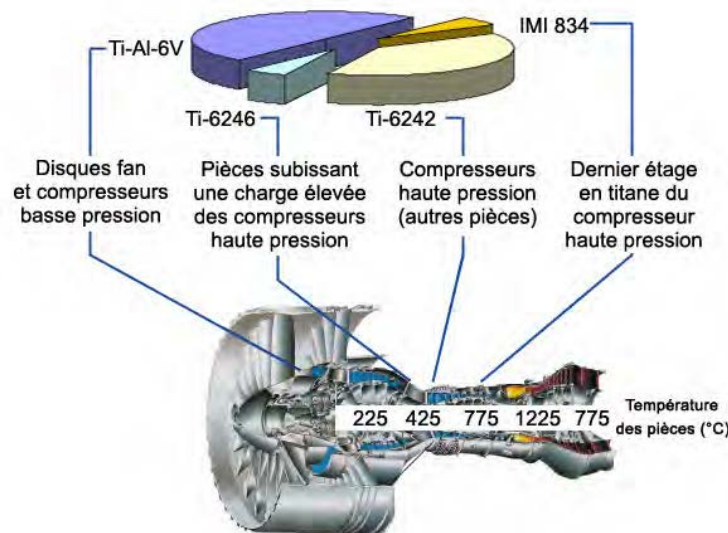


Figure 3: Application de l'IMI 834 dans les moteurs d'avion d'après Esslinger [Esslinger-03]

Il possède une limite d'élasticité supérieure à celle de nombreux autres alliages de titane  $\alpha$  (fig. 4) et une bonne résistance au fluage jusqu'à 600°C (tableau 3).



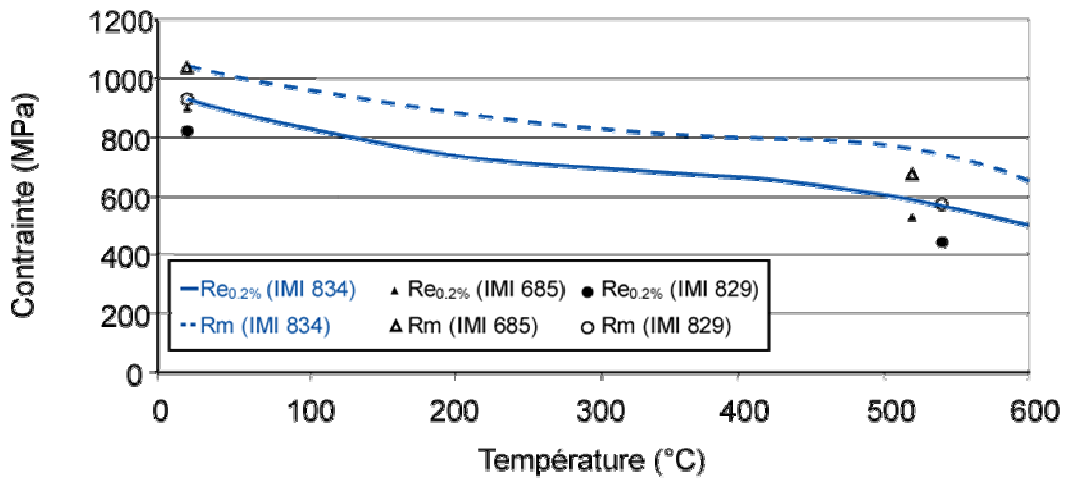


Figure 4: Comparaison des propriétés mécaniques de l'IMI 834 avec d'autres alliages [Timet-00]

Température (°C)	Durée (heure)	Contraite (MPa)	Déformation plastique totale
600	100	150	0,082

Tableau 3 : Résultat typique d'un essai de fluage [Timet-00]

De plus, les tests de caractérisation en laboratoire ont montré que ses propriétés en fatigue (fig. 5) dépassent celles des TIMETAL 6242, TIMETAL 829 et TIMETAL 685, également développés pour le même type d'applications.

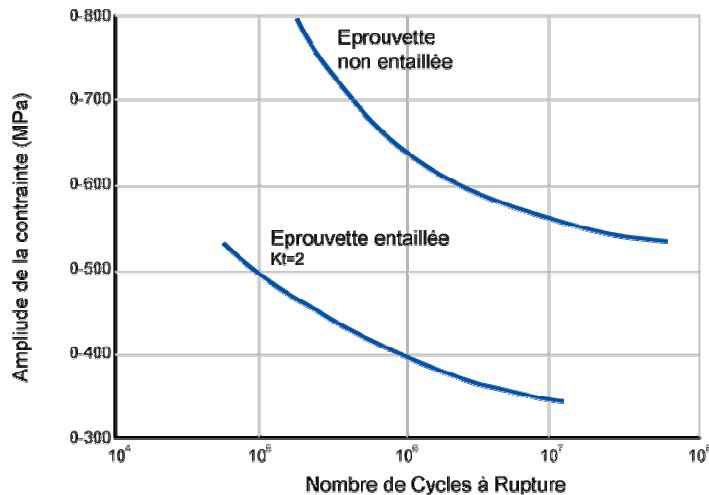


Figure 5: Résistance à la fatigue [Timet-00]

### II.1.4.2. Métallurgie de l'IMI 834

L'IMI 834 a été développé à partir de l'expérience acquise sur l'alliage de titane IMI 829, alliage quasi- $\alpha$ , utilisé pour des applications à haute température et qui contient, entre autre,

du silicium et du zirconium [Neal-88]. Ces éléments d'alliage permettent d'augmenter la résistance au fluage par durcissement structural en solution solide et par formation de précipités de  $(Ti, Zr)_xSi_3$  entre les lamelles [Singh-97]. L'IMI 829 est généralement traité thermomécaniquement dans le domaine  $\beta$ , ce qui permet d'obtenir une microstructure 100% lamellaire, possédant de bonnes caractéristiques en fluage. Par contre, ce traitement conduit également à la formation de grosses colonies limitant la résistance à la fatigue. Une microstructure fine plus adaptée, ne peut s'obtenir que par traitement dans le domaine  $\alpha/\beta$  où la croissance des grains  $\beta$ , rapide dans le domaine  $\beta$ , est inhibée par la présence de la phase  $\alpha$ .

Un traitement thermomécanique dans le domaine  $\alpha/\beta$  n'est envisageable à une échelle industrielle que si le domaine  $\alpha/\beta$  est suffisamment large pour permettre des opérations de forge à fraction de phase constante. L'IMI 834 a été développé dans cet esprit. Il contient plus d'éléments  $\beta$ -gènes que son prédécesseur. L'addition de carbone (élément  $\alpha$ -gène) aplatit la courbe d'approche du domaine  $\beta$  (fig. 6). Cet alliage peut donc être traité facilement dans le domaine  $\alpha/\beta$  [Neal-88], subir une grande variété de traitements thermomécaniques et par conséquent présenter une grande variété de microstructures.

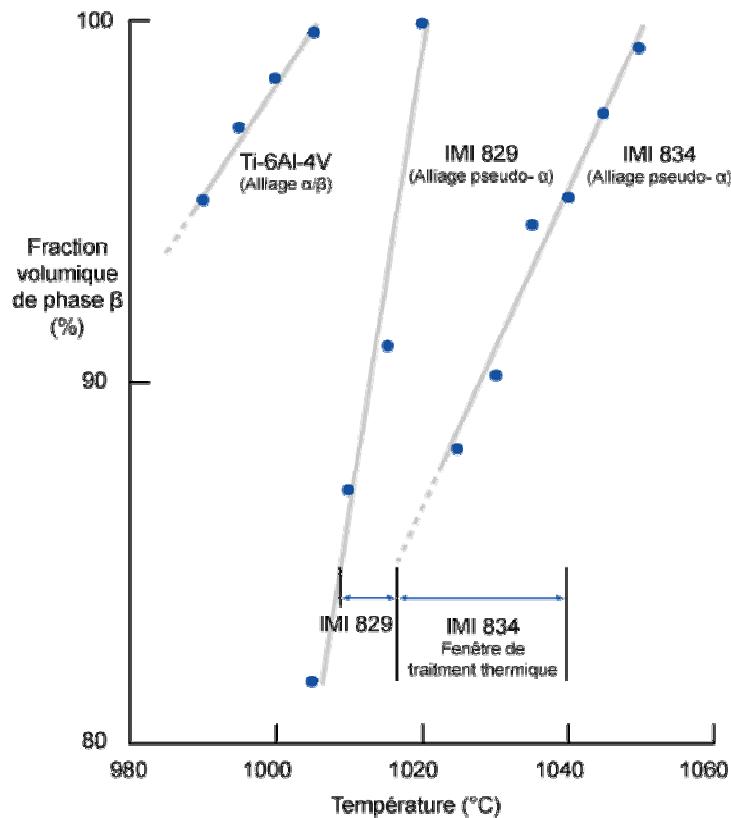


Figure 6: Courbe d'approche de la phase  $\beta$  de l'IMI 834 et d'autres alliages [Neal-88]

## **II.2. Mécanismes de déformation et d'adoucissement des phases $\alpha/\beta$**

La mise en forme de l'IMI 834 se fait par forgeage à haute température dans les domaines  $\beta$  et  $\alpha/\beta$ . A haute température, deux mécanismes sont en compétition lors de la déformation. L'augmentation de la densité de dislocations entraîne un durcissement appelé écrouissage. A l'opposé, du fait de la grande mobilité des discontinuités (lacunes, dislocations, ...) à haute température, on observe également une réorganisation locale ou une annihilation des dislocations qui conduit à un adoucissement.

### **II.2.1. Déformation dans le domaine $\beta$**

#### **II.2.1.1. Plasticité de la phase $\beta$**

La déformation plastique par glissement des dislocations dans les matériaux de symétrie cubique centré, se fait suivant les familles de systèmes résumées dans le tableau ci-dessous :

Direction de glissement	Plan de glissement	Nombre de systèmes
$\langle 111 \rangle$	$\{110\}$	12
$\langle 111 \rangle$	$\{112\}$	12
$\langle 111 \rangle$	$\{123\}$	24

Le critère de Schmid permet de prévoir quels systèmes de glissement seront activés en fonction de l'orientation d'un grain. Boas et Schmid ont supposé que les trois systèmes de glissement les plus contraints étaient actifs [Boas-35]. Ce processus conduit à une texture de déformation, formée d'orientations stables à la suite du glissement. Les rotations dues à l'activation de chacun des trois systèmes de glissement se compensent lorsque l'orientation stable est atteinte. Selon cette théorie, les matériaux de symétrie cubique centrée, en compression uniaxiale, développent une fibre  $\langle 111 \rangle$  parallèle à l'axe de compression lorsque les systèmes  $\{110\}\langle 111 \rangle$  sont actifs et deux fibres  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$  lorsque se rajoutent les systèmes  $\{112\}\langle 111 \rangle$  [Barrett-52]. Chaussy qui a étudié la compression à chaud d'un alliage de titane  $\beta$ -métastable, a observé le développement des deux fibres avec un renforcement de la fibre  $\langle 111 \rangle$  avec l'augmentation de la vitesse de déformation [Chaussy-94].

#### **II.2.1.2. Mécanismes d'adoucissement**

Les mécanismes d'adoucissement de la phase  $\beta$  sont attribués soit à restauration dynamique, soit à la recristallisation dynamique. On parle aussi de recristallisation dynamique continue ou discontinue. Chaze a reporté lors de la déformation dans le domaine  $\beta$  d'un alliage de  $\beta$ -Cez, l'existence simultanée des deux mécanismes [Chaze-94]. L'activité respective de chacun des mécanismes est fonction de la température de déformation mais également de la vitesse et du taux déformation.

### II.2.1.2.1. la restauration dynamique (ou recristallisation dynamique continue)

Au cours de la déformation, les dislocations peuvent s'annihiler ou se réarranger continûment en parois de faible désorientation (ou sous-joint). Ce mécanisme est courant dans les matériaux ayant une forte énergie de faute d'empilement. Les sous-grains ainsi formés vont progressivement se désorienter les uns par rapport aux autres, jusqu'à ce qu'ils puissent être considérés comme de nouveaux grains. La microstructure finale est formée de grains allongés dans lesquels les sous-grains possèdent une densité de dislocations uniforme (fig. 7). Les courbes 'contrainte-déformation' caractéristiques de ce mécanisme présentent un régime stationnaire après durcissement (fig. 8).

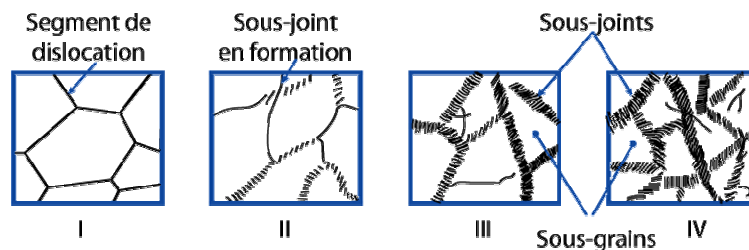


Figure 7: Schéma de la restauration dynamique [Delfosse-05]

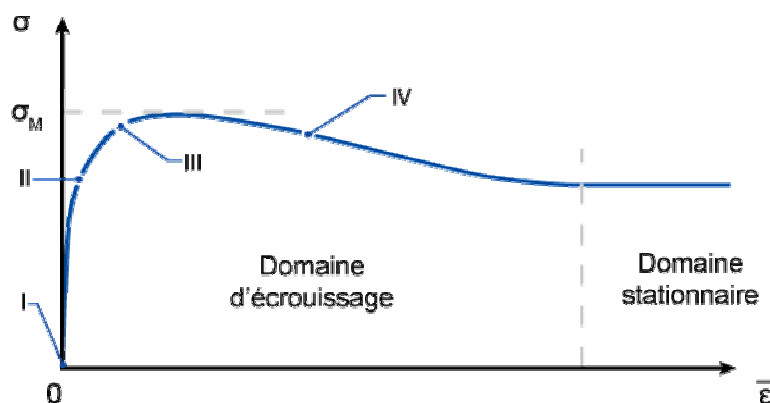


Figure 8: Courbe 'contrainte déformation' d'un matériau subissant de la restauration dynamique [Delfosse-05]

### II.2.1.2.2. La recristallisation dynamique discontinue

L'hétérogénéité de déformation dans le matériau implique que localement aux joints de grains, aux points triples, dans les bandes de cisaillement ..., le gradient de dislocations est si élevé que la formation de nouveaux grains devient possible pour des températures élevées. Ces grains grossissent dans la matrice écrouie. Néanmoins, la densité de dislocations de ces nouveaux grains augmente au cours de la déformation, ce qui entraîne une nouvelle germination : en fait la recristallisation dynamique est caractérisée par la germination et la croissance permanente de nouveaux grains. Elle permet l'élimination d'un grand nombre de dislocations par migration des joints de grains qui sont des puits à dislocations. Ce mécanisme est responsable d'un adoucissement important durant la déformation à chaud. L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation peut être de deux types: elle passe par un maximum

puis soit la contrainte diminue pour atteindre un état stationnaire, soit on observe des ondulations amorties, on parle alors de recristallisation cyclique (fig. 9).

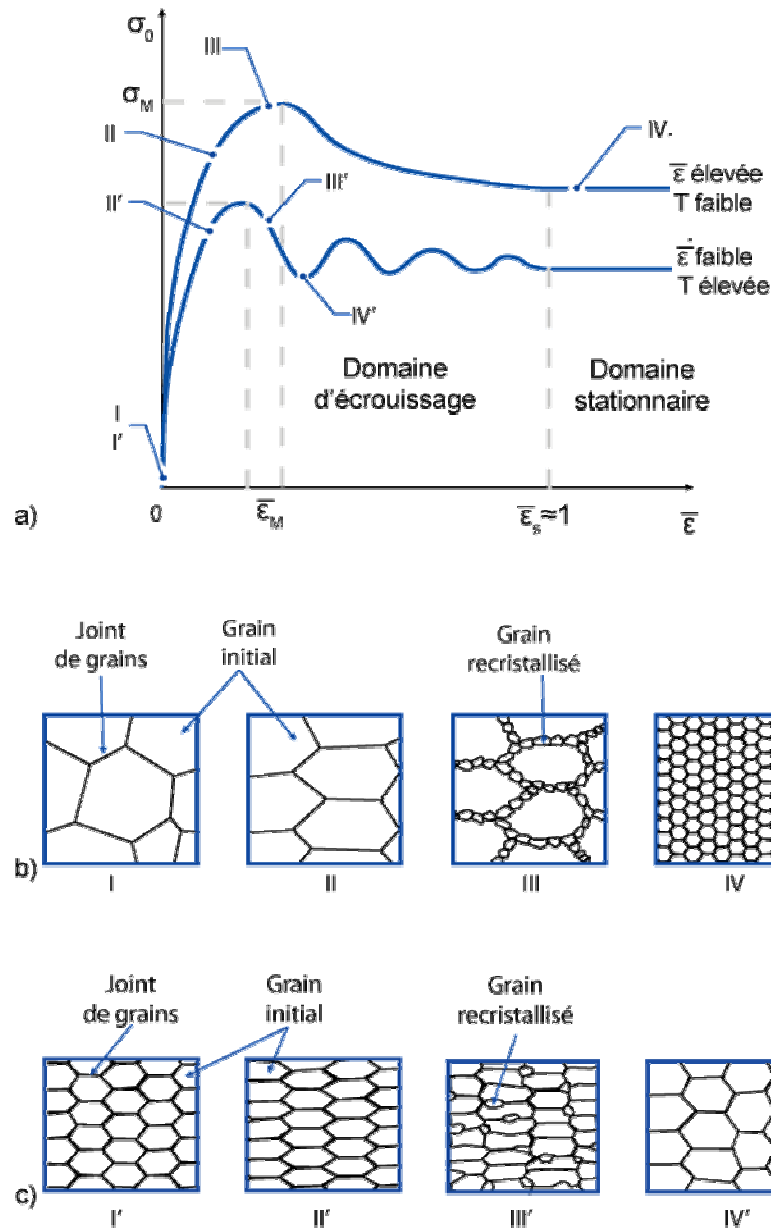


Figure 9: a) Courbes 'contrainte déformation' caractéristiques d'un matériau subissant une recristallisation dynamique discontinue. Schéma de la recristallisation b) en collier c) cyclique [Delfosse-05]

## II.2.2. Mécanismes de déformation et d'adoucissement dans le domaine $\alpha/\beta$

La déformation dans le domaine biphasé est plus complexe car elle fait intervenir les mécanismes de déformation et d'adoucissement des deux phases, bien qu'il soit souvent considéré que la phase  $\beta$ , plus ductile, accommode majoritairement la déformation.

### II.2.2.1. Plasticité des phases $\alpha/\beta$

La plasticité de la phase  $\beta$  a déjà été présentée au § précédent. La phase  $\alpha$ , elle, peut se déformer par glissement plastique ou par maclage, mais ce dernier n'est pas actif à haute

température. Les systèmes de glissement principaux de la phase  $\alpha$  sont les systèmes basal, prismatique et pyramidal. Les différents systèmes de glissement sont résumés dans le tableau ci-dessous [Partridge-67] :

Vecteur de Burgers	Direction de glissement	Plan de glissement	Nombre de systèmes
$\langle a \rangle$	$\langle 11.0 \rangle$	basal $\{00.1\}$	3
$\langle a \rangle$	$\langle 11.0 \rangle$	prismatique type I $\{10.0\}$	3
$\langle a \rangle$	$\langle 11.0 \rangle$	pyramidal type I $\{10.1\}$	6
$\langle c+a \rangle$	$\langle 11.3 \rangle$	pyramidal type II $\{11.2\}$	6
$\langle c \rangle$	$\langle 00.1 \rangle$	prismatique type I $\{10.0\}$	3
$\langle c \rangle$	$\langle 00.1 \rangle$	prismatique type II $\{11.0\}$	3

La scission critique de chacun de ces systèmes est influencée par les éléments d'alliage de la phase  $\alpha$  et par la température. Les systèmes les plus actifs à haute température sont les systèmes prismatique de type I et basal avec des rapports de scission critiques de 0.6-0.8 et 1 respectivement [Semiatin-01, Dunst-96, Lebensohn-97]. Lorsque aucun de ces systèmes ne peut être activé alors le glissement pyramidal de type II ( $\langle c+a \rangle$ ), peut également intervenir, mais avec un rapport de scission critique à haute température compris entre 6 et 8.

En plus du glissement intragranulaire des dislocations au niveau de chaque phase, il convient de considérer le comportement des dislocations aux interfaces  $\alpha/\beta$ . Deux cas sont possibles, soit l'interface  $\alpha/\beta$  peut être traversée par les dislocations, dans ce cas le glissement est continu aux joints de phases et offre peu de résistance au glissement, soit les dislocations s'immobilisent et s'accumulent aux joints de phases, ce qui conduit à un durcissement lors de la déformation [Suri-99].

### **II.2.2.2. Autres mécanismes spécifiques à une structure $\alpha$ lamellaire**

Lors de la déformation en  $\alpha/\beta$  d'une structure comprenant initialement des lamelles  $\alpha$ , d'autres mécanismes sont mis en jeu. En plus de la plasticité, l'apparition de microbandes de cisaillement, de plissement des lamelles doit être considérées. La déformation par plissement (ou kinking) a été détaillée par Orowan dans le cas d'un monocristal de zinc [Orowan-42] (fig. 10), et a été reportée par de nombreux auteurs dans les alliages de titane [Partridge-67, Bieler-02].

D'une manière générale, le comportement des lamelles, pendant la déformation en  $\alpha/\beta$ , est très sensible à leur orientation cristallographique et morphologique tout comme à leur taille. Par ailleurs, les lamelles déformées à haute température, se fractionnent et finissent par former des globules. Ce fractionnement commence dans les zones les plus fortement déformées comme à l'intérieur des bandes de cisaillement ou dans les kinks de lamelles.

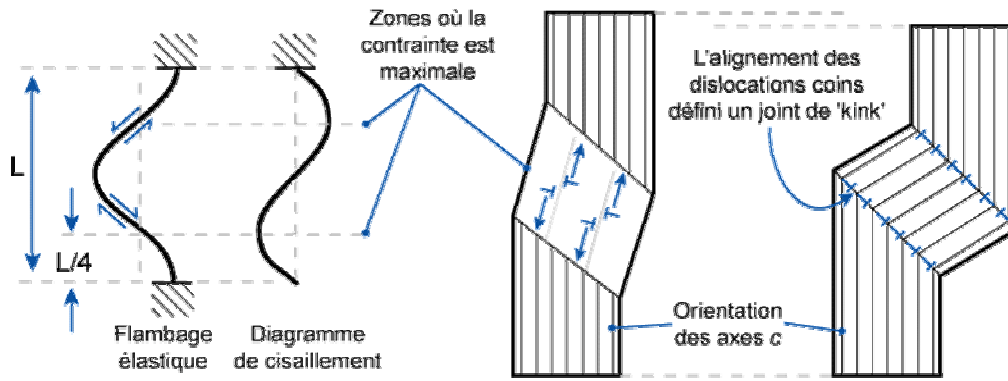


Figure 10: Mécanisme de déformation par plissement, proposé par Hess suite aux recherches d'Orowan [Hess-49]

## **II.3. Application des alliages de titane dans les moteurs d'avions**

### **II.3.1. Historique**

Les matériaux utilisés dans les moteurs doivent, non seulement, avoir d'excellentes propriétés mécaniques, mais aussi une faible densité. Les alliages de titane ont donc progressivement remplacé les superalliages trop denses pour les pièces soumises à des températures allant jusqu'à 600°C.

Des avaries moteurs prématurées causées par la rupture de rotors ou de turbines ont révélé la présence de défauts, qui n'existaient pas dans les superalliages, indiquant une mauvaise maîtrise de l'élaboration des pièces en titane (fig. 11) [NTSB-00]. Deux types de défaut sont principalement mis en cause :

- les "hard  $\alpha$ "
- la sensibilité au "cold dwell"

Ces défauts, difficiles à détecter et relativement rares (ils ne sont pas présents dans toutes les pièces), ont dès lors fait l'objet d'études intensives.



**Figure 11 : Disque reconstruit à partir des débris du crash de Sioux City 1989, avarie causée par la présence d'un hard  $\alpha$  [NTSB-90]**

Les "hard  $\alpha$ " apparaissent lors de la fonderie du lingot et ne sont pas éliminés par les traitements thermomécaniques de transformation d'un lingot en billette puis en disque. Ils correspondent à des régions où la forte concentration en oxygène ou en hydrogène stabilise la phase  $\alpha$  lors du procédé de fabrication et produit localement des régions très dures et peu ductiles qui constituent des sites privilégiés d'amorçage de fissures. L'industrie a déployé beaucoup de moyens pour limiter l'apparition des "hard  $\alpha$ " lors de la fonderie et pour les détecter lors de la fabrication des rotors [AIA-97]. De nouvelles technologies<sup>1</sup> combinées à des études statistiques sur la détection ont permis d'améliorer significativement la qualité de pièces en titane de ce point de vue [FAA-00].

---

<sup>1</sup> De nouveaux procédés de fonderie comme le "triple vacuum arc remelted" (3xVAR) ou le "Electron Beam Cold Hearth Melting (EBM) ont permis d'améliorer la qualité des lingots [Mitchell-98]. L'imagerie haute résolution par ultrasons a été développée pour contrôler les pièces tout au long de leur élaboration.



## II.3.2. La sensibilité au "cold dwell"

### II.3.2.1. Historique

La sensibilité au "cold dwell" a été documentée en 1972, suite à une avarie moteur causée par la rupture de deux disques en IMI 685, dans un moteur Rolls-Royce [Bache-03]. Ces disques répondaient alors à tous les critères exigés en fatigue. Cette rupture prématurée et inexplicable était le signe que des facteurs encore non identifiés, influencent le comportement en fatigue des alliages de titane. La caractérisation de la résistance à la fatigue par un test traditionnel, impliquant une suite de charge et de décharge, s'est avérée insuffisante. Les sollicitations des pièces sont beaucoup plus complexes et correspondent d'avantage à des suites de charge, maintien, décharge, de même que des montées et descentes en température (fig. 12a).

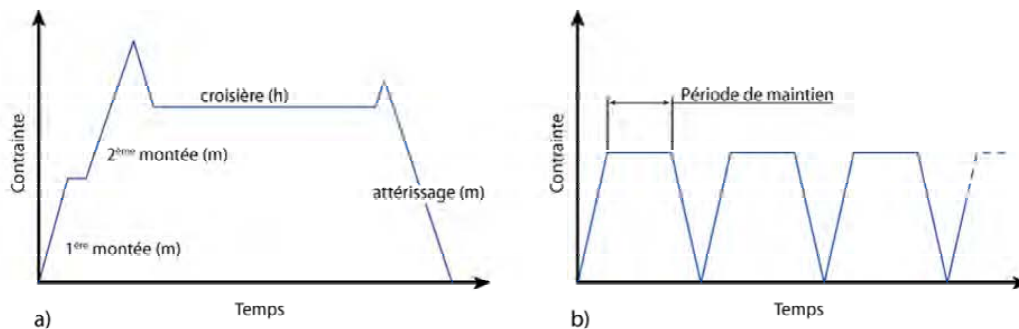


Figure 12 : a) Charge subie par un moteur d'avion au cours d'un vol [Bache-03], b) Dwell fatigue cycle

En effet, certains alliages présentent une différence de comportement lors d'essais de fatigue "traditionnels" et lors d'essais de fatigue réalisés en maintenant la charge, dits "dwell fatigue", (fig. 12b). Ce comportement atypique, appelé sensibilité au "cold dwell", est **caractérisé** par une **diminution globale du nombre de cycles à rupture** (fig. 13). Les phénomènes à l'origine de cette sensibilité ont fait dès lors l'objet de nombreuses recherches.

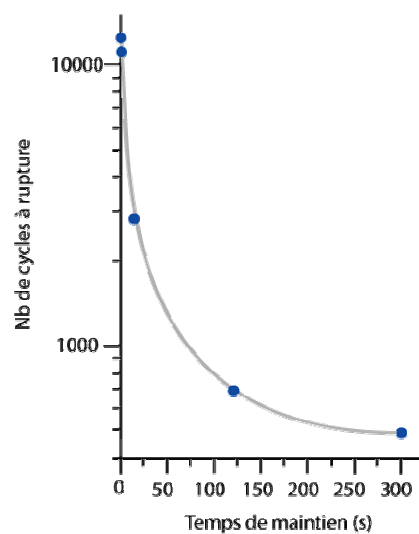


Figure 13 : Influence du temps de maintien d'une charge de 880MPa lors d'un essai de "dwell fatigue" - alliage IMI 834 [Bache-97]

### II.3.2.2. La sensibilité au "cold dwell" dans l'IMI 834

L'IMI 834 bien que développé spécifiquement pour une excellente tenue en fatigue [Neal-88], présente une forte sensibilité au "cold dwell" [Bache-97]. La figure 14 donne les courbes de fatigue de l'IMI 834 en fatigue traditionnelle et dwell fatigue pour l'IMI 834 en barre et en disque.

La figure 14 indique clairement la différence de comportement entre les deux produits semi-finis : Le matériau en disque présente une durée de vie amoindrie d'un facteur 10 pour une contrainte de 850MPa.

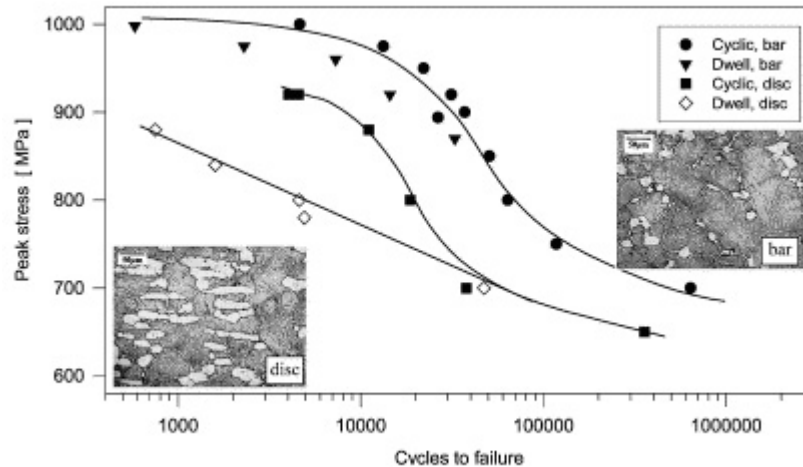


Figure 14: Tests de fatigue d'un IMI 834 [Bache-97]

La diminution du nombre de cycles à rupture lors du maintien de la charge fut d'abord attribuée à des **hétérogénéités de microstructure**. En effet, les deux produits semi-finis présentent des différences marquées de morphologie des grains  $\alpha_p$  (fig. 14). Ces derniers sont relativement équiaxes et finement distribués dans le matériau en barre alors qu'ils sont plutôt allongés et agglomérés dans certaines régions des disques.

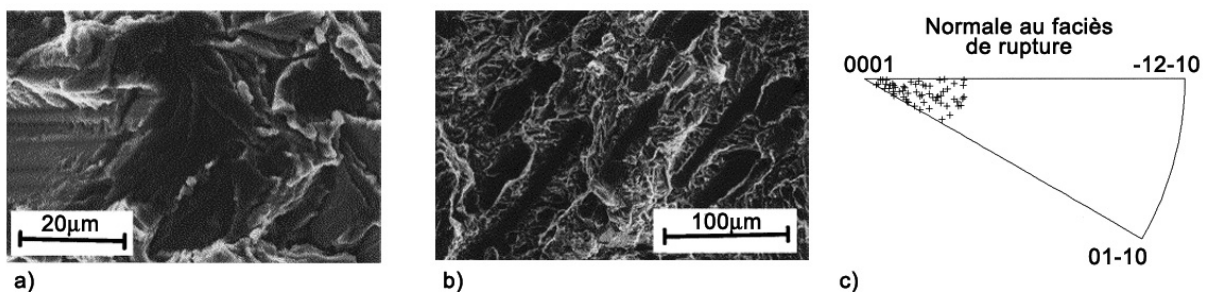


Figure 15: Observation des faciès de rupture: a) dans la barre, b) dans le disque c) projection de l'orientation des grains clivés sous forme de figure de pôles inverse [Bache-97]

Les faciès de rupture en dwell fatigue se caractérisent par la présence de facettes de clivage perpendiculaires à la contrainte appliquée. Ces facettes apparaissent à la fois dans les grains  $\alpha_p$  et dans les colonies  $\alpha_s$  mais présentent des morphologies différentes dans chacun des produits semi-finis. Dans les barres, les facettes sont de petite taille, relativement équiaxes et assez dispersées sur tout le faciès de rupture (fig. 15a), alors que pour les disques, elles sont de plus grande taille, allongées et plutôt agglomérées (fig. 15b). Bache et al. ont montré par une analyse individuelle des facettes de clivage en EBSD que le plan de clivage correspondait

principalement au plan basal (fig. 15c). Ce rôle prépondérant du plan basal dans les mécanismes d'endommagement a, par ailleurs, été confirmé lors de tests de fatigue in situ sur un alliage de Ti-6Al-4V [Bridier-05].

La sensibilité au "cold dwell" semble donc causée par la présence locale de grains présentant une texture locale marquée et/ou des grains  $\alpha_p$  plutôt allongés.

### **II.3.2.3. Caractéristiques des régions défavorables en fatigue**

La sensibilité au "cold dwell" semble donc liée à la morphologie des grains  $\alpha_p$  et également à la texture du matériau. Indépendamment des essais de dwell fatigue, la présence de régions avec une texture locale très marquée et de régions avec des grains  $\alpha_p$  fortement allongés a déjà été observée dans les alliages de titane.

McDarmaid a reporté dans un Ti-6Al-4V fortement texturé, la présence d'une alternance de bandes où les grains  $\alpha_p$  peuvent être soit fortement allongés soit plutôt équiaxes. [McDarmaid-85]. Il a été constaté une différence de comportement de chacune des bandes en déformation superplastique. La morphologie des grains  $\alpha_p$  est liée au procédé d'obtention de la microstructure bimodale. Jackson et al ont étudié la déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$  de l'alliage 6246 (proche de l'IMI834) [Jackson-02]. Les auteurs ont montré que l'allongement des grains  $\alpha_p$  augmente avec le taux de déformation et la vitesse de déformation. Brun et al détaillent les paramètres permettant d'obtenir une microstructure bimodale homogène dans les matériaux massifs. D'après ces travaux, un paramètre important est la répartition homogène des particules  $\alpha_p$  dans la matrice  $\beta$  au moment de la déformation [Brun-98]. En effet, lorsque la répartition des grains  $\alpha_p$  n'est pas homogène, on observe une croissance locale des grains  $\beta$  pendant le traitement thermomécanique et une détérioration des propriétés mécaniques.

Concernant la présence de zones fortement texturées, Le Biavant a observé des régions associées à une texture cristallographie marquée, comportant une composante unique dans un alliage de Ti-6Al-4V. D'une région à une autre, l'orientation préférentielle des grains  $\alpha_p$  peut changer radicalement et une différence de densité d'apparition des fissures en fatigue a été notée dans ces régions [LeBiavant-00]. La même observation a été faite dans un alliage de 6242 (titane quasi- $\alpha$ ) [Woodfield-95]. Woodfield a noté également une influence de ces zones sur la tenue au fluage.

## *Chapitre III. Développements méthodologiques*

▪ <b>III.1. Analyse des orientations individuelles par EBSD .....</b>	<b>28</b>
▪ III.1.1. Notion d'orientation individuelle.....	28
▪ III.1.2. Acquisition des données EBSD.....	31
▪ III.1.2.1. Le principe de l'EBSD .....	31
▪ III.1.2.2. Le dispositif expérimental .....	32
▪ III.1.2.3. Acquisition en mode 'cartographie' .....	32
▪ III.1.3. Exploitation courante des données EBSD.....	32
▪ III.1.3.1. Correction des données .....	32
▪ III.1.3.2. Représentation standard .....	33
▪ III.1.3.3. Calcul de la fonction de texture.....	33
▪ <b>III.2. Un outil pour caractériser l'anisotropie de texture: les facteurs de Kearns généralisés .....</b>	<b>34</b>
▪ III.2.1. Expression des facteurs de Kearns .....	34
▪ III.2.2. Facteurs de Kearns généralisés .....	34
▪ III.2.3. Représentation .....	35
▪ <b>III.3. Identification des orientations <math>\alpha_p/\alpha_s</math> sur la carte EBSD.....</b>	<b>37</b>
▪ III.3.1. Méthode retenue pour séparer les orientations $\alpha_p$ et $\alpha_s$ .....	37
▪ III.3.1.1. Caractéristique physique distinguant les deux populations.....	37
▪ III.3.1.2. Origine du contraste en imagerie BSE .....	38
▪ III.3.1.3. Méthode retenue .....	39
▪ III.3.2. Mise en œuvre : Corrélation des données EBSD et d'imagerie BSE .....	39
▪ III.3.2.1. Acquisition et correction additionnelle des données.....	39
▪ III.3.2.2. Séparation automatique des grains $\alpha_p$ et des colonies $\alpha_s$ sur la carte EBSD ....	41
▪ III.3.3. Efficacité de la méthode .....	42
▪ <b>III.4. Restitution de la texture et microstructure de la phase <math>\beta</math> haute température .....</b>	<b>43</b>
▪ III.4.1. Groupement des colonies $\alpha_s$ héritées d'un même grain $\beta$ .....	43
▪ III.4.1.1. Critère d'identification .....	43
▪ III.4.1.2. Mise en œuvre .....	45
▪ III.4.2. Calcul de l'orientation $\beta$ .....	46
▪ III.4.2.1. Cas d'une relation de Burgers stricte .....	46
▪ III.4.2.2. Cas d'une relation de Burgers approximative .....	47
▪ III.4.2.3. Unicité de l'orientation $\beta$ .....	48
▪ III.4.2.4. Procédure de recherche de l'orientation $\beta$ et construction de la carte $\beta$ .....	49
▪ III.4.3. Validation de la méthode.....	50
▪ III.4.3.1. Procédure expérimentale et résultats.....	50
▪ III.4.3.2. Discussion concernant l'efficacité de la méthode .....	52

Ce travail est centré sur une étude détaillée des hétérogénéités de texture qui se développent dans une billette en alliage de titane IMI 834 dont la microstructure est bimodale. Dans ce cadre, les textures locales ont été caractérisées par mesure automatique des orientations individuelles d'un grand nombre de grains à l'aide de la technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction). La première partie de ce chapitre présente un rappel de cette technique.

Pour quantifier l'anisotropie de texture de zones fortement texturées de la billette, nous utilisons notamment les facteurs de Kearns. Ces facteurs permettent de quantifier le moment d'ordre 2 d'axes- $c$  par rapport à une direction macroscopique particulière et sont, de ce fait, très utiles pour évaluer l'anisotropie des propriétés physiques d'ordre 2 des matériaux hexagonaux. Ils peuvent être généralisés à toutes les directions de l'espace et ainsi permettre de quantifier les hétérogénéités de texture de la billette et décrire simplement les propriétés moyennes des zones fortement texturées. Le détail du calcul de ces facteurs est décrit dans la deuxième partie de ce chapitre.

Par ailleurs, pour étudier la formation des hétérogénéités de texture au cours du procédé de forge, la connaissance de la microtexture mesurée directement par EBSD à température ambiante, n'est pas suffisante. Il faut aussi connaître les microtextures qui se développent au sein de la billette, lors de la déformation à chaud en  $\alpha_p/\beta$  et la microtexture de transformation  $\beta \rightarrow \alpha_s$ . Pour obtenir ces informations, différents développements méthodologiques ont été réalisés. Ils comprennent d'abord l'identification automatique des orientations des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$  sur les cartes EBSD. Les résultats obtenus permettent d'étudier la contribution de chaque population de grains, à la formation des hétérogénéités de texture de la billette. Par ailleurs, une méthode a été développée pour restituer automatiquement la microtexture de la phase  $\beta$  haute température à partir de la cartographie d'orientations des colonies  $\alpha_s$  héritées à température ambiante. L'ensemble de ces développements est présenté en détail dans la troisième et quatrième partie de ce chapitre.

### **III.1. Analyse des orientations individuelles par EBSD**

#### **III.1.1. Notion d'orientation individuelle**

Un matériau polycristallin est formé d'un agrégat de grains d'orientations différentes. A l'échelle macroscopique, la statistique de distribution de ces orientations, désignée par texture cristallographique, a un effet important sur le comportement anisotrope d'un polycristal. Pour définir l'orientation d'un grain dans le matériau, il est nécessaire de considérer deux repères (fig. 1) :

- *le repère  $K_A$* , lié à l'échantillon, appelé repère macroscopique, dont les axes sont souvent choisis en fonction de la symétrie du procédé d'élaboration.
- *le repère  $K_B$* , lié au grain, appelé repère cristallin, dont les axes sont choisis en fonction de la symétrie de réseau du cristal considéré.

*Dans un cristal de symétrie cubique*, les axes du repère  $K_B$  coïncident avec les directions cristallographiques  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 010 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$ . Il existe alors 24 repères cristallins équivalents par symétrie, qui se déduisent les uns des autres par les 24 éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du réseau cubique [Humbert-95].

Dans le réseau hexagonal, les axes du repère  $K_B$  sont parallèles aux directions cristallographiques  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ,  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ ,  $\langle 0001 \rangle$ . Il existe alors 12 repères cristallins équivalents par symétrie [Humbert-95].

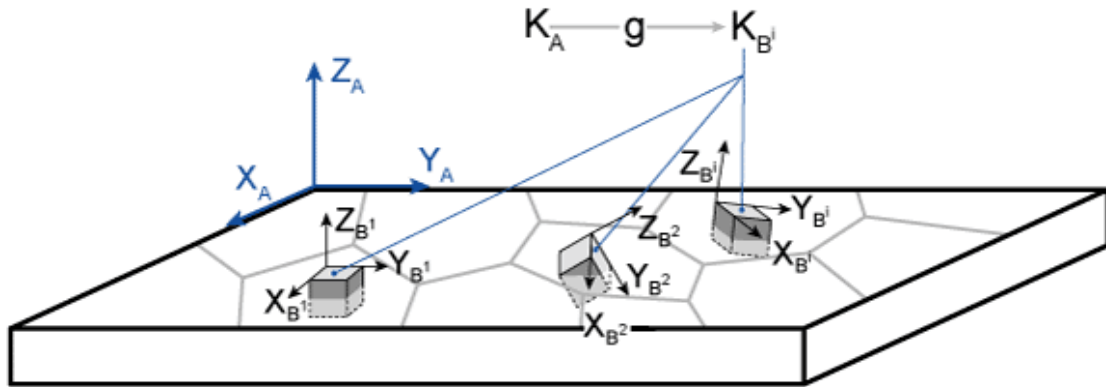


Figure 1: Correspondance entre le repère de l'échantillon  $K_A$  et les repères cristallins  $K_B^i$

L'orientation d'un cristal est définie par la rotation  $g$  qui permet d'amener le repère macroscopique  $K_A$  en coïncidence avec le repère  $K_B$ , abstraction faite de toute translation. On peut noter qu'il existe un ensemble de rotations équivalentes caractérisant la même orientation :

$$\{S_i \cdot g\} \quad (1)$$

avec  $\{S_i\}$  correspondant aux éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du cristal considéré.

Ces rotations peuvent être décrites de différentes manières. Les notations les plus souvent utilisées dans ce travail sont rappelées ci-dessous.

- Représentation angulaire : Toute rotation  $g$  peut se décomposer en une suite de 3 rotations élémentaires :

$R(\varphi_1, Oz)$  : Une rotation d'angle  $\varphi_1$  autour de l'axe  $Oz$  du repère  $K_A$ , qui mène le repère  $K_A$  en  $K'$  ( $Ox'$ ,  $Oy'$ ,  $Oz$ ).

$R(\phi, Ox')$  : Une rotation d'angle  $\phi$  autour de l'axe  $Ox'$  du repère  $K'$ , qui mène le repère  $K'$  en  $K''$  ( $Ox'$ ,  $Oy''$ ,  $Oz''$ )

$R(\varphi_2, Oz'')$  : Une rotation d'angle  $\varphi_2$  autour de l'axe  $Oz''$  du repère  $K''$ , qui mène le repère  $K''$  en  $K_B$ .

Les angles  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  forment le triplet d'angles d'Euler caractérisant la rotation  $g$  (fig. 2).

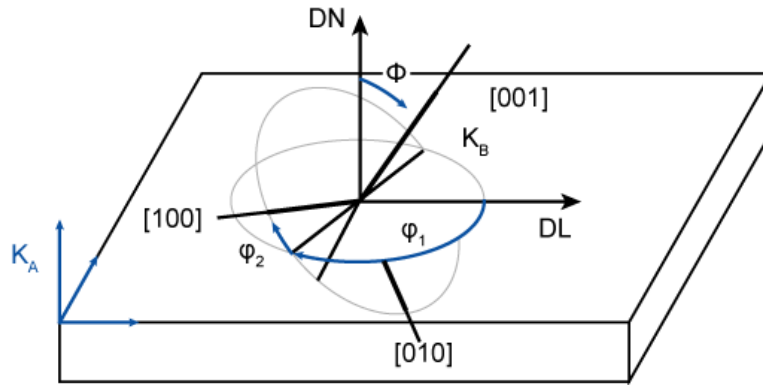


Figure 2 : Définition des angles d'Euler

- *Représentation matricielle* : La rotation  $g$  peut également être définie par une matrice de changement de base  $M(g)$  qui permet le calcul des composantes d'un vecteur, défini dans le repère  $K_B$ , dans le repère  $K_A$  :

$$\begin{aligned} K_A &\rightarrow K_B \\ V_{K_A} &= M(g) \cdot V_{K_B} \end{aligned} \quad (2)$$

En décomposant la rotation selon les 3 rotations citées ci-dessus, on aboutit à :

$$M(g) = \begin{pmatrix} c_1 c_2 - s_1 s_2 c & -c_1 s_2 - s_1 c_2 c & s_1 s \\ s_1 c_2 + c_1 s_2 c & -s_1 s_2 + c_1 c_2 c & -c_1 s \\ s_2 s & c_2 s & c \end{pmatrix} \quad (3)$$

avec :

$$\begin{aligned} c &= \cos \phi & s &= \sin \phi \\ c_1 &= \cos \varphi_1 & s_1 &= \sin \varphi_1 \\ c_2 &= \cos \varphi_2 & s_2 &= \sin \varphi_2 \end{aligned}$$

- *Représentation axe - angle* : On peut décrire la rotation  $g$  comme une rotation d'un angle  $\omega$  autour d'un axe unitaire  $\vec{d}$  :

$$\omega = \min(\omega_i) = \min_{S_i} \left( \arccos \left( \frac{\text{Trace}(M(g) \cdot S_i) - 1}{2} \right) \right) \quad (4)$$

$S_i$  : les éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du cristal considéré.

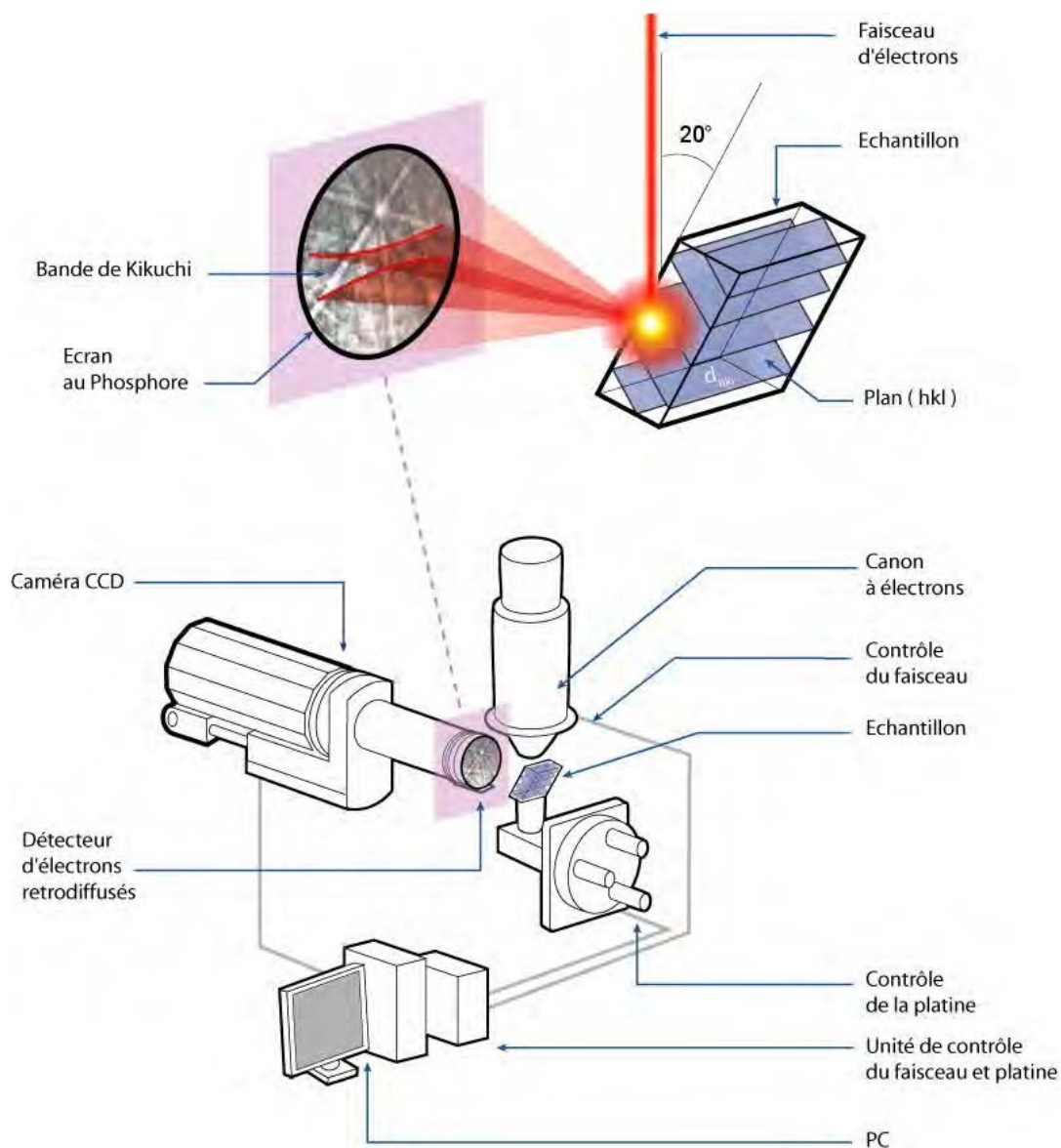
$$\vec{d} = \begin{pmatrix} d_1/N \\ d_2/N \\ d_3/N \end{pmatrix}, \text{ avec :} \quad \begin{aligned} d_1 &= M(2,3) - M(3,2) \\ d_2 &= M(3,1) - M(1,3) \\ d_3 &= M(1,2) - M(2,1) \end{aligned} \quad \text{et } N = \sqrt{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2}$$



### **III.1.2. Acquisition des données EBSD**

#### **III.1.2.1. Le principe de l'EBSD**

La technique EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) permet de déterminer l'orientation des grains dans un échantillon par indexation des diagrammes de Kikuchi [Schwarzer-93]. Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons sur le grain dont on souhaite connaître l'orientation. Les électrons rétrodiffusés, en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs environnants vont diffractés selon deux cônes de diffraction, pour chaque plan réflecteur. L'intersection de ces cônes avec un écran de détection, forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble constitue le diagramme de Kikuchi. Une indexation rationnelle des différentes droites permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain connaissant sa structure cristalline. (fig. 3)



**Figure 3 : Principe de l'EBSD**



### **III.1.2.2. Le dispositif expérimental**

Dans la pratique, l'échantillon parfaitement poli, est placé dans un microscope électronique à balayage. Il est incliné de sorte que la normale à sa surface et le faisceau d'électrons forment un angle de 70°. Cette géométrie permet d'obtenir une efficacité maximale. Le dispositif est constitué d'un écran fluorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment le diagramme et d'une caméra qui prend en temps réel l'image des diagrammes. Ces données sont ensuite exploitées par un logiciel d'indexation automatique qui calcule l'orientation cristallographique correspondante.

### **III.1.2.3. Acquisition en mode 'cartographie'**

Pour caractériser la distribution spatiale des orientations de l'échantillon en corrélation avec la microstructure, le système EBSD est utilisé en mode 'cartographie' avec le faisceau d'électrons se déplaçant suivant une grille prédéfinie, sur la surface à analyser. Le pas de déplacement du faisceau, détermine la résolution de la carte EBSD. Pour couvrir des surfaces supérieures à 1mm<sup>2</sup>, il est nécessaire d'acquérir plusieurs cartes en mode 'cartographie', séparées par un déplacement platine. En chaque point de la grille, le système procède à l'acquisition et à l'indexation du diagramme de Kikuchi. Le fichier de données contient notamment pour chaque point analysé :

- les coordonnées du point
- la nature de la phase détectée
- l'orientation correspondante
- l'indice de qualité<sup>1</sup> (IQ) du diagramme de Kikuchi.

L'ensemble de ces données est ensuite exploité par un module d'analyse qui génère diverses représentations graphiques et en particulier les cartographies d'orientations.

## **III.1.3. Exploitation courante des données EBSD**

### **III.1.3.1. Correction des données**

Lors d'une acquisition en mode automatique, plusieurs diagrammes de Kikuchi théoriques peuvent correspondre à un même jeu de bandes identifiées sur le diagramme expérimental. Dans ce cas, l'orientation déterminée n'est pas fiable. Pour limiter ces erreurs d'indexation, il est possible d'augmenter les nombres de bandes utilisées pour la recherche de la solution. Par contre, lorsque ce nombre est trop important, le nombre de points non-indexés augmente. Il faut donc trouver un compromis entre tous les paramètres d'acquisition (qualité du diagramme, précision dans la détection des bandes, nombre de bandes ...) pour obtenir le plus grand nombre de données fiables.

De ce fait, les données brutes d'acquisition doivent être corrigées. Différentes méthodes de filtrage permettent d'identifier et de supprimer les erreurs d'indexation. Par ailleurs, il est courant d'associer aux points non indexés, les orientations majoritaires de leurs voisinages

---

<sup>1</sup> *L'indice de qualité d'un diagramme* décrit l'intensité moyenne des bandes de diffraction par rapport au bruit de fond. Il est très sensible aux imperfections locales du cristal telles que les dislocations [Randle-92]. En général, les diagrammes de diffraction sont de mauvaise qualité aux joints de grains (superposition de plusieurs diagrammes, topologie, ...) ou dans des zones fortement déformées (densité de dislocations élevée). De ce fait, une carte de l'IQ permet de visualiser la microstructure.

immédiats. La qualité finale de la cartographie obtenue est donc directement liée aux conditions d'acquisition des données et à leur post-traitement.

### III.1.3.2. Représentation standard

Il existe de nombreuses représentations des données EBSD. Nous ne décrivons ici que les représentations les plus courantes, qui seront utilisées dans la suite du travail.

*Les cartographies d'orientations et de désorientations* sont générées en affectant à chaque pixel et à la frontière entre pixels, une couleur liée à son orientation ou à la désorientation entre pixels. Ces cartographies permettent d'étudier la distribution spatiale des orientations en relation avec d'autres paramètres de la microstructure. Il est fréquent d'associer à ces cartographies, les *figures de pôles* des principaux plans réflecteurs de la structure cristalline ou les *figures de pôles inverses* repérant les directions macroscopiques de l'échantillon par rapport aux directions principales de la structure cristalline. Enfin, il est possible d'obtenir des données statistiques sur la distribution de la taille et de la morphologie des grains. L'ensemble des pixels appartenant à un même grain s'obtient en regroupant les pixels voisins dont la désorientation angulaire n'excède pas un certain seuil.

### III.1.3.3. Calcul de la fonction de texture

L'ensemble des mesures d'orientations individuelles permet aussi de caractériser la texture du matériau. Par contre, il faut au préalable s'assurer que les mesures EBSD couvrent un nombre de grains suffisamment important, représentatif du matériau.

Pour caractériser la texture du matériau, on calcule la fonction de distribution des orientations (FDO), notée  $f(g)$  qui par définition correspond à la fraction volumique de cristallites ayant une orientation  $g$  à  $dg$  près :

$$\frac{dV}{V} = f(g) dg \quad (5)$$

où  $g$  est l'orientation du cristal définie au § III.1.1.

A chaque mesure d'orientation  $g$ , on associe une fonction gaussienne centrée sur l'orientation et de largeur à mi-hauteur  $b$ . La fonction  $f(g)$  est alors la superposition de ces gaussiennes. Elle peut ensuite être développée en série sur la base de fonctions harmoniques sphériques généralisées suivant le formalisme proposé par Bunge [Bunge-82] :

$$f(g) = \sum_{\ell=0}^{\ell_{\max}} \sum_{m=-\ell}^{\ell} \sum_{n=-\ell}^{\ell} C_{\ell}^{mn} T_{\ell}^{mn}(g) \quad (6)$$

avec  $\ell$  un nombre entier positif et  $m, n$  des entiers.

$C_{\ell}^{mn}$  : les coefficients de texture

$\ell_{\max}$  dépend de l'acuité de la texture

Pour caractériser l'acuité de texture, on utilise l'indice de texture défini comme suit :

$$J = \int f^2(g) dg = \sum_{\ell, \mu, \nu} \frac{1}{2\ell + 1} |C_{\ell}^{\mu\nu}|^2 \quad (7)$$

### III.2. Un outil pour caractériser l'anisotropie de texture: les facteurs de Kearns généralisés

La billette est un semi-produit présentant souvent des hétérogénéités de texture locale très prononcées. Les régions fortement texturées, correspondent à des zones dans lesquelles les grains ont en majorité une orientation proche ou des axes- $c$  presque parallèles. Ces textures locales très particulières, sont à l'origine d'une réduction significative des propriétés du matériau, comme décrit dans la partie bibliographique (chapitre II). Il serait donc intéressant de disposer d'un outil permettant de quantifier l'anisotropie locale du matériau pour ensuite décrire les propriétés moyennes des zones fortement texturées.

Dans cet objectif, il peut être utile d'introduire les facteurs de Kearns,  $F_i$ . Ces derniers permettent en effet de quantifier le moment d'ordre 2 des axes  $c$  dans les 3 directions macroscopiques principales. Ils sont très utilisés dans l'industrie nucléaire en particulier, pour calculer les propriétés moyennes représentées par un tenseur de rang 2, comme la dilatation thermique [Diz-92a]. Il est possible de généraliser le calcul de ces facteurs à toutes les directions de l'espace et ainsi de déterminer la direction pour laquelle ils sont les plus importants.

#### III.2.1. Expression des facteurs de Kearns

Les facteurs de Kearns correspondent au moment d'ordre 2 du cosinus directeur de l'axe- $c$  par rapport aux directions  $(\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$  du repère macroscopique  $K_A$ . Ils se calculent comme suit :

$$f_i = \oint (\vec{c} \cdot \vec{e}_i)^2 \cdot f(g) dg = \oint \cos^2(\psi_i) \cdot f(g) dg \quad (8)$$

Il est possible d'exprimer ces facteurs en fonction des coefficients de texture. En suivant le formalisme de Bunge, on obtient pour le facteur de Kearns  $F_3$  [Bunge-82]:

$$F_3 = \frac{1}{3} + \frac{2}{15} C_2^{10*} = \frac{1}{3} + \frac{2}{15} C_2^{10} \quad (9)$$

Ici \* désigne la quantité conjuguée. On peut noter que, dans le cas particulier des symétries hexagonales la partie imaginaire de  $C_2^{10}$  est nulle alors  $C_2^{10} = C_2^{10*}$  [Humbert-90].

#### III.2.2. Facteurs de Kearns généralisés

Le facteur de Kearns  $F_3$  a été calculé pour le repère macroscopique  $K_A$ . Il est possible de définir l'expression des facteurs de Kearns dans un autre repère,  $K_A'$ , de vecteur de base  $(\vec{e}_1', \vec{e}_2', \vec{e}_3')$

$$F'_3 = \oint (\vec{c} \cdot \vec{e}_3')^2 \cdot f(g) dg \quad (10)$$

Pour effectuer ce changement de repère, il est plus pratique d'exprimer la fonction de texture dans  $K_A'$ . Pour cette raison,  $f(g)$  sera remplacée par  $f'(g')$ . En conséquence,  $F'_3$  devient:

$$F'_3 = \frac{1}{3} + \frac{2}{15} C_2^{10} \quad (11)$$

Le coefficient  $C_2^{10*}$  défini dans  $K_A'$ , peut aussi s'exprimer à partir des coefficients  $C_2^{\ln*}$  exprimés dans  $K_A$  (expression 14.6 dans [Bunge-82]).

$$C_2^{10*} = \sum_{n=-2}^{+2} C_2^{\ln*} \dot{T}_2^{\ln*}(g_A) \quad (12)$$

avec  $g_A$  : la rotation qui transforme  $K_A'$  en  $K_A$ .

et  $\dot{T}$  désigne l'orthogonalité du tenseur  $T$

Si l'axe  $\bar{e}'_3$  du repère  $K_A'$  est défini par l'angle d'azimut  $\beta$  et l'angle de déclinaison  $\alpha$  dans le repère  $K_A$ , alors on peut montrer que  $F'_3$  s'exprime de la façon suivante :

$$\begin{aligned} F'_3 = w(\alpha, \beta) = & \frac{1}{3} + \frac{2}{15} C_2^{10} (3 \cos^2(\alpha) - 1) \\ & + \frac{2\sqrt{2}}{5\sqrt{3}} \sin(\alpha) \cos(\alpha) [Re(C_2^{11}) \cos(\beta) - Im(C_2^{11}) \sin(\beta)] \\ & + \frac{\sqrt{2}}{5\sqrt{3}} (1 - \cos^2(\alpha)) [Re(C_2^{12}) \cos(2\beta) - Im(C_2^{12}) \sin(2\beta)] \end{aligned} \quad (13)$$

On peut noter que pour certaines valeurs particulières de  $\alpha$  et  $\beta$ , on retrouve l'expression traditionnelle des facteurs de Kearns:

$$F_1 = w(0, 90)$$

$$F_2 = w(90, 90)$$

$$F_3 = w(0, 0)$$

Cette fonction va permettre de calculer la valeur du moment d'ordre 2 par rapport à toutes les directions de l'espace et ainsi de connaître celle pour laquelle il est maximum.

### **III.2.3. Représentation**

Il est pratique de représenter ces facteurs sous la forme d'une projection stéréographique dans une section perpendiculaire à l'axe de la billette. Dans ce cas, les lignes d'iso-densité indiquent les différentes valeurs du moment d'ordre 2, dans toutes les directions de l'espace. Dans le cas d'un matériau non texturé, les facteurs de Kearns sont égaux à 0.333 dans toutes les directions de l'espace. Ainsi leur écart à cette valeur de référence traduit l'anisotropie locale.

La figure 4 présente une texture sous forme de figures de pôles et la représentation des moments d'ordre 2 correspondante. La figure de pôle {00.2} indique une distribution d'axes-c relativement complexe. Ces derniers se concentrent dans la direction axiale et dans différentes directions radiales avec une forte dispersion vers la direction axiale. La représentation des moments d'ordre 2 indique quand à elle, le moment d'ordre 2 des axes c dans une direction donnée et quantifie ainsi l'anisotropie du matériau dans les différentes directions de l'espace. La valeur des moments varie entre 0.263 et 0.446, ce qui ne traduit pas une anisotropie très marquée. On peut noter cependant qu'il existe une seule direction d'anisotropie maximale pour une distribution d'axes-c relativement complexe.

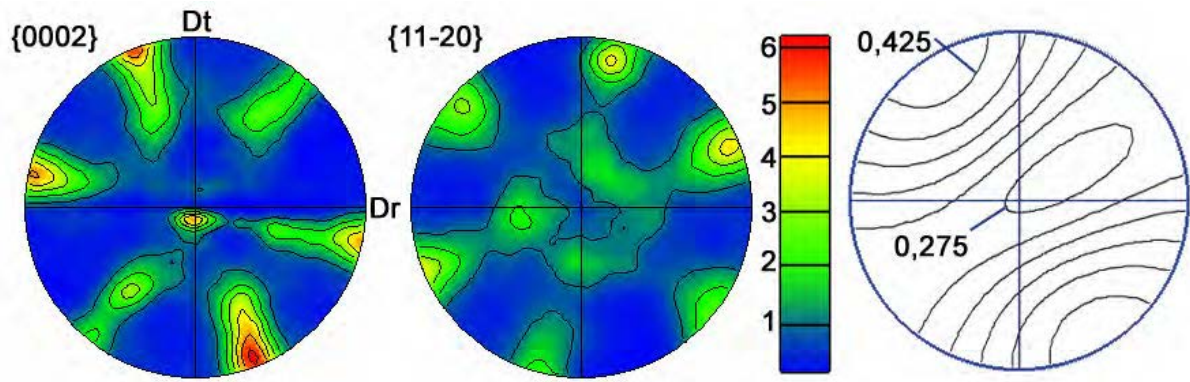


Figure 4: Texture  $\alpha$  et projection stéréographique des facteurs de Kearns généralisés correspondants

### **III.3. Identification des orientations $\alpha_p/\alpha_s$ sur la carte EBSD**

Une cartographie d'orientations d'une structure bimodale ne permet pas d'identifier directement les orientations relatives aux grains  $\alpha_p$  et aux colonies  $\alpha_s$ . En effet, chaque population de grains est indexée dans la même structure cristalline. Pourtant les grains  $\alpha_p$  et les colonies  $\alpha_s$  développent respectivement une texture spécifique, liée à leur histoire thermomécanique :

- les grains  $\alpha_p$  sont issus de la déformation/recuit et recristallisation/restauration de larges lamelles héritées de la transformation de la phase  $\beta$ ,
- les colonies  $\alpha_s$  sont directement héritées de la transformation de la phase  $\beta$  suite à la dernière étape de déformation/recuit en  $\alpha/\beta$ .

Les deux populations ayant la même structure cristalline (hexagonale compacte) et de compositions chimiques souvent proches, aucun moyen conventionnel de mesure de texture ne permet de distinguer leurs orientations respectives (diffraction de rayons X ou EBSD). A notre connaissance, l'ensemble des travaux publiés sur le développement des textures dans les alliages de titane de microstructure bimodale, ne distingue pas la contribution de chaque population à la formation de la texture.

Dans le cadre de ce travail, une méthode a été développée pour identifier les données relatives aux grains  $\alpha_p$  et aux colonies  $\alpha_s$  sur une cartographie EBSD. Cette méthode a été en grande partie automatisée pour permettre l'analyse de cartographies couvrant des zones millimétriques, correspondant à l'étendue des zones présentant des hétérogénéités de texture.

#### **III.3.1. Méthode retenue pour séparer les orientations $\alpha_p$ et $\alpha_s$**

##### **III.3.1.1. Caractéristique physique distinguant les deux populations**

Une première étape du travail concerne la recherche d'une caractéristique physique permettant de distinguer de manière systématique (en vue d'une automatisation) les deux types de morphologies. Plusieurs caractéristiques déduites directement ou indirectement de la cartographie EBSD ont, dans un premier temps, été testées. On peut énumérer la morphologie des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$ , la qualité des diagrammes de Kikuchi pour chaque population et les désorientations spécifiques caractérisant chaque population avec son voisinage. Cependant, aucune de ces caractéristiques n'a permis de séparer efficacement les orientations  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$ .

Il est cependant très facile de reconnaître les deux types de grains en microscopie conventionnelle. La figure 5 présente une image de la microstructure bimodale obtenue en microscopie électronique avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE pour Back Scattered Electron). Cette image a été réalisée sur un échantillon poli présentant un état de surface approprié pour une analyse EBSD. Les grains  $\alpha_p$  sont foncés et contrastent bien avec les colonies  $\alpha_s$ . L'histogramme des niveaux de gris correspondant souligne la présence de deux populations associées à des niveaux de gris très différents (fig. 6).

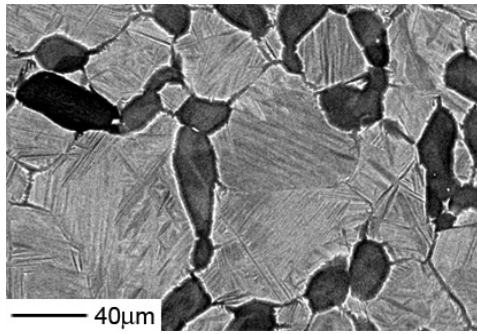


Figure 5 : Microstructure en microscopie électronique, contraste en Z (électrons retro diffusés)

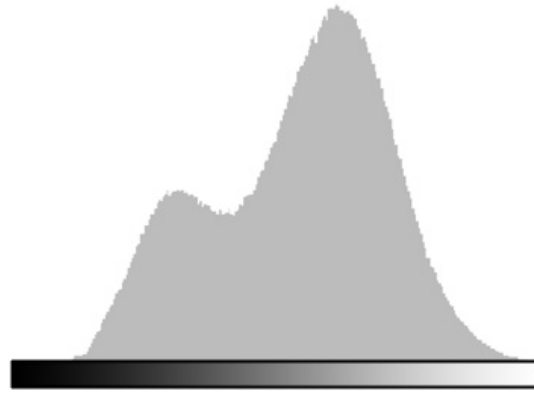


Figure 6 : Histogramme des niveaux de gris d'une image BSE

### III.3.1.2. Origine du contraste en imagerie BSE

L'image BSE est obtenue avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés 4 cadrans, placé à la verticale de l'échantillon, dans l'axe du faisceau (afin de recueillir le maximum d'électrons rétrodiffusés). Le contraste obtenu lorsque l'on somme l'information sur les 4 cadrans, est lié à la différence de composition chimique des phases en présence, également appelé 'contraste en Z'. En effet, les phases riches en éléments lourds (Z élevé) vont produire davantage d'électrons rétrodiffusés (en clair dans l'image) que celles riches en éléments légers (en sombre dans l'image).

Dans le cas de l'IMI 834 (voir composition § II.1.4.1), la composition de la phases  $\alpha_p$ , et par déduction celle de la phase  $\alpha_s$ , peut être déterminée, en première approximation, en considérant que lors du dernier traitement thermique en  $(\alpha_p+\beta)$  les deux phases étaient à l'équilibre thermodynamique. On suppose donc que la composition de la phase  $\alpha_p$  n'a pas changé lors du refroidissement, la diffusion ayant lieu principalement pour les phases impliquées dans la transformation.

Une simulation par le logiciel Thermocalc<sup>1</sup> [Thermocalc] a été effectuée pour déterminer la composition respective des phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  juste avant refroidissement. Le résultat de la simulation est présenté dans le tableau ci-dessous :

Compositions (at %)	Ti	Al	Sn	Zr	Nb	Mo	Si	C
nominale	84.62	10.25	1.61	1.83	0.36	0.25	0.85	0.24
de la phase $\alpha$ à 996°C (30% $\alpha$ )	83.04	12.91	0.90	1.68	0.21	0.06	0.72	0.48
de la phase $\beta$ à 996°C (30% $\alpha$ )	85.29	9.12	1.91	1.89	0.42	0.33	0.90	0.13

Ceci montre que la phase  $\beta$  est riche en éléments lourds comme le molybdène et le niobium et donc les compositions moyennes en éléments lourds/léger des phases  $\alpha$  et  $(\alpha_s+\beta)$  à température ambiante seront différentes.

Sur une image BSE à fort grossissement (fig. 7), la phase  $\alpha$  (primaire ou secondaire) est très sombre alors que la phase  $\beta$  apparaît nettement plus claire. A faible grossissement (fig. 5 par exemple), on ne distingue plus le liseré  $\beta$  des fines lamelles  $\alpha_s$ . Par conséquent le niveau de

<sup>1</sup> Simulation réalisée par Dominique Daloz au LSG2M



gris associé à ces colonies  $\alpha_s$  correspond en fait à la moyenne de niveaux de gris des phases  $\alpha_s$  et  $\beta$ .

Ce contraste sera donc d'autant plus marqué que :

- la différence de contraste en Z entre les phases  $\alpha/\beta$  est importante,
- la proportion de phase  $\beta$  résiduelle est importante,
- les lamelles  $\alpha_s$  sont fines devant les grains  $\alpha_p$ ,
- le grossissement du MEB est faible.

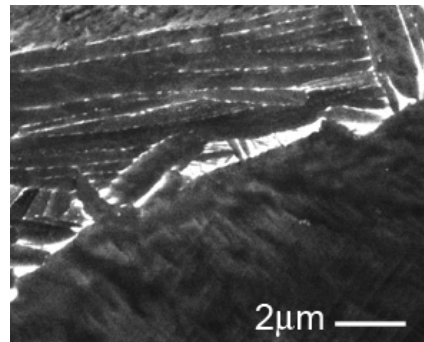


Figure 7 : Frontière entre un grain  $\alpha_p$  et une colonie  $\alpha_s$

### III.3.1.3. Méthode retenue

Dans le cas de l'alliage IMI 834, le contraste en Z observé sur l'image BSE permet de distinguer efficacement les deux populations de grains. En effet, cet alliage possède une différence de contraste en Z très importante entre les phases  $\alpha/\beta$ . Par ailleurs, la microstructure de la billette correspond à des colonies  $\alpha_s$  de lamelles d'épaisseur inférieure au micron et des grains  $\alpha_p$  de l'ordre d'une vingtaine de microns. De plus, les zones fortement texturées étant de taille millimétrique, il faudra acquérir les microtextures à de très faibles grossissements.

Ainsi, pour distinguer les orientations  $\alpha_p/\alpha_s$  sur une cartographie d'orientations, nous proposons de mettre en parallèle les informations de l'imagerie BSE et de l'analyse EBSD<sup>1</sup>. Cependant, les deux informations (EBSD et BSE) n'étant pas acquises dans les mêmes conditions dans le microscope, un traitement correctif additionnel est nécessaire.

Dans la section suivante, les différentes étapes de la séparation seront illustrées sur un exemple (fig. 8) qui présente, pas à pas, le traitement de la carte EBSD jusqu'à la séparation des orientations  $\alpha_p/\alpha_s$ .

## III.3.2. Mise en œuvre : Corrélation des données EBSD et d'imagerie BSE

### III.3.2.1. Acquisition et correction additionnelle des données

La cartographie EBSD s'obtient avec l'échantillon incliné à 70° alors que l'image en BSE est acquise sur l'échantillon horizontal. L'ordre d'acquisition n'a pas, à priori, d'importance dans la

<sup>1</sup> Les deux populations de grains peuvent aussi être facilement reconnues en microscopie optique ou électronique. Dans ce travail, nous avons choisi de travailler sur l'imagerie BSE pour effectuer la séparation, une méthodologie similaire peut être développée à partir de l'imagerie optique.



mesure où l'on est capable de faire les deux acquisitions sur la même zone. D'un point de vue purement pratique, il est plus simple de faire l'analyse EBSD sur l'échantillon incliné à  $70^\circ$  avant l'imagerie BSE. Cela permet d'utiliser la tache de contamination résultant de l'analyse EBSD, visible en électrons secondaires, pour localiser la zone à scanner en BSE.

Pour augmenter la différence de niveaux gris entre les grains  $\alpha_p$  et les colonies  $\alpha_s$  sur l'image BSE, cette dernière va subir une première série d'opérations telles que la correction d'éclairage, la réduction du bruit et l'augmentation du contraste.

Par ailleurs, l'image BSE et la carte EBSD contiennent des distorsions spécifiques, liées à la géométrie d'acquisition. De plus leurs résolutions sont différentes : Celle de la carte EBSD correspond au pas d'acquisition, alors que celle de l'image BSE est liée au grandissement du MEB. De ce fait, l'image BSE doit être transformée pour coïncider point par point avec la carte EBSD. Ce type de transformation peut être réalisé avec un logiciel de traitement d'image (ici Aphelion [Aphelion]), en utilisant une combinaison linéaire de transformations élémentaires (translation, dilatation rotation, et cisaillement). Pour définir complètement cette suite de transformations, il suffit de connaître la position de 3 points dans la microstructure et leurs équivalents sur la carte EBSD (fig. 8a). Lorsque l'on définit plus de 3 points, l'écart entre les points fixés dans la cartographie EBSD et leurs équivalents dans la microstructure est minimisé par une méthode des moindres carrés. En pratique, ce sont les 4 coins de la carte EBSD qui sont repérés manuellement sur l'image BSE.

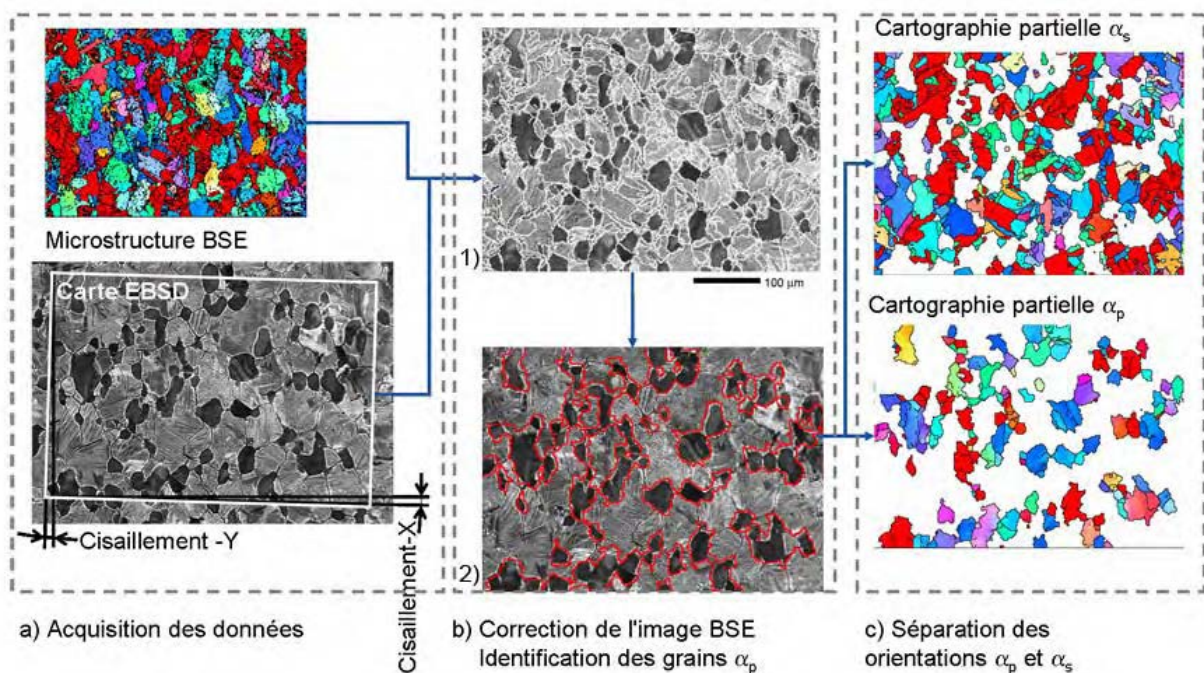


Figure 8: Illustration de la séparation automatique sur une carte exemple

A l'issue de ces différentes transformations, le fichier de résultats de l'analyse EBSD est complété pour chaque pixel de la carte, par le niveau de gris de l'image BSE. Le résultat de cette association est illustré sur la figure 8b-1. Chaque pixel est coloré selon le niveau de gris de l'image BSE et les lignes blanches révèlent les désorientations  $\alpha/\alpha > 5^\circ$ . Ces lignes délimitent de manière satisfaisante les contours des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$ . Toutefois, on peut noter de faibles écarts (1 ou 2 pixels) entre les lignes de désorientations angulaires et les grains  $\alpha_p$  de la microstructure. Ces écarts seront discutés au § III.3.3.

### III.3.2.2. Séparation automatique des grains $\alpha_p$ et des colonies $\alpha_s$ sur la carte EBSD

La séparation directe des pixels à partir de leur niveau de gris sur l'image BSE ne permet pas d'identifier efficacement les 2 populations. En effet, un même grain sur la carte EBSD pourrait être identifié comme appartenant partiellement à chacune des phases. Ceci est lié aux différences de contours de grains, lorsque ces derniers sont définis à partir des données EBSD et à partir de l'image BSE. De plus, dans certains grains  $\alpha_p$ , on observe des variations de niveaux de gris. Ainsi la séparation automatique sur la carte EBSD procède comme suit :

- Les pixels appartenant à un même grain  $\alpha_p$  ou une même colonie  $\alpha_s$  sont regroupés en utilisant un critère de désorientation, donc une information dérivée de l'analyse EBSD. Ceci est facilement réalisable à l'aide d'un algorithme standard de reconnaissance de grains à partir des données EBSD.
- Pour chaque grain identifié, on considère le nombre de pixels avec un niveau de gris foncé de l'image BSE. Si ce nombre est supérieur au nombre de pixels avec un niveau de gris clair, le grain est assimilé à un grain  $\alpha_p$  sinon à une colonie  $\alpha_s$ . Le niveau gris est foncé s'il est inférieur à un seuil  $t$ , déduit de l'histogramme des intensités de gris (fig. 9). Cet histogramme est en fait déconvolué en 2 gaussiennes représentant les 2 populations de grains. Le niveau gris seuil séparant les deux populations a été défini à partir du point de plus basse densité entre les 2 pics. On peut noter que ce seuil sépare l'histogramme en 2 surfaces proportionnelles à la fraction surfacique de chacune des 2 populations.

Le résultat de la séparation est donné sur la figure 8b-2, dans laquelle les contours rouges définissent les ensembles de pixels de la carte EBSD correspondant à des grains  $\alpha_p$  identifiés.

Lorsque l'analyse EBSD nécessite l'acquisition de plusieurs cartes pour couvrir des zones très étendues sur l'échantillon, les différents paramètres de la méthode de séparation sont identifiées sur la première carte, puis automatiquement appliqués aux cartes suivantes.

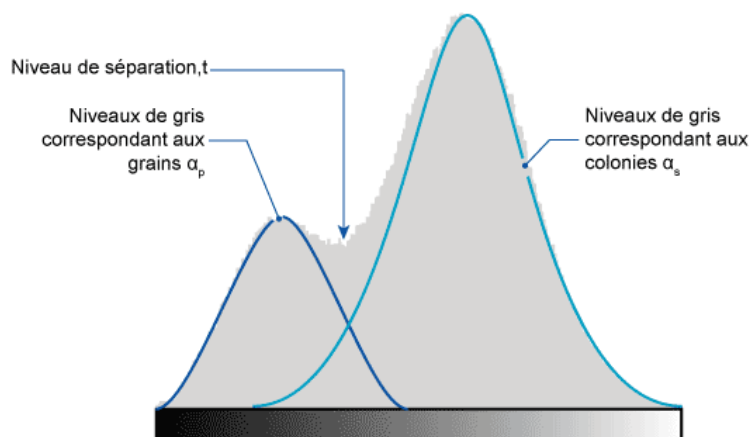


Figure 9: Histogramme des niveaux de gris

### III.3.3. Efficacité de la méthode

L'efficacité de la méthode a été vérifiée sur plusieurs cartes. En moyenne 94% des grains sont correctement identifiés.

La principale source d'erreur est illustrée par la carte EBSD de la figure 10 acquise avec un pas de  $0,5\mu\text{m}$ . Les pixels sont colorés selon la valeur de leur indice de qualité (IQ) sur lequel a été superposé une couleur représentant la projection de Dt dans le repère du cristal selon le code de couleur du triangle standard.

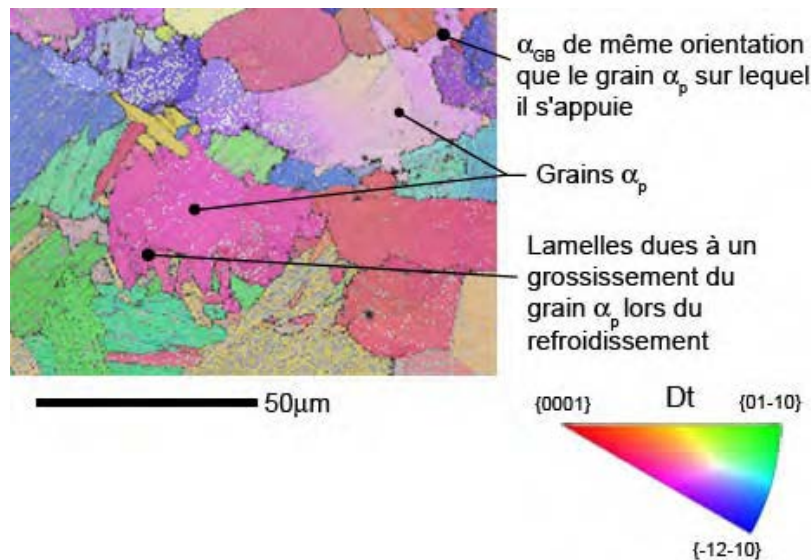


Figure 10 : Agrandissement d'un grain  $\alpha_p$ , code de couleur du triangle standard

Sur cette figure, le grain  $\alpha_p$  en rose au centre et les lamelles roses qui l'entourent ont été identifiées comme un grain  $\alpha_p$ . En fait, l'angle de désorientation qui sépare les lamelles du grain  $\alpha_p$  est inférieur à  $2^\circ$  et le grain  $\alpha_p$  et lamelles sont donc considérés comme une seule entité lors de l'identification.

Ces lamelles sont en réalité induites par un grossissement des grains  $\alpha_p$  lors du dernier refroidissement. Du fait, le contour d'un grain  $\alpha_p$  sur la carte EBSD englobe également les lamelles dues au grossissement. De même, parfois, de grosses colonies partagent la même orientation que les grains  $\alpha_p$  voisins. Un grossissement trop important peut introduire des erreurs lors de l'identification automatique.

La méthode est donc très efficace, mais posera des problèmes lorsque les grains  $\alpha_p$  ont la même orientation que les colonies environnantes. Dans ce cas, il est préférable de séparer directement les deux populations pixel par pixel à partir des niveaux de gris BSE [Germain-05a].

Dans la suite du travail, la plupart des erreurs seront corrigées manuellement sur les cartographies  $\alpha_p/\alpha_s$  présentées.

### III.4. Restitution de la texture et microstructure de la phase $\beta$ haute température

La texture locale des colonies  $\alpha_s$  est directement liée à la texture de la phase parente  $\beta$  qui se développe lors des étapes de déformation/recuit dans le domaine biphasé. De ce fait, la connaissance de la microtexture  $\beta$  est un élément important pour comprendre la formation des microtextures de la billette.

Dans l'IMI 834, la fraction volumique de phase  $\beta$  présente à température ambiante est très faible (moins de 5%). Par ailleurs, elle se localise, sous forme de fins liserés, entre les lamelles  $\alpha_s$ . Il est difficile d'identifier systématiquement ces orientations par analyse EBSD. Dans ce cas, pour déterminer les orientations de la phase parente, des méthodes originales ont été développées. Elles s'appuient sur la relation d'orientation entre les deux phases, pour restituer les orientations parentes  $\beta$ , soit à partir de textures globales [Humbert-00], soit à partir des orientations individuelles de la phase  $\alpha_s$  héritée à température ambiante. Les premiers développements permettaient de calculer l'orientation d'un grain  $\beta$  à partir de l'identification manuelle des variantes  $\alpha$  héritées [Humbert-94, Glavicic-03a]. Depuis, ce principe de base est utilisé pour restituer la cartographie de la phase  $\beta$  à partir de la cartographie de la phase  $\alpha$  héritée, de façon semi-automatique puis de façon automatique [Gey-03, Glavicic-03b].

Dans ce travail, cette dernière approche a été adaptée pour recalculer la microtexture  $\beta$  sur des zones de taille millimétrique, à partir de la composante  $\alpha_s$  de la microtexture  $\alpha$  de la billette, (identifiée comme décrit au § III.3). Les améliorations qui ont été apportées, ont permis notamment d'augmenter le taux de recalcul des orientations  $\beta$  tout en conservant une grande fiabilité du résultat et de réduire largement le temps de calcul. La méthode comprend les 2 étapes principales suivantes, qui sont répétées pour chaque grain  $\beta$  :

- l'identification automatique sur la carte EBSD, des colonies  $\alpha_s$  héritées d'un grain parent  $\beta$ ,
- le calcul de l'orientation la plus probable du grain parent  $\beta$  à partir des orientations  $\alpha_s$  héritées et la construction de la cartographie  $\beta$ .

Dans les paragraphes suivants, chaque étape est détaillée puis l'ensemble de la méthode est validé sur un alliage de titane  $\beta$  métastable.

#### III.4.1. Groupement des colonies $\alpha_s$ héritées d'un même grain $\beta$

##### III.4.1.1. Critère d'identification

Sur une microstructure en colonies, il est souvent possible d'identifier les anciens joints de grains  $\beta$  par la précipitation de platelets ' $\alpha_{GB}$ '. Cela devient plus difficile sur une cartographie  $\alpha_s$ . Dans ce cas, les colonies appartenant à un même grain  $\beta$  peuvent être identifiées à partir d'un critère de désorientation. En effet, leurs orientations respectives sont théoriquement toutes en relation de Burgers (14) avec l'orientation  $\beta$  initiale.

$$\begin{aligned} (110)_{BCC} // (0001)_{HCP} \\ [\bar{1}1\bar{1}]_{BCC} // [2\bar{1}\bar{1}0]_{HCP} \end{aligned} \quad (14)$$

Cette relation d'orientation peut également s'exprimer sous la forme d'une rotation  $\Delta g$ . L'orientation d'une variante caractérisée par la rotation  $g_\alpha^i$ , héritée d'un grain  $\beta$  d'orientation caractérisée par la rotation  $g_\beta$  s'écrit :

$$g_\alpha^i = \Delta g \cdot C_i \cdot g_\beta \quad (15)$$

avec  $C_i$  correspondant à une des 24 rotations du groupe de symétrie de la phase cubique. L'ensemble des rotations équivalentes s'écrit :

$$\{g_\alpha^i\} = \{H_j \cdot \Delta g \cdot C_i \cdot g_\beta\}_{j=1,12} \quad (16)$$

avec  $H_j$  ( $j$  variant de 1 à 12) correspondant aux 12 rotations du groupe de symétrie de la phase hexagonale [Humbert-95]. En pratique, le nombre de variantes héritées se limite à 12 car  $\Delta g$ ,  $C_i$  et  $H_j$  sont liées par une relation de commutation. Par conséquent,  $C_i$  et  $C_{i+12}$  donnent le même résultat [Humbert-92].

A partir de (16), on peut calculer l'ensemble des rotations théoriques, représentatives des désorientations  $\Delta^{th}$  entre les variantes  $i$  et  $j$  :

$$\Delta_{(mnp)}^{th} = \{g_\alpha^i \cdot g_\alpha^{j-1}\} = H_m \cdot \Delta g \cdot C_i \cdot C_j^{-1} \cdot \Delta g^{-1} \cdot H_n = H_m \cdot \Delta g \cdot C_p \cdot \Delta g^{-1} \cdot H_n \quad (17)$$

Chacune de ces rotations peut s'exprimer par une rotation d'angle  $\omega$  autour d'un axe  $\vec{n}$ . Chaque désorientation peut être caractérisée par 12\*12 rotations équivalentes que l'on exprimera par la rotation d'angle  $\omega$  le plus petit. L'analyse de l'ensemble des rotations montre qu'il n'existe que 5 types de désorientations possibles entre les variantes  $\alpha_s$  héritées d'un même grain  $\beta$ , donnés dans le tableau 1, auxquels s'ajoute bien sûr l'identité :

$\omega$	$\vec{n}$
10°529	$\vec{c} = [00.1]$
60°	$\vec{a}_2 = [-12.0]$
60°832	$\vec{d}_1$ à 80°97 de $\vec{c}$ dans le plan ( $\vec{d}_3, \vec{c}$ )
63°262	$\vec{d}_2$ à 72°73 de $\vec{c}$ dans le plan ( $\vec{a}_2, \vec{c}$ )
90°	$\vec{d}_3$ à 5°26 de $\vec{a}_2$ dans le plan basal

Tableau 1: Notation sous forme d'angle et d'axe des désorientations  $\Delta^{th}$

Ainsi lorsque deux colonies voisines ont une désorientation expérimentale  $\Delta^{exp}$  qui correspond à l'une des désorientations théoriques, elles ont une forte probabilité d'être héritées du même grain  $\beta$ . Si leur désorientation est différente de l'ensemble de ces désorientations théoriques, elles sont issues de deux grains  $\beta$  différents et leur frontière correspond à un ancien joint de grains  $\beta$ .

$$\Delta^{exp} = g_\alpha^1 \cdot (g_\alpha^2)^{-1} \quad (18)$$

Théoriquement, la composition des désorientations (19) doit donner la matrice identité  $I$  lorsque les deux désorientations sont égales.



$$\Delta^{\text{exp}} \cdot (\Delta^{\text{th}})^{-1} \approx I \quad (19)$$

En pratique, il faut donc tenir compte de la précision des mesures d'orientations et d'un écart à la relation stricte de Burgers. Cela revient à accepter un certain écart à la matrice identité  $I$ . Cet écart se mesure par la trace  $t$  de la matrice produit (19) :  $t$  doit être proche de 3 avec une tolérance exprimée par  $\theta$  de sorte que :

$$2 \cdot \cos(\theta) + 1 \leq t \leq 3 \quad (20)$$

Avec ce critère de désorientation, il est possible de dire si potentiellement deux colonies sont héritées ou non, d'un même grain  $\beta$ . Il s'agit maintenant d'appliquer ce critère de façon systématique aux orientations  $\alpha_s$  de la cartographie avec pour objectif de regrouper les colonies appartenant à un même grain parent.

#### III.4.1.2. Mise en œuvre

Les pixels  $\alpha_s$  de la carte EBSD, appartenant à un même grain  $\beta$  parent, sont soit faiblement désorientés (auquel cas ils appartiennent à une même colonie) soit désorientés suivant une des désorientations décrites dans le tableau 1 (auquel cas, ils peuvent appartenir à des colonies différentes, issues du même parent).

Il est possible de regrouper ces pixels en adaptant l'algorithme utilisé de façon standard en EBSD pour identifier les grains. Cet algorithme reconstruit un grain en partant d'un pixel de référence puis regroupe les pixels voisins de proche en proche selon un critère de désorientation angulaire. Deux types de désorientations peuvent être considérées [Humphreys-01]:

- les désorientations entre le pixel de la carte et le pixel de référence. On parle de "référence absolue",
- les désorientations entre pixels voisins partant du pixel de référence. Cette approche est appelée par opposition "référence relative".

Pour adapter cet algorithme au traitement de nos données, il ne faut plus seulement considérer les faibles désorientations angulaires mais également les désorientations proches des désorientations théoriques définies dans le tableau 1. Par ailleurs, il s'agit de déterminer laquelle des approches en 'référence relative ou absolue' est la mieux adaptée. Les deux options ont été implémentées et testées. Chacune présente des avantages et des inconvénients (illustrés figure 11). En fait, dans les deux cas, lorsque deux colonies voisines, appartenant à deux grains parents différents, présentent des désorientations proches de l'une de celles décrites dans le tableau 1, il est difficile de déterminer leur appartenance à l'un ou à l'autre grain. Cependant, l'approche considérant la référence relative va grouper l'ensemble des variantes issues des deux grains  $\beta$ . Il ne sera donc pas possible de trouver une orientation  $\beta$  unique, en relation de Burgers avec toutes les variantes sélectionnées (fig. 11a). L'utilisation de la référence absolue est alors plus efficace, mais n'empêche pas une mauvaise affectation des colonies à la frontière de deux grains  $\beta$  (fig. 11b-c). En fait, la méthode retenue consiste à regrouper les pixels remplissant la double condition : respecter des désorientations théoriques avec ses proches voisins et avec le pixel de référence. Pour chacun grain  $\beta$  en cours de construction, le pixel de référence est défini par le centre de gravité de la colonie de plus grande taille encore non affectée à un grain  $\beta$ . Cela évite de choisir un pixel de référence correspondant à une erreur d'indexation. L'ensemble de la procédure limite significativement les erreurs d'affectation de colonies par grain parent. Nous verrons que les erreurs restantes seront éliminées une fois l'orientation  $\beta$  calculée.

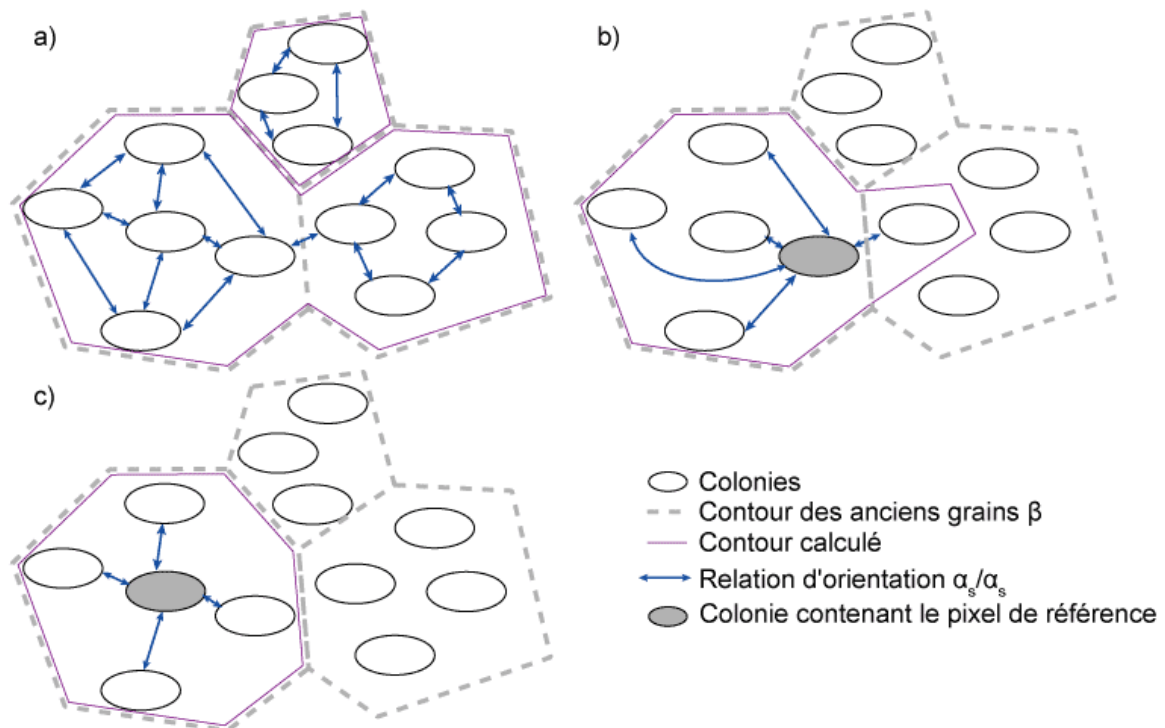


Figure 11: Configurations spécifiques observées lors de la reconnaissance des anciens grains  $\beta$ , a) reconstruction en référence relative, b) et c) reconstructions en référence absolues

### III.4.2. Calcul de l'orientation $\beta$

#### III.4.2.1. Cas d'une relation de Burgers stricte

L'orientation  $\beta$  peut être calculée à partir de l'ensemble des orientations  $\alpha_s$  héritées dans le grain parent. En fait, la connaissance d'une variante  $\alpha_s$  permet de calculer 6 orientations possibles du parent  $\beta$  caractérisées par les rotations  $g_\beta^i$ , :

$$\{g_\beta^i\} = \{C_j \cdot \Delta g^{-1} \cdot H_i \cdot g_\alpha\}_{j=1,12} \quad (20)$$

En considérant l'ensemble des variantes  $\alpha_s$  issues d'un même grain, il est alors possible de déterminer l'orientation de celui-ci. Il s'agit de l'unique élément commun aux différents sous-ensembles d'orientations parentes  $\beta$  potentielles (fig. 12).

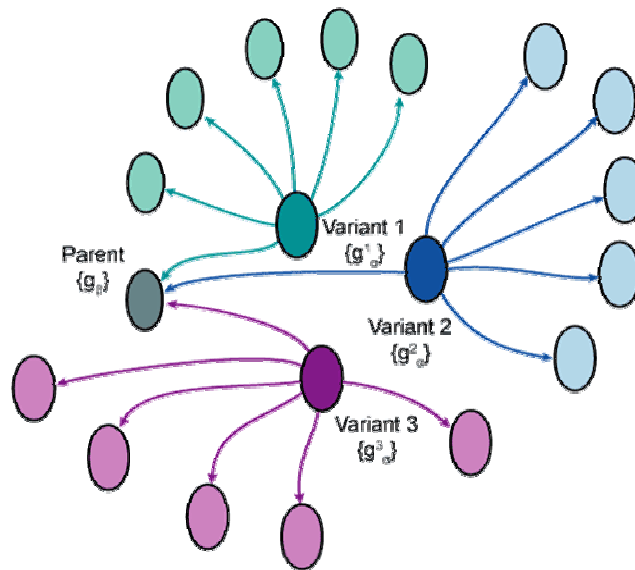


Figure 12: Principe de détermination du parent  $\beta$  à partir de l'orientation des variantes  $\alpha$

#### III.4.2.2. Cas d'une relation de Burgers approximative

Dans la pratique, du fait de l'écart à la relation de Burgers et de la précision des mesures d'orientations, on observe rarement une orientation  $\beta$  strictement commune aux différents sous-ensembles de 6 orientations potentielles mais un ensemble d'orientations recalculées proches les unes des autres. Il est alors possible d'estimer l'orientation du grain parent en moyennant les orientations  $\beta$  proches (c'est à dire présentant une désorientation inférieure à une certaine tolérance  $\epsilon$ ) comme illustré sur la figure 13 [Humbert-96].

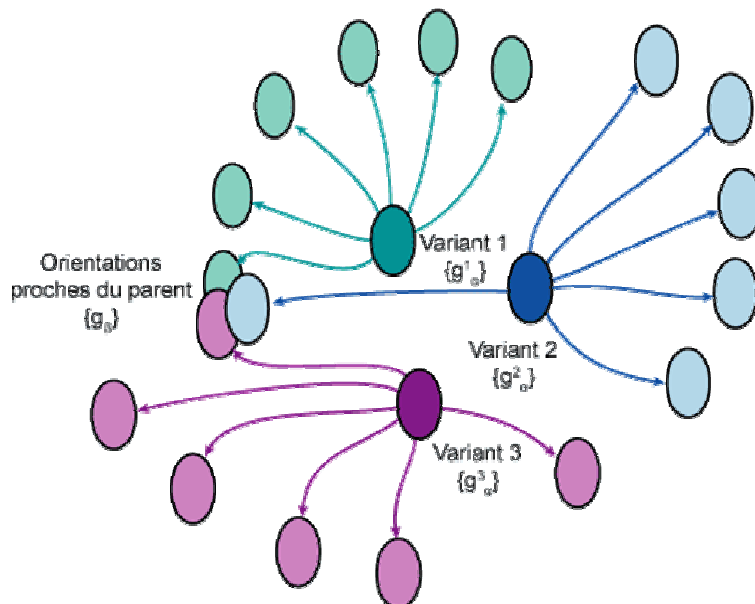


Figure 13: Calcul de l'orientation  $\beta$  lorsque les variantes  $\alpha$  ne sont pas strictement en relation de Burgers



### III.4.2.3. Unicité de l'orientation $\beta$

Il faut noter qu'il n'est pas toujours possible de trouver une orientation  $\beta$  unique à partir des variantes regroupées. La probabilité de trouver un parent unique à partir de l'orientation de  $n$  variantes  $n=\{1..12\}$  peut être calculée en émettant l'hypothèse que toutes les variantes naissent de manière indépendante et équiprobable :

Considérons les 12 variants  $\alpha$  hérités du même parent  $\beta$ . Leurs orientations se calculent à partir de la relation (15). Soit  $\Omega_n$  l'ensemble des combinaisons de  $n$  variants parmi 12. Alors,  $\Omega_n$  contient  $C_{12}^n$  éléments. Si  $A$  est l'évènement "Trouver une combinaison de variant donnant un parent unique", alors

$$P_n(A) = \frac{\text{nb de combinaisons de } n \text{ variantes donnant un parent unique}}{C_{12}^n} \quad (21)$$

La probabilité de trouver une solution  $\beta$  unique en fonction du nombre de variantes pris en compte, est donnée dans le tableau 2.

n	$P_n(A)$
1	0 %
2	72.72 %
3	98.18 %
4 et +	100 %

Tableau 2 : Probabilité de trouver une solution  $\beta$  unique à partir de n variantes

Dans la majorité des cas, trois variantes suffisent pour trouver une solution unique [Gey-03]. La figure 14 illustre une configuration pour laquelle 3 variantes ne permettent pas le calcul d'une orientation  $\beta$  unique. Les trois variantes sont toutes en relations de Burgers avec 2 orientations  $\beta$  différentes, en relation de maclé  $60^\circ$ - $\langle 111 \rangle$ .

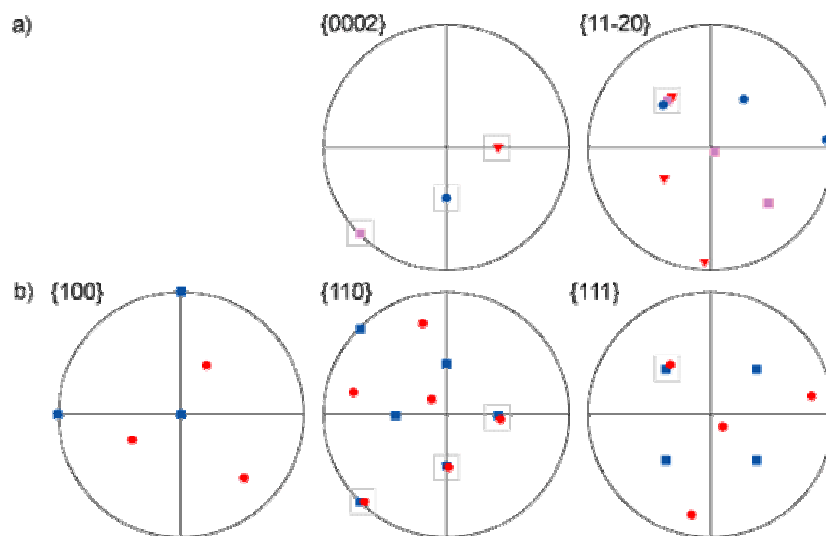


Figure 14: Figures de pôles représentant une combinaison de 3 variants  $\alpha_s$  (a) ayant deux parents  $\beta$  potentiels (b)

Lorsqu'il est impossible de trouver une seule orientation  $\beta$  unique, en relation de Burgers avec la majorité des variantes regroupées, aucune orientation  $\beta$  ne sera affectée aux pixels correspondant à ce grain sur la cartographie d'orientations de la phase  $\beta$ .

#### III.4.2.4. Procédure de recherche de l'orientation $\beta$ et construction de la carte $\beta$

La recherche de l'orientation  $\beta$  consiste à trouver l'unique orientation en relation d'orientation de Burgers avec les variantes regroupées par grain parent. Cette recherche doit tenir compte du fait que le jeu d'orientations  $\alpha_s$  peut contenir des erreurs d'indexation et qu'un nombre limité de colonies a été affecté au mauvais grain  $\beta$ .

Pour limiter l'impact des erreurs d'indexation, la recherche de l'orientation  $\beta$  prend en compte le poids relatif des colonies. Pour chaque colonie de poids  $P_i$ , l'orientation des 6 parents  $\beta$  de poids  $P_i$  est calculée. Une solution  $\beta$  est trouvée, si dans l'espace des orientations potentielles de la phase  $\beta$ , un ensemble d'orientations proches (définie avec une tolérance  $\varepsilon$ ) correspond à un maximum unique de densité d'orientation (fig. 15). L'orientation  $\beta$  retenue est alors la moyenne de ces orientations proches.

On peut noter que la solution retenue n'est pas forcément en relation de Burgers avec l'ensemble des variantes regroupées dans le grain. Cela permet de tenir compte des erreurs d'indexation et d'un mauvais regroupement de colonies. Une fois l'orientation  $\beta$  déterminée, elle est affectée aux positions  $(x, y)$  de la carte  $\alpha_s$  correspondant aux variantes effectivement en relation de Burgers avec l'orientation  $\beta$  recalculée. Les variantes sélectionnées initialement qui ne sont pas en relation de Burgers avec l'orientation  $\beta$  recalculée, peuvent à nouveau être prises en compte pour les itérations suivantes. L'ensemble de la procédure est résumé dans le tableau 3.

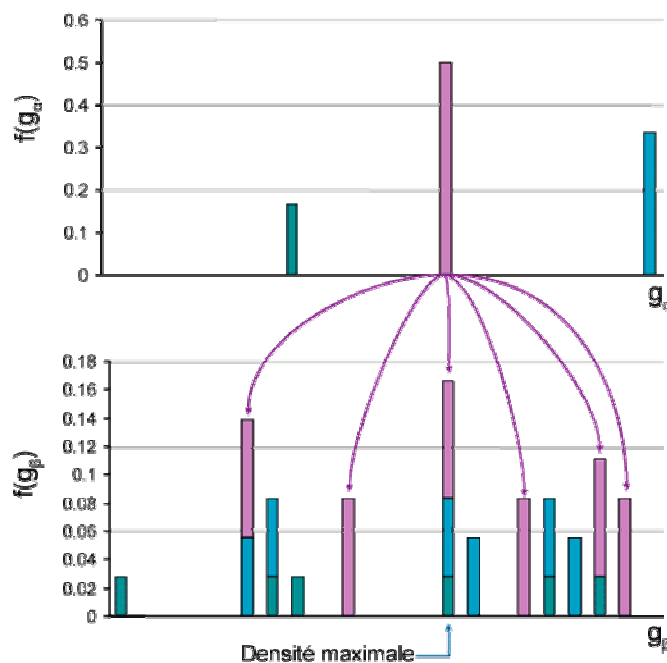


Figure 15: Détermination " pratique" de l'orientation du parent  $\beta$

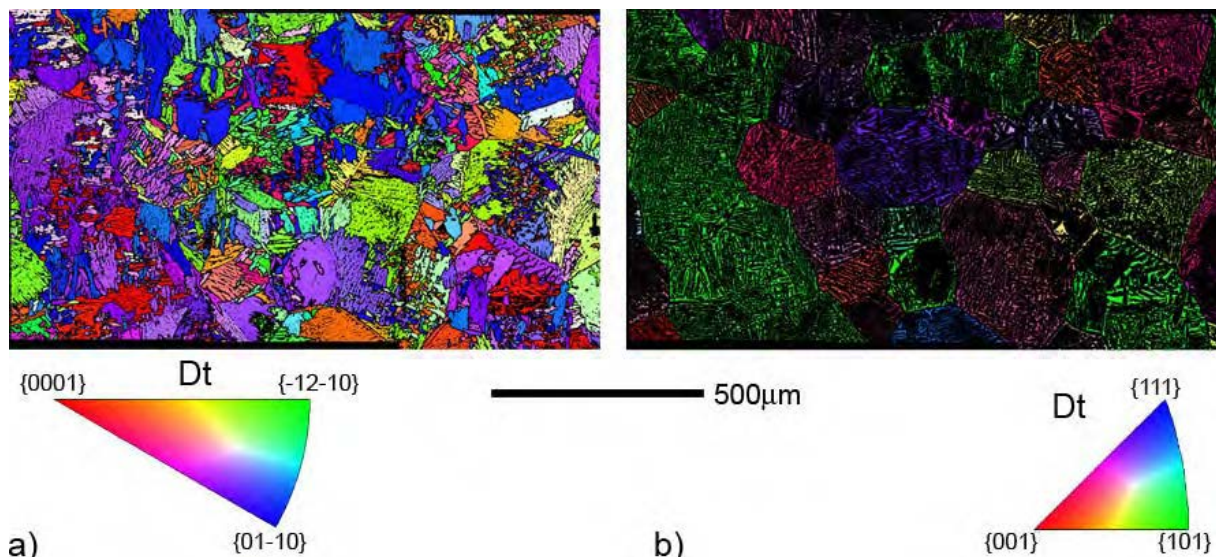
n°	Opération
1	Identifier les colonies et les classer par ordre décroissant de taille.
2	Déterminer les pixels de référence à partir du centre de gravité des colonies.
3	Grouper les premiers voisins de la colonie à laquelle appartient le pixel de référence qui sont en relation spécifique $\alpha_s/\alpha_s$ avec celle-ci
4	Grouper les seconds voisins s'ils sont en relation $\alpha_s/\alpha_s$ avec leur voisin direct mais aussi avec la référence. Ainsi de suite pour les 3ème, 4ème, ... voisins de proche en proche Les variantes potentiellement issues d'un même grain $\beta$ sont ainsi identifiées.
5	Déterminer l'orientation du grain $\beta$ à partir de l'orientation des variantes $\alpha_s$ identifiées
6	Lorsque la solution $\beta$ est unique, l'affecter aux variantes $\alpha_s$ identifiées qui sont effectivement en relation d'orientation avec cette solution. Les autres variantes restent disponibles pour les itérations suivantes
7	Effectuer les opérations (3 à 6) à partir du pixel de référence suivant, et ainsi de suite jusqu'à affecter une orientation $\beta$ à toutes les colonies $\alpha_s$ (lorsque c'est possible)

Tableau 3 : Résumé de la méthode de recalcul automatique des cartes  $\beta$ 

### III.4.3. Validation de la méthode

#### III.4.3.1. Procédure expérimentale et résultats

La fiabilité de la méthode a été testée sur un alliage de titane  $\beta$  métastable (de nom commercial  $\beta$ -cez), traité dans le domaine  $\beta$  puis refroidi à l'air. Ces conditions de traitement permettent de retenir suffisamment de phase  $\beta$  à température ambiante pour mesurer son orientation directement par EBSD. Nous allons donc pouvoir comparer, sur une même cartographie, l'orientation de la phase  $\beta$  mesurée à celle calculée.

Figure 16: Carte d'orientation du  $\beta$  cez: a) phase  $\alpha_s$  héritée, b) phase  $\beta$  métastable

La microstructure est constituée d'anciens grains  $\beta$  d'environ  $300\mu\text{m}$  de diamètre, pour une largeur de lamelles variant entre 5 et  $10\mu\text{m}$ . Les liserés de phase  $\beta$  présents entre les lamelles ont une épaisseur comprise entre 0.5 et  $3\mu\text{m}$ .

Une cartographie d'orientations a été acquise avec un pas de  $0.8\mu\text{m}$  de manière à obtenir suffisamment d'information sur la phase  $\beta$  tout en couvrant une trentaine d'ex-grains  $\beta$  de taille significative. La figure 16a donne la cartographie d'orientations des colonies  $\alpha_s$  qui représente 60% des pixels indexés. La figure 16b donne celle de la phase  $\beta$  résiduelle soit 15% des pixels indexés. Les pixels restants n'ont pas pu être indexés. Sur ces figures, la couleur associée à chaque pixel représente l'orientation de Dt dans le repère du cristal, suivant le code de couleur du triangle standard. On peut noter ici qu'une couleur ne suffit pas à la définition d'une orientation. Pour définir complètement l'orientation, il faut rajouter une cartographie d'orientations permettant de repérer une deuxième direction macroscopique dans le repère du cristal. Lorsque cela nous a semblé nécessaire, les deux représentations sont présentées.

Sur la cartographie de la phase  $\beta$  résiduelle (fig. 16b), on distingue nettement les contours des anciens grains  $\beta$ . A partir de cette cartographie, nous avons utilisé la procédure de réduction des points non indexés (§ III.1.2), pour obtenir une image de la cartographie  $\beta$  à haute température avant la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$  (fig. 17). Cette dernière servira de référence pour valider la méthode.

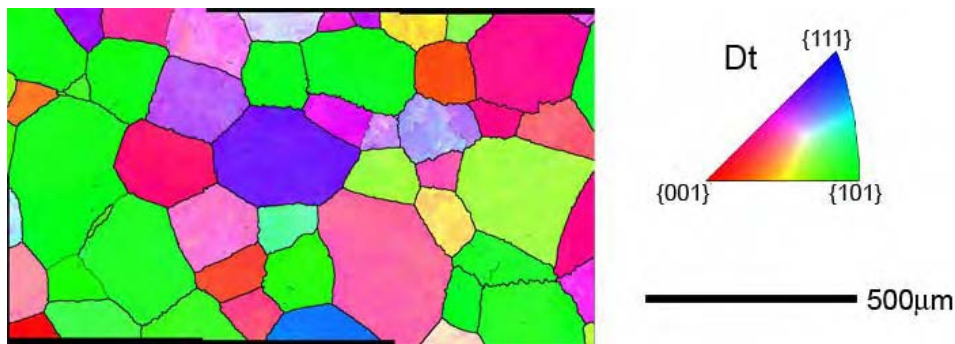


Figure 17: Carte 100%  $\beta$  estimée à partir de la carte de la phase  $\beta$  résiduelle

La méthode de restitution de la phase  $\beta$  a ensuite été appliquée à la cartographie de la phase  $\alpha_s$ . Pour y faire apparaître les désorientations entre colonies voisines, les pixels non indexés de la cartographie 16a ont également été extrapolés. La cartographie de la phase  $\beta$ , recalculée en utilisant une tolérance  $\varepsilon$  de  $3^\circ$ , est présentée figure 18, avec le même code de couleur que celui de la figure 17. Les pixels noirs correspondent aux points non recalculés.

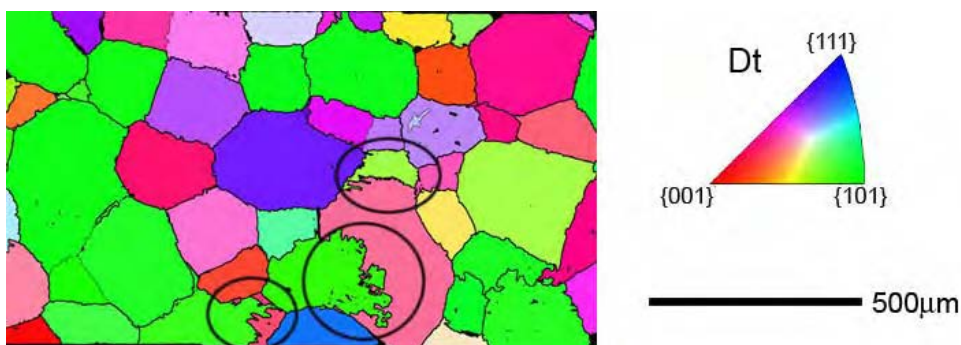


Figure 18: Carte  $\beta$  recalculée à partir des orientations  $\alpha$

### III.4.3.2. Discussion concernant l'efficacité de la méthode

#### Taux de recalcul des orientations $\beta$

En comparant les figures 17 et 18, on note que quasiment toutes les orientations  $\beta$ , présentes dans l'échantillon, ont pu être recalculées par méthode indirecte. Ce taux de recalcul très élevé, est en fait lié à la résolution de la cartographie  $\alpha$  initiale. Une résolution importante permet de déterminer l'orientation d'un plus grand nombre de colonies, en particulier celles de petites tailles. Or un nombre de colonies d'orientations différentes plus importants par grain parent augmente la probabilité de trouver l'orientation unique  $\beta$ . D'autres tests ont été réalisés sur le même échantillon, mais à partir de cartographies initiales acquises avec un pas de déplacement du faisceau plus important ( $5\mu\text{m}$ ). Dans ces conditions, 90% des orientations de la phase  $\beta$  ont pu être recalculées.

Sur la figure 18, on note que les pixels noirs apparaissent majoritairement aux niveaux des joints de grains. En fait, l'orientation de la précipitation  $\alpha_{\text{GB}}$  présente souvent un écart à la relation d'orientation avec les deux grains  $\beta$  voisins, supérieur à la tolérance  $\varepsilon$ . Dans ce cas, l'orientation des platelets  $\alpha_{\text{GB}}$  n'est pas utilisée dans la recherche de la solution retenue. Sur les cartes acquises avec un pas de déplacement plus grand (non représentées ici), les zones de la cartographie  $\beta$  non recalculées correspondent à des grains  $\beta$  petits pour lesquels le nombre de variantes identifiées n'a pas permis le calcul d'une orientation  $\beta$  unique.

#### Précision des orientations $\beta$ recalculées

La comparaison entre les orientations mesurées directement et celles recalculées montre que les deux sont très proches. Pour l'ensemble des orientations recalculées, un écart moyen de  $1,3^\circ$  de désorientation angulaire avec un écart type de  $2,17^\circ$  a été mesuré. Aucune erreur dans le calcul de l'orientation n'a été observée et ce pour 55 grains  $\beta$  au total. La fiabilité du recalcul peut d'ailleurs être vérifiée en comparant les cartographies des figures 17 et 18.

#### Fidélité des contours $\beta$

En comparant les zones entourées sur la figure 18, on peut constater que la position des joints de grains  $\beta$  n'est pas toujours bien restituée. Ceci est dû à la présence de colonies  $\alpha_{\text{WGB}}$  qui se développent de part et d'autre du joint  $\beta/\beta$  avec des orientations proches (avec des désorientations angulaires inférieures à la tolérance  $\varepsilon$ ). Elles ne peuvent donc pas être différenciées par un critère de désorientation. Cependant cette erreur dans l'affectation de certaines colonies  $\alpha_{\text{WGB}}$  est suffisamment faible pour ne pas influencer significativement la statistique de taille des grains  $\beta$ , comme le montre la figure 19.

Par conséquent, cet exemple d'application montre que la méthode développée dans le cadre de ce travail est très efficace pour restituer la microtexture de la phase parente  $\beta$  à partir de celle de la phase  $\alpha$  héritée. Elle permet une bonne restitution des grains  $\beta$  que ce soit en orientation ou en taille.

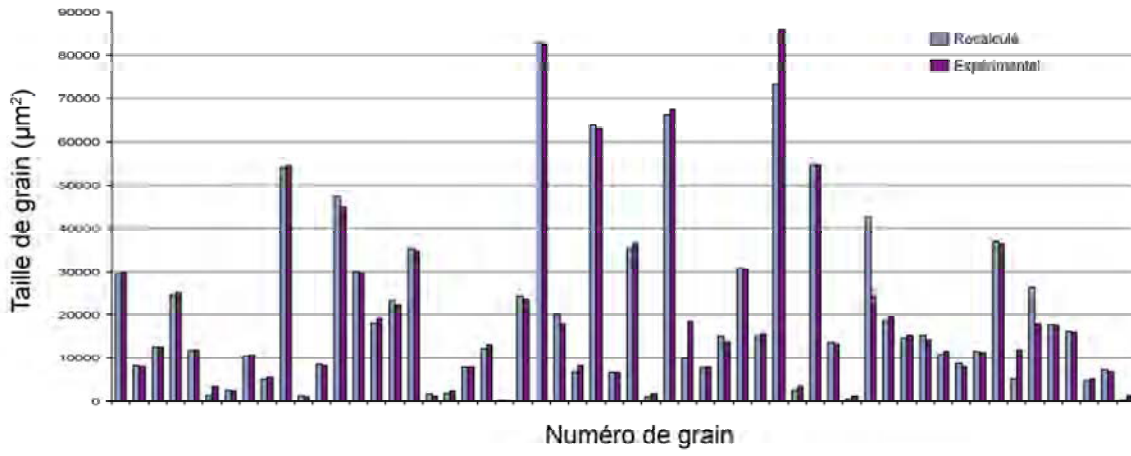


Figure 19: histogramme des tailles de grains



## *Chapitre IV. Analyse des hétérogénéités de microstructure et de texture d'une billette d'IMI 834*

▪ <b>IV.1. Caractéristiques générales de la billette .....</b>	<b>56</b>
▪ IV.1.1. Microstructure.....	56
▪ IV.1.2. Procédé de fabrication .....	57
▪ IV.1.3. Repère macroscopique d'analyse .....	58
▪ IV.1.4. Une utilisation industrielle limitée.....	59
▪ <b>IV.2. Hétérogénéités de la billette .....</b>	<b>60</b>
▪ IV.2.1. Analyse macrographique .....	60
▪ IV.2.2. Hétérogénéités de microstructure .....	61
▪ IV.2.3. Hétérogénéités de texture .....	63
▪ IV.2.3.1. Analyse à une échelle mésoscopique .....	63
▪ IV.2.3.2. Influence sur les propriétés .....	66
▪ IV.2.3.3. Répartition des hétérogénéités de texture dans la billette .....	67
▪ <b>IV.3. Analyse des hétérogénéités de texture en relation avec la structure bimodale .....</b>	<b>70</b>
▪ IV.3.1. Identification des microtextures $\alpha_p$ et $\alpha_s$ dans les macrozones .....	70
▪ IV.3.2. Analyse de la microtexture des grains $\alpha_p$ .....	72
▪ IV.3.3. Analyse de la microtexture des colonies $\alpha_s$ .....	74
▪ IV.3.4. Analyse de la microtexture des grains parents $\beta$ .....	76
▪ <b>IV.4. Discussion .....</b>	<b>79</b>
▪ IV.4.1. Relations entre les différentes hétérogénéités de la billette.....	79
▪ IV.4.2. Macrozones et propriétés mécaniques .....	80
▪ IV.4.3. Hypothèses sur l'origine des macrozones .....	80

Dans ce chapitre, nous présentons et analysons les caractéristiques de la microstructure et la texture d'une billette d'IMI 834, caractéristiques que nous avons déterminées à l'aide d'outils spécifiques décrits au chapitre III. Une attention particulière est portée sur la présence d'hétérogénéités de texture et de microstructure à une échelle mésoscopique. En effet, comme présenté dans la partie bibliographique (chapitre II), des régions comportant une texture très marquée où des grains  $\alpha$  primaires ( $\alpha_p$ ) allongés, semblent, du fait de leur microstructure, conduire à la réduction de la tenue en fatigue de l'IMI 834.

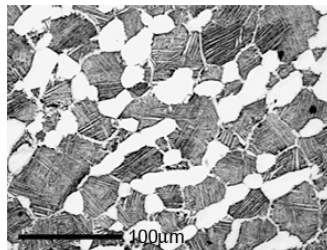
L'analyse détaillée de la microstructure et de la texture locale, nous permet d'obtenir des indications sur la formation des hétérogénéités au cours de l'élaboration de la billette. En effet, la microstructure bimodale comprend deux types de grains ayant chacun une histoire thermomécanique différente. Les grains  $\alpha_p$  proviennent de la fragmentation des lamelles  $\alpha$  transformées en globules au cours de la forge dans le domaine  $\alpha/\beta$  et les colonies  $\alpha$  secondaires ( $\alpha_s$ ) sont héritées de la transformation de la phase  $\beta$ . Grâce aux outils et méthodes présentés au chapitre précédent, les orientations de chaque type de grains ont pu être étudiées indépendamment. A partir de l'orientation des colonies  $\alpha_s$ , la microtexture de la phase  $\beta$  a pu être restituée. De cette manière, nous avons pu décrire les caractéristiques de la microtexture  $\alpha_p/\beta$  à la fin de la forge dans le domaine  $\alpha/\beta$ .

## ***IV.1. Caractéristiques générales de la billette***

### ***IV.1.1. Microstructure***

Une billette d'IMI 834 a été mise à notre disposition par un motoriste de l'industrie aéronautique. Elle a été prélevée au hasard dans un lot. Par conséquent, les hétérogénéités de microstructure et de texture locales qui seront analysées dans la suite du travail, correspondent à des hétérogénéités que l'on trouve aléatoirement dans ce type de produit, sans se fixer pour objectif d'étudier en particulier une zone à l'origine de mauvaises performances en fatigue du matériau.

La microstructure de la billette, analysée par microscopie optique<sup>1</sup> (fig. 1), est bimodale, constituée de 30% de grains  $\alpha_p$  (blancs) repartis dans une matrice  $\alpha_s$  lamellaire (grise). La taille de grains  $\alpha_p$  est d'environ 25  $\mu\text{m}$ , mais, comme le montre la figure 1, ces grains présentent une assez forte dispersion en taille et en morphologie. Certains grains sont plutôt équiaxes et d'autres plutôt allongés.



**Figure 1: Microstructure bimodale de la billette d'IMI 834 (microscopie optique)**

<sup>1</sup> *La préparation de surface pour l'observation en microscopie optique* consiste en une suite de polissages mécaniques sur papiers abrasifs en utilisant des granulométries décroissantes jusqu'à 2400, suivie d'un polissage attaque avec une solution de silice colloïdale (OP-S) et de peroxyde d'hydrogène. Enfin les échantillons sont attaqués chimiquement au réactif de Kroll entre 2 et 10s (2% HF, 3% HNO<sub>3</sub>, 23% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 75% H<sub>2</sub>O).



Les lamelles héritées de la transformation de phase des grains  $\beta$ , mesurent moins de un micron de large et forment des colonies. Il est possible de distinguer les contours des anciens grains  $\beta$  grâce à la précipitation intergranulaire. La taille moyenne des anciens grains  $\beta$  a pu être estimée à  $60 \mu\text{m}$ . La fraction volumique de phase  $\beta$  résiduelle à température ambiante, localisée entre les lamelles, est inférieure à 5%.

Les microstructures bimodales sont fréquentes dans les produits semi-finis en IMI 834 (billette, barres, tôles, feuilles) car elles offrent un bon compromis entre l'excellente résistance au fluage d'une microstructure 100% lamellaire et la bonne tenue en fatigue d'une microstructure équiaxe [Neal-88]. Il semble que les propriétés optimales soient obtenues lorsque la microstructure est constituée de 15% de grains  $\alpha_p$  finement distribués dans une matrice lamellaire [Neal-85].

#### IV.1.2. Procédé de fabrication

Le procédé de fabrication des billettes, produites par la société TIMET, est couvert par le secret industriel. Il est toutefois possible d'en décrire les grandes étapes à partir d'une étude bibliographique. En effet, les paramètres du procédé permettant d'obtenir une microstructure bimodale ont largement été étudiés [Lütjering-98, Brun-95]. Ce procédé consiste en une suite de chauffes et de déformations/recuits dans le domaine  $\beta$  puis  $\alpha/\beta$  au cours desquelles le lingot est progressivement étiré par une succession de compressions et de rotations de 1/4 de tour (fig. 2 et 3).

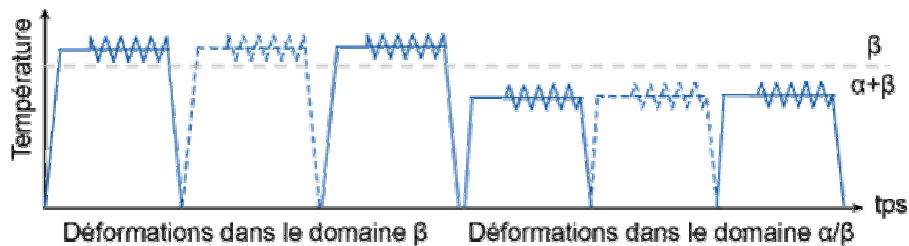


Figure 2: Représentation schématique du procédé de fabrication de la billette

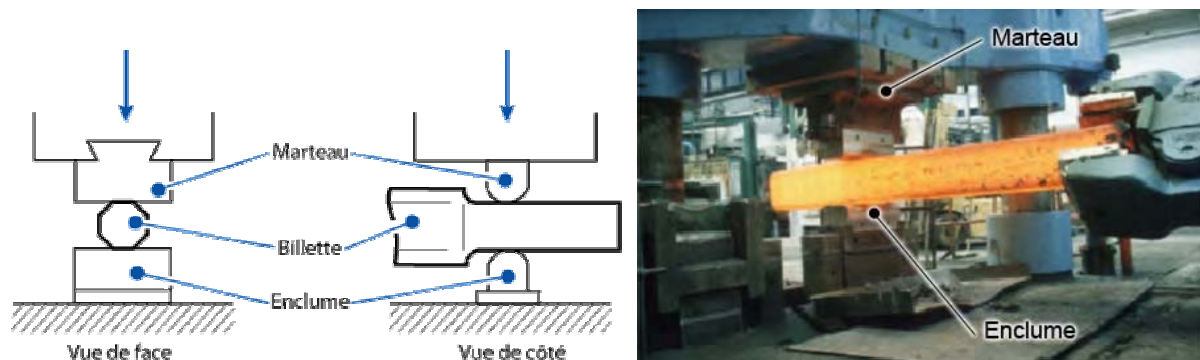


Figure 3: L'étirage : transformation d'un lingot en billette [Rambaud-88, Dye-05]

L'objectif de la compression en  $\beta$  est double. Elle permet d'obtenir des taux de réduction importants, tout en affinant la microstructure. A ce stade, deux mécanismes sont en compétition [Brun-98] :

- La croissance des grains  $\beta$ , très rapide à cette température [Semiatin-96]

- La restauration et/ou la recristallisation dynamique qui conduit à une diminution de la taille de grains.

Après cette étape, la microstructure du lingot [Glavicic-03c], initialement formée de dendrites de plusieurs centimètres de large, consiste en de gros grains  $\beta$ . Pendant le refroidissement, ces grains se transforment en colonies de larges lamelles  $\alpha_s$  et seulement une faible fraction de la phase  $\beta$  est retenue à température ambiante.

La billette est ensuite réchauffée dans le domaine  $\alpha/\beta$ , pour les étapes de forge ultérieures. Avant déformation, la microstructure est formée de lamelles, insérées dans la matrice  $\beta$ , et dont la fraction volumique dépend de la température. A la température de traitement considérée, la présence de la phase  $\alpha$  permet de limiter la croissance des grains  $\beta$ . Par ailleurs, sous l'effet de la déformation, la phase  $\alpha$ , initialement lamellaire et en relation de Burgers avec la phase  $\beta$  environnante, devient globulaire et forme les grains  $\alpha_p$  équiaxes. Lors du refroidissement, les grains  $\beta$  se transforment à nouveau en colonies  $\alpha_s$  et donnent ainsi, avec les grains  $\alpha_p$ , la microstructure bimodale (fig. 1). Un traitement thermique additionnel est parfois requis pour ajuster la fraction volumique de phase  $\alpha_p$ .

### IV.1.3. Repère macroscopique d'analyse

La billette se présente sous la forme d'une barre de section circulaire d'environ 200mm de diamètre (fig. 4). Différentes observations ont été réalisées à la fois dans des sections transverses (perpendiculaires à l'axe de la barre) et dans des sections longitudinales (parallèles à l'axe de la barre). Dans la suite du travail, les microstructures et les orientations locales de la billette seront décrites par rapport au repère macroscopique Ka ( $D_r$ ,  $D_t$ ,  $D_a$ ) indiqué sur la figure 4. Ce repère est construit sur les directions principales du procédé d'élaboration de la billette. Ainsi  $D_a$  correspond à la direction axiale de la billette. La symétrie axiale de la billette ne permettant pas de localiser les directions de forge, les deux autres directions, radiale ( $D_r$ ) et tangentielle ( $D_t$ ), correspondent à des directions radiales orthogonales choisies arbitrairement.

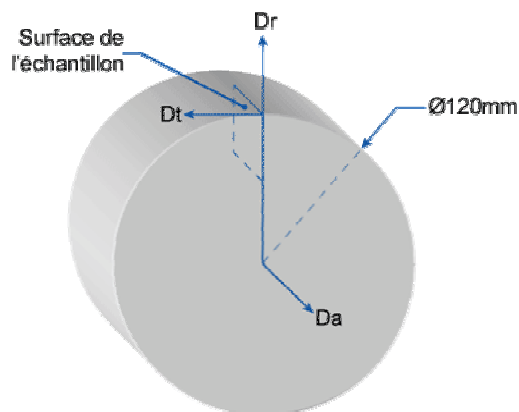


Figure 4: Repère macroscopique associé à la billette

#### **IV.1.4. Une utilisation industrielle limitée**

L'IMI 834 est en particulier, utilisé par les motoristes, pour la fabrication de roues à aubes de compresseurs à haute pression. Dans les turboréacteurs de nouvelle génération, cet alliage de titane remplace en effet avantageusement les traditionnels superalliages à la densité nettement plus élevée. Cependant, il n'est actuellement employé que dans les turboréacteurs de petite taille, équipant principalement les avions d'affaire, car seules les billettes dont le diamètre est inférieur à 75mm ont des propriétés mécaniques (notamment la tenue en fatigue) suffisantes pour ce type d'applications [Timet-00]. En effet, l'expérience a montré que des roues à aubes fabriquées à partir de billettes de plus grande taille, ne conservent pas toujours les propriétés mécaniques requises notamment par une diminution sensible de la tenue en "dwell fatigue" (voir Chapitre II).

Pour ces raisons, la sensibilité au "cold dwell" fait l'objet de recherches intensives. Les différents travaux publiés relient ce phénomène à des hétérogénéités de microstructure et/ou de texture présentes très localement au sein des pièces industrielles. Les auteurs notent en effet sur les faciès de rupture, une concentration de grains ayant des caractéristiques particulières [Bache-03] :

- des grains ( $\alpha_p$  ou  $\alpha_s$ ) avec l'axe  $c$  parallèle à la direction de sollicitation.
- des grains  $\alpha_p$  avec un facteur de forme important.

Ces hétérogénéités locales de microstructure ou de texture se sont développées lors du procédé d'élaboration de la billette et ne disparaissent pas toujours lors des déformations ultérieures, en particulier lors du matriçage<sup>1</sup>. L'enjeu pour les industriels est donc d'optimiser ces différentes étapes, afin de réduire la présence de ces hétérogénéités dans les pièces industrielles de grande taille. Cela devrait améliorer leurs performances en 'dwell fatigue' et permettre la fabrication de compresseurs de grande taille en IMI 834.

---

<sup>1</sup> Déformation de la billette entre deux matrices permettant d'obtenir les disques dans lesquels les roues à aubes sont usinées.

## IV.2. Hétérogénéités de la billette

### IV.2.1. Analyse macrographique

La macrographie est une technique utilisée dans l'industrie pour vérifier la qualité des pièces et en particulier l'absence de défauts macroscopiques comme les ségrégations ou les hétérogénéités locales de composition chimique. Elle permet également de révéler le fibrage (ou flow lines) apparu lors du forgeage des pièces. L'analyse des pièces est réalisée à l'œil nu, après une attaque chimique prolongée dans une solution d'acides très concentrée (pour le titane : 10% HF, 20% HNO<sub>3</sub>, 70% H<sub>2</sub>O pendant 2 à 3 min).

Après attaque, la surface des pièces forgées en titane devient mate et révèle une **macrostructure** qui présente une alternance de zones claires et foncées de taille et de morphologie variable en fonction du procédé d'obtention des pièces. A l'examen optique, la structure et le contenu de ces macrostructures ne sont pas manifestes. Il nous a paru intéressant de déterminer si la perception visuelle des macrostructures n'était pas due à la présence d'hétérogénéités locales de microstructure ou de texture.

Afin de rechercher un lien possible entre la macrostructure et la présence d'hétérogénéités dans le matériau, un morceau de matière situé en périphérie de la billette, a été soumis à une attaque macrographique<sup>1</sup>. Puis, un échantillon a été prélevé dans une section longitudinale (Dr, Da) de ce morceau de billette où il s'est révélé que la macrographie était très contrastée. La microstructure et la texture locale ont ensuite été analysées en détail. Pour localiser des zones particulières à l'échelle de la macrostructure, des repères ont été indentés. Dans la suite du travail, cet échantillon est considéré comme **échantillon de référence**.

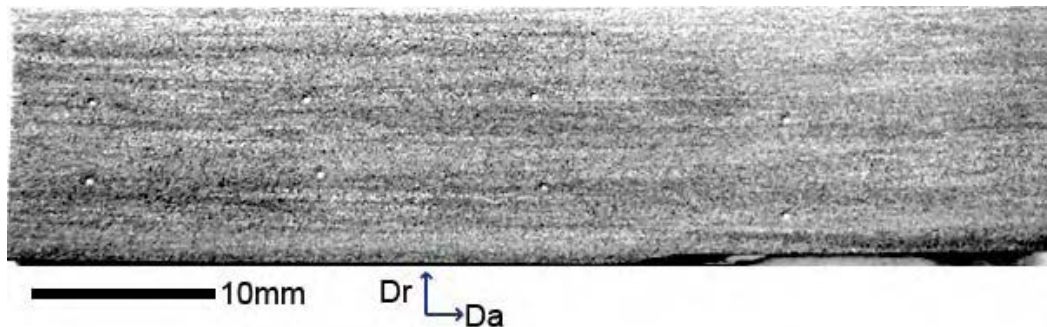


Figure 5: Macrographie de l'échantillon de référence

La macrographie de l'échantillon de référence est présentée sur la figure 5. Elle révèle une alternance de bandes claires et foncées alignées selon Da<sup>2</sup>. La longueur de ces bandes dépasse celle de l'échantillon et leur largeur est d'environ un millimètre. La transition entre bandes est

<sup>1</sup> Attaque chimique de longue durée permettant l'analyse macrographique du titane.

<sup>2</sup> Sur la figure 5, la macrostructure n'est pas très contrastée. En pratique, il a été assez difficile d'en prendre une photo satisfaisante. Par contre, ces zones claires et foncées apparaissent très distinctement à l'œil nu. Dans ces conditions, il est possible d'améliorer le contraste en faisant varier l'inclinaison de l'échantillon par rapport à la source de lumière. Ceci modifie le contraste global : c'est à dire qu'une zone claire reste claire et vice-versa.

imprécise et leur contour est donc difficile à définir. Sur la photo, on peut également remarquer les indentations utilisées pour repérer des zones particulières dans la suite du travail.

#### **IV.2.2. Hétérogénéités de microstructure**

Les bandes révélées par l'attaque macrographique ont, en premier lieu, été observées au microscope optique. Des micrographies caractéristiques obtenues dans une bande claire et une bande foncée sont montrées figure 6. Dans les bandes claires, la fraction de grains  $\alpha_p$  qui restent visibles après attaque est beaucoup plus importante que dans les bandes foncées.

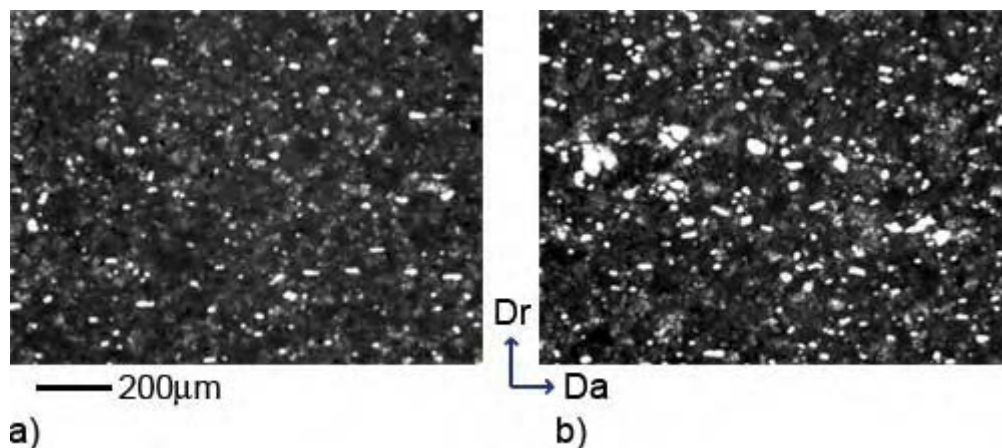


Figure 6: Observation d'une bande (a) foncée et (b) claire en microscopie optique

Les attaques prolongées introduisent généralement un biais lors d'analyse en microscopie quantitative [Coster-89]. Pour mieux apprécier l'effet de l'attaque chimique prolongée sur la microstructure, nous avons analysé la même zone d'un échantillon après différents temps d'attaque. L'attaque commence aux endroits où le potentiel de dissolution change : c'est à dire, les joints de phases au premier ordre et les joints de grains au second ordre. Par conséquent, la structure lamellaire des colonies et les joints de grains  $\alpha_p/\alpha_s$  sont rapidement révélés. Lorsque l'attaque se prolonge, les lamelles  $\alpha_s$  et les grains  $\alpha_p$  de petites tailles ou avec un facteur de forme important sont ensuite érodés. Les plus gros grains  $\alpha_p$ , moins sensibles à l'attaque, sont dissous plus lentement. Les différences locales de fraction volumique de phase  $\alpha_p$  observées au microscope peuvent donc être un indicateur de différences de morphologie des grains  $\alpha_p$ , d'une zone claire à une zone foncée de la macrostructure.

Pour analyser plus directement la présence d'hétérogénéités microstructurales et pour les quantifier, un autre échantillon a été prélevé dans une section longitudinale de la billette (Da, Dr), également en périphérie de la billette. Cet échantillon a été préparé pour l'observation en microscopie optique pour y révéler la microstructure et non plus la macrostructure. Une zone relativement grande (6.5mm x 1mm) de l'échantillon a été cartographiée. Les caractéristiques microstructurales de cette zone telles que la taille et la morphologie des grains  $\alpha_p$  ont ensuite été quantifiées par analyse d'images. Dans cet objectif, la procédure appliquée à l'image a été la suivante (les termes de traitement d'images correspondants sont entre parenthèses) :



- Amélioration du contraste et correction de l'image
- Identification de la phase  $\alpha_p$  suivant un critère de niveau de gris (Seuillage)
- Suppression des groupes de pixels trop petits dus au bruit (Erosion/Reconstruction)
- Reconnaissance des grains individuels (Etiquetage des objets connexes)
- Mesure des caractéristiques microstructurales :
  - Taille de grains, quantifiée par la surface des objets (en  $\mu\text{m}^2$ )
  - L'allongement des grains, quantifié par un facteur de forme<sup>1</sup>

La valeur de chaque caractéristique a été obtenue en moyennant les données relatives aux grains contenus dans une fenêtre de  $250\mu\text{m}$  de large, centrée sur la position considérée. L'analyse a été répétée en déplaçant la fenêtre parallèlement à  $D_r$  avec un pas de  $4\mu\text{m}$ .

La figure 7 présente la cartographie optique brute (7a), la même cartographie après l'étape de seuillage (7b) et l'évolution des deux caractéristiques microstructurales selon  $D_r$  (7c). Le graphique 7c a été aligné avec la cartographie optique, de telle sorte que chaque position du graphe puisse être comparée à la microstructure (7a et 7b) correspondante.

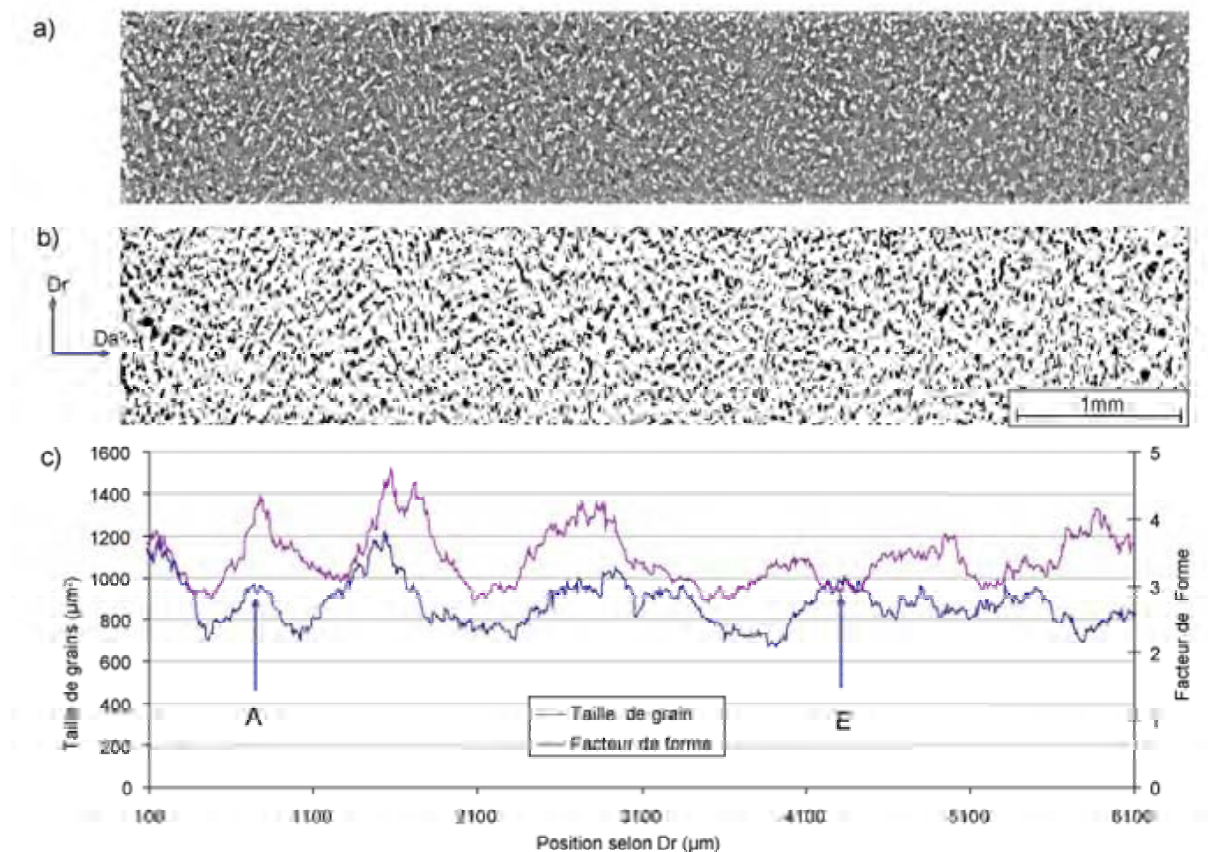


Figure 7: Hétérogénéités de morphologie des grains  $\alpha_p$  : (a) microstructure analysée – microscopie optique, (b) seuillage des grains  $\alpha_p$  représentés en noir, (c) évolution de la surface et du facteur de forme des grains suivant  $D_r$

<sup>1</sup> *En analyse d'image*, il existe plusieurs moyens de calculer un facteur de forme. Ici, nous avons utilisé le rapport des diamètres de Féret maximal et minimal [Allen-90]. Pour un cercle, ce rapport est égal à 1, pour un carré, à  $\sqrt{2}$

La cartographie optique (7a) montre de légères hétérogénéités de morphologie et de taille des grains  $\alpha_p$ . Ces derniers peuvent être relativement équiaxes de différentes tailles ou former des chapelets allongés parallèlement à Da. Le graphe (7c) quantifie ces hétérogénéités et montre leurs évolutions selon Dr. Il existe une certaine périodicité dans l'évolution des caractéristiques microstructurales. La distance entre deux points présentant des caractéristiques semblables est de l'ordre du millimètre, ce qui correspond à l'ordre de grandeur des bandes formant la macrostructure.

Pour mettre en évidence cette différence de morphologie, un agrandissement de deux zones où les grains  $\alpha_p$  ont, en moyenne, une taille équivalente mais des facteurs de forme différents (zone A et E sur le graphe 7c), est présenté. La comparaison des microstructures dans les zones (A) et (E) montre clairement les différences de morphologie que l'on peut rencontrer dans la billette (fig. 8).

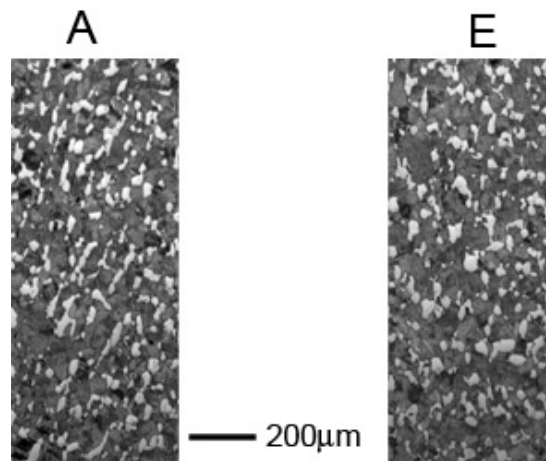


Figure 8: Microstructure allongée (A) et équiaxe (E) des zones repérées sur le graphe 7c

### IV.2.3. Hétérogénéités de texture

#### IV.2.3.1. Analyse à une échelle mésoscopique

Les hétérogénéités de texture de la billette ont été caractérisées par des analyses EBSD. Une cartographie a été acquise sur l'échantillon de référence afin d'analyser la microtexture en relation avec la macrostructure. La surface de l'échantillon de référence, attaquée pour la macrographie, a nécessité une nouvelle préparation en vue de l'analyse EBSD<sup>1</sup>.

Un pas de 15µm a été utilisé pour couvrir une zone relativement grande de l'échantillon (38 x 10 mm<sup>2</sup>) en un temps acceptable. La figure 9 présente le résultat de l'analyse à l'aide de la

<sup>1</sup> La préparation de surface des échantillons pour une analyse EBSD commence par un polissage mécanique jusqu'à un papier de granulométrie 2400. Dans la majorité des cas, ce polissage est suivi d'un polissage électrolytique (90% Méthanol, 10% Acide Perchlorique) qui enlève l'écrouissage de surface. Lorsque la surface à préparer est trop importante (pour l'échantillon de référence par exemple) et ne permet pas un polissage électrolytique uniforme, le polissage mécanique est suivi d'un polissage attaque avec une solution de silice colloïdale (OP-S) et de peroxyde d'hydrogène et enfin d'une légère attaque chimique (2 sec) au réactif de Kroll (2% HF, 3% HNO<sub>3</sub>, 23% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 70% H<sub>2</sub>O) pour diminuer l'écrouissage de surface dû au polissage mécanique.

cartographie d'orientations et les figures de pôles  $\{00.2\}/\{11.0\}$  associées, projetées dans la section transverse de la billette (Da au centre). La couleur de chaque pixel de la carte représente l'orientation de la direction macroscopique Dt dans le repère du cristal, suivant le code de couleur du triangle standard.

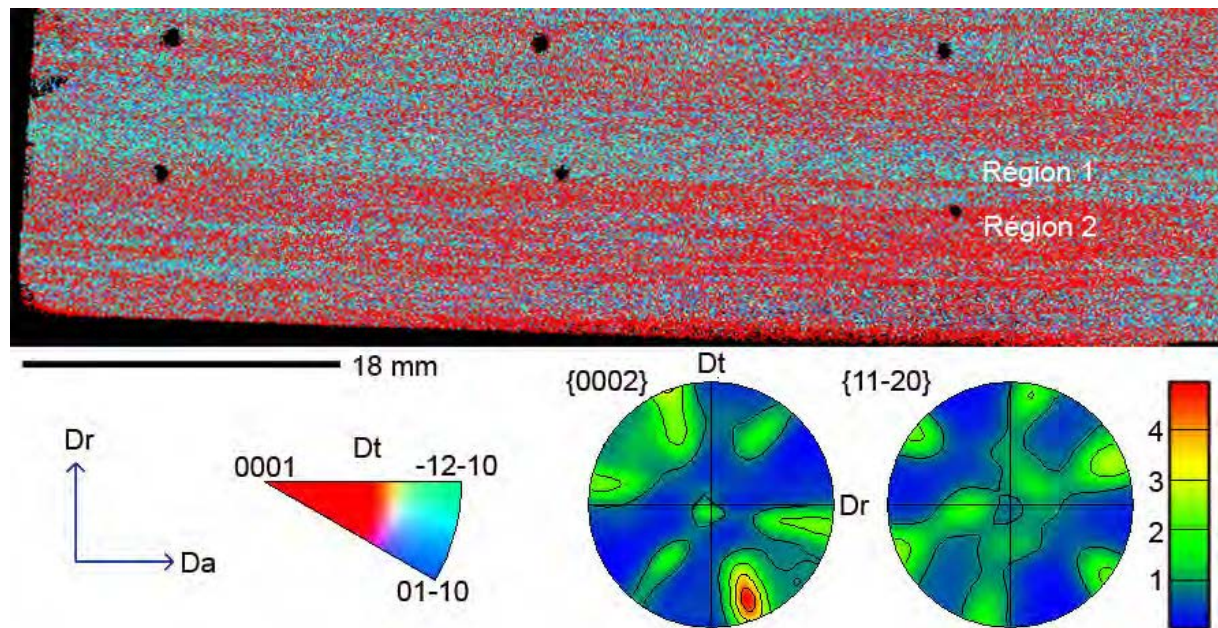


Figure 9: Analyse des hétérogénéités de texture de l'échantillon de référence à une échelle mésoscopique

La texture de la phase  $\alpha$  sur l'ensemble de la surface analysée est relativement complexe. Elle comporte quatre pôles  $\{00.2\}$  majoritaires. Ils correspondent à des grains ayant leur axe  $c$  soit :

- parallèle à la direction axiale (Da)
- dans 3 directions radiales particulières avec une forte dispersion vers Da.

On note une concentration d'axes  $c$  plus marquée dans une direction radiale à  $15^\circ$  de Dt. Les pôles  $\{11.0\}$  sont moins marqués et sont majoritairement dirigés dans des directions radiales.

Le code de couleur utilisé sur la cartographie d'orientations met en évidence une structure en bandes où alternent des régions avec des textures locales très marquées et différentes d'une région à une autre. Cela est particulièrement visible sur la figure 10, où les textures de deux bandes (une plutôt rouge et une plutôt bleu-verte) sont représentées à l'aide de figures de pôles.

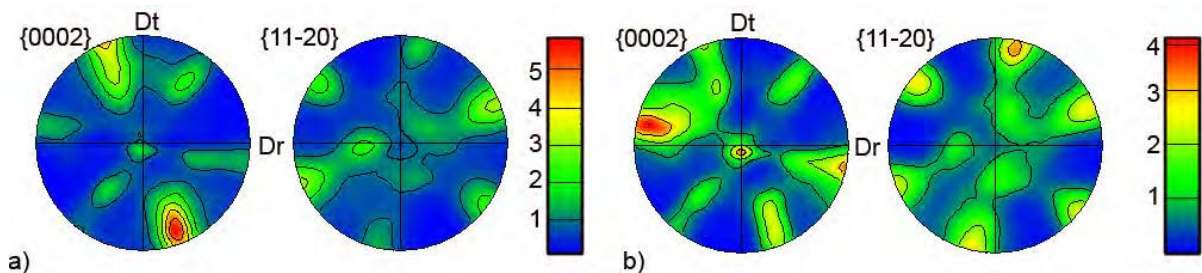


Figure 10: Analyse de la texture à l'intérieur de bandes de couleur (a) rouge, (b) bleu-verte

Les deux textures présentent les quatre pôles  $\{00.2\}$  identifiés précédemment sur la figure 9 mais l'intensité et la position de la composante principale change significativement d'une



bande à l'autre (10a et 10b). Dans la bande majoritairement rouge (10a), les axes  $c$  sont principalement orientés dans la direction radiale à  $15^\circ$  de Dt et les pôles  $\{11.0\}$  sont orientés dans une direction radiale perpendiculaire. Dans l'autre bande, les plus fortes concentrations d'axes  $c$  se situent soit :

- dans la direction radiale à  $15^\circ$  de Dr avec un pôle  $\{11.0\}$  dans la direction radiale perpendiculaire,
- et dans une moindre mesure dans la direction axiale et un pôle  $\{11.0\}$  dans la direction radiale qui coïncide avec ceux de l'autre composante majoritaire.

Par conséquent, dans chacune des bandes, les grains sont orientés autour d'une orientation majoritaire.

Par ailleurs, d'une zone fortement texturée à une autre, la distribution spatiale des orientations peut être très différente et conduire localement à la formation d'agglomérats de grains d'orientations proches (ces grains correspondent à des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$ ). Il est possible de quantifier ces agglomérats en regroupant sur la carte EBSD, les pixels voisins d'orientations proches (avec une certaine tolérance). Du fait de la très grande étendue des composantes de textures principales, un critère de désorientation angulaire de  $40^\circ$  a été utilisé. La figure 11 présente le résultat de cette analyse. Sur la carte (11a), à chaque ensemble de pixels ainsi reconstitué est attribuée une couleur. Les textures de deux amas de grains issus des deux zones présentant des textures locales très différentes sont présentées à l'aide des figures de pôles caractéristiques (11b et 11c). On peut remarquer que la taille des amas, beaucoup plus importante dans la partie basse de la carte, varie d'une bande à l'autre.

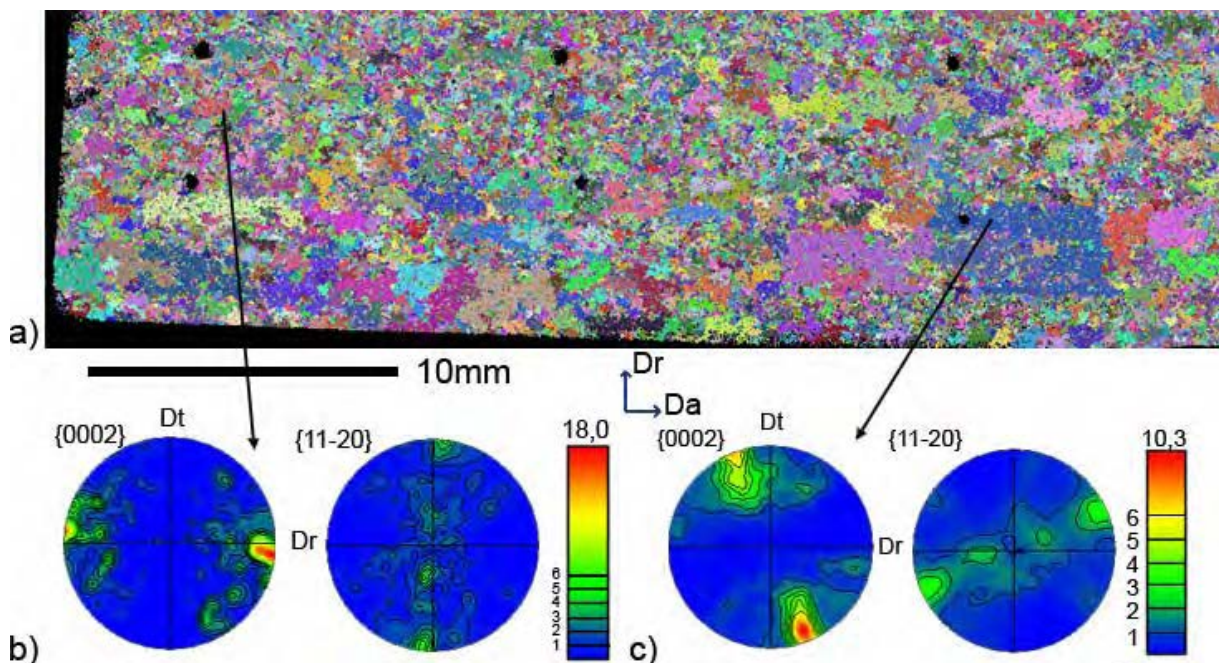


Figure 11 : Visualisation d'amas de grains  $\alpha$  d'orientations proches sur la carte EBSD – échantillon de référence

Par conséquent, les régions étudiées dans ce travail montrent des caractéristiques très différentes du point de vue de leur texture locale et de la distribution spatiale des orientations,

ce qui peut conduire à des comportements mécaniques locaux différents d'une région à une autre.

Ces bandes fortement texturées, mesurent environ un millimètre de large et dépassent la longueur de l'échantillon. Il est important de noter que, du fait de leurs dimensions, ces bandes ne sont pas décelables lors d'analyses EBSD locales (sur des cartes couvrant 200 grains par exemple), mais sont parfaitement identifiables lors d'études EBSD à une échelle mésoscopique. De toute façon, leur contour est généralement assez mal défini de même que la limite entre deux bandes. Ainsi par leurs tailles et leurs morphologies, ces bandes semblent correspondre aux bandes révélées par l'attaque macrographique. En effet, lors d'une attaque prolongée, la vitesse de dissolution est sensible à l'orientation des grains [Pokorny-94]. Par ailleurs, le pouvoir réflecteur change en fonction des plans cristallographiques parallèles à la surface d'analyse.

#### IV.2.3.2. Influence sur les propriétés

A partir des données obtenues, il est possible de quantifier l'anisotropie de comportement induite par la présence de régions fortement texturées. On peut rappeler que le réseau hexagonal de la phase  $\alpha$  a un comportement élastique anisotrope (fig. 12) [Fisher-64]. En prenant en compte l'effet de la texture locale, on se propose d'évaluer l'anisotropie du module de Young équivalent dans deux zones fortement texturées.

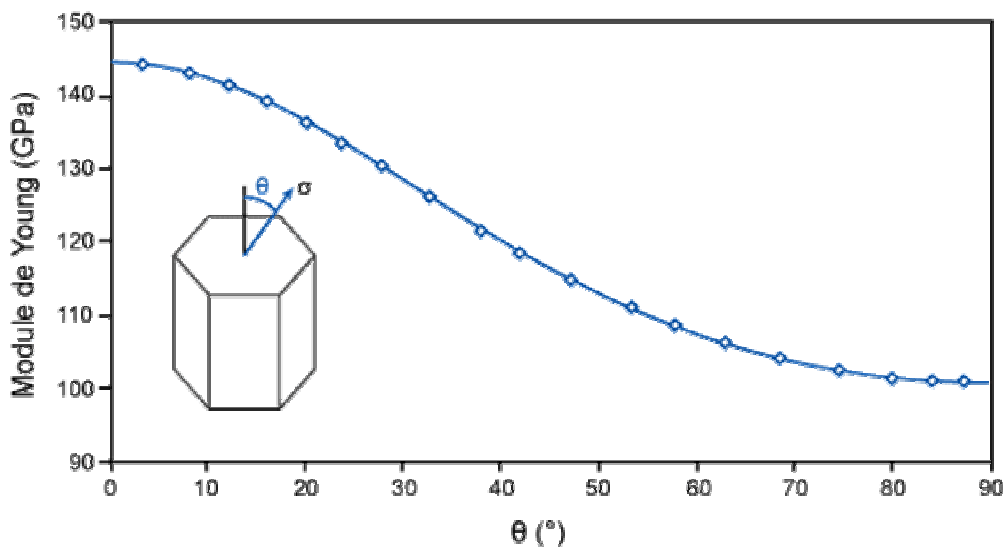


Figure 12: Valeur du module de Young à température ambiante en fonction de l'orientation du réseau hexagonal vis-à-vis de la direction de la contrainte  $\sigma$  [Fisher-64]

L'élasticité effective de la zone étudiée est ici calculée par une méthode autocohérente à partir de la texture  $f(g)$  de la phase  $\alpha$  [Humbert-91, Diz-92b] et des constantes élastiques d'un monocristal  $\alpha$  de titane [Fisher-64]. Un calcul direct à partir des constantes élastiques effectives du polycristal permet d'exprimer la valeur du module d'Young, dans les différentes directions de l'espace.

Le résultat est présenté sous la forme de projections stéréographiques sur la figure 13. Sur cette figure, on peut s'apercevoir que la direction où le module d'Young est maximal, change d'une région à une autre et coïncide avec la direction de la composante de texture majoritaire. Par contre, la différence entre la valeur maximale et minimale n'est pas très marquée (10% de différence).

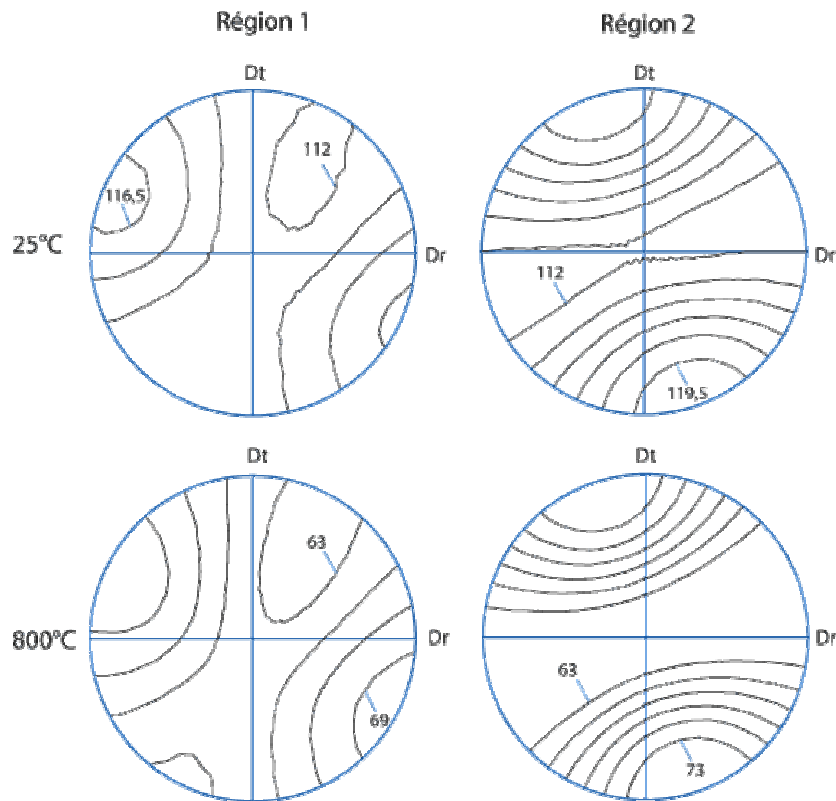


Figure 13 : Valeurs du module de Young (GPa) pour deux régions différentes, localisées sur la carte EBSD de la figure 9

Les facteurs de Kearns généralisés, introduits au chapitre III ont été calculés pour les deux régions étudiées précédemment. Les projections stéréographiques rappellent celles des modules des Young (fig. 14) mais l'anisotropie est beaucoup plus marquée dans ce cas puisqu'un facteur 2 existe entre le maximum et le minimum.

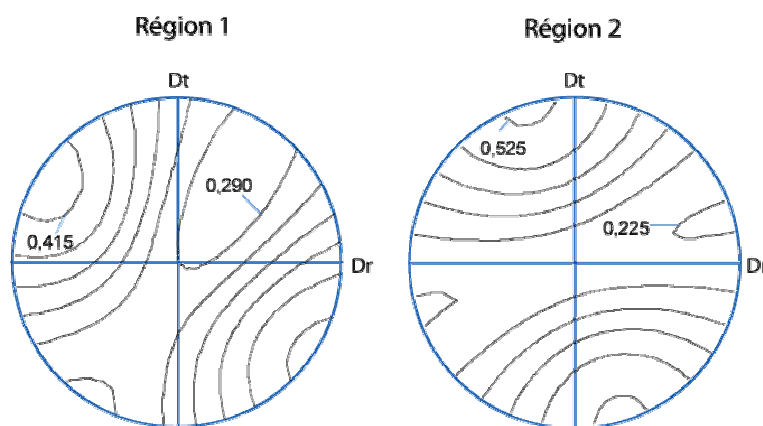


Figure 14: Projections stéréographiques des facteurs de Kearns généralisés pour deux zones voisines.

#### IV.2.3.3. Répartition des hétérogénéités de texture dans la billette

Etant donnée la taille des zones fortement texturées, l'analyse d'un seul échantillon ne peut rendre compte de la distribution des hétérogénéités dans la billette. Plusieurs autres

échantillons ont donc été découpés selon une section longitudinale, à différentes positions dans la billette. Sur chaque section longitudinale ( $D_r$ ,  $D_a$ ), une carte EBSD de  $8 \times 12 \text{ mm}^2$  a été acquise. La figure 14 présente la position des échantillons dans la billette, les cartes EBSD avec le même code de couleur que la figure 9 et les figures de pôles caractéristiques projetées dans la section transverse de la billette ( $D_a$  au centre). Il faut noter que la seule direction commune aux différentes textures est  $D_a$ , les directions radiales ( $D_r$ ,  $D_t$ ) sont arbitraires et ne peuvent être comparées d'une texture à l'autre.

Sur chaque carte EBSD (fig. 14), la même structure en bandes que celle observée précédemment est visible de manière plus ou moins marquée. De même, les composantes de texture sont proches de celles identifiées précédemment, mais la position et l'intensité de la composante majoritaire peut radicalement changer d'un échantillon à l'autre. Dans toute la billette, des hétérogénéités de texture du même type que celles de l'échantillon de référence peuvent donc être observées.

Dans la suite de ce travail, les régions de la billette de taille **millimétrique** (centimétrique selon  $D_a$ ) présentant une **orientation cristallographique préférentielle très marquée** devant d'autres composantes de texture seront appelées des **macrozones**.



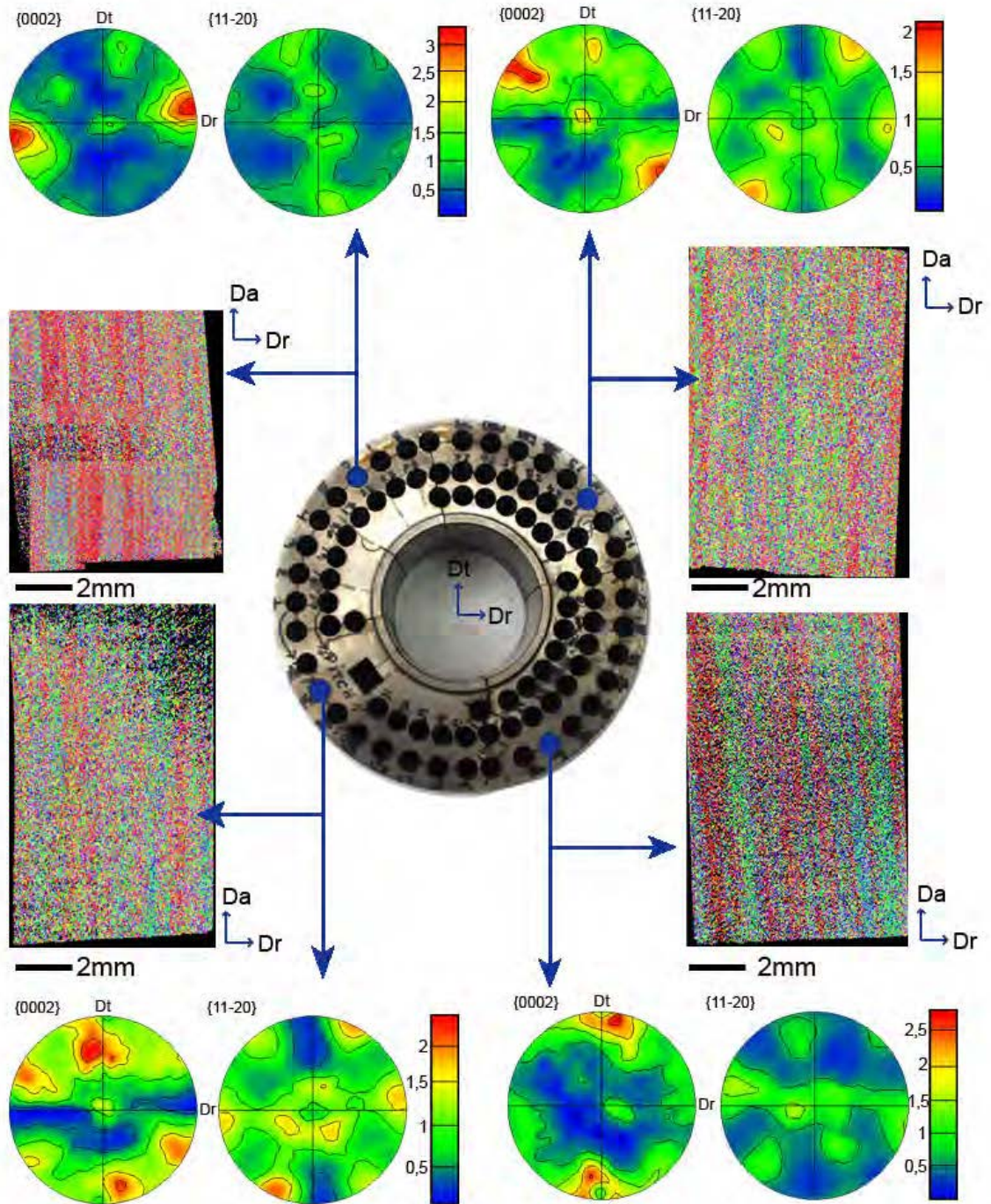


Figure 15: Répartition des hétérogénéités de texture dans la billette

### IV.3. Analyse des hétérogénéités de texture en relation avec la structure bimodale

Nous nous proposons dans cette partie, d'analyser en détail les hétérogénéités de texture dans la billette et de rechercher les liens possibles entre celles-ci et les caractéristiques de sa structure bimodale. A l'aide des outils présentés dans le chapitre précédent, on peut distinguer dans les macrozones, les microtextures des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$ , ce qui nous permet de discuter la contribution de chaque type de grains à la formation des hétérogénéités de texture. Puis, à partir de la microtexture des colonies  $\alpha_s$ , la restitution de la microtexture  $\beta$  haute température (selon la méthode présentée au chapitre III) nous permet d'étudier la présence de zones  $\alpha$  fortement texturées de l'IMI 834 en relation avec d'éventuelles zones fortement texturées en  $\beta$ . Plus généralement, l'influence des différentes étapes du procédé de forge, sur la formation des hétérogénéités de texture dans la billette est examinée dans cette partie et dans les chapitres à venir.

#### IV.3.1. Identification des microtextures $\alpha_p$ et $\alpha_s$ dans les macrozones

Deux analyses EBSD complémentaires ont été réalisées sur l'échantillon de référence, avec une meilleure résolution spatiale. Ces analyses ont été effectuées sur les 2 zones indiquées par des rectangles blancs sur la carte EBSD donnée figure 16. Chaque zone couvre au moins deux bandes fortement texturées, correspondant à des macrozones. Pour l'acquisition de ces données EBSD, un pas de déplacement du faisceau de  $2\mu\text{m}$  a été retenu. Ce pas est suffisamment grand pour couvrir de grandes zones mais il est également suffisamment fin pour déterminer les variations d'orientations dues à la microstructure bimodale. Comme décrit au chapitre III, l'acquisition de l'image BSE suite à l'acquisition EBSD permet de séparer automatiquement sur la carte EBSD, les orientations relatives aux grains  $\alpha_p$  et aux colonies  $\alpha_s$ . On peut rappeler que la différence de niveau de gris de l'image BSE permet de distinguer la phase  $\alpha_p$  (gris foncé) et les colonies  $\alpha_s$  (gris clair). Avec ce critère, les grains détectés à partir des données EBSD peuvent être identifiés comme appartenant à la phase  $\alpha_p$  ou  $\alpha_s$ .

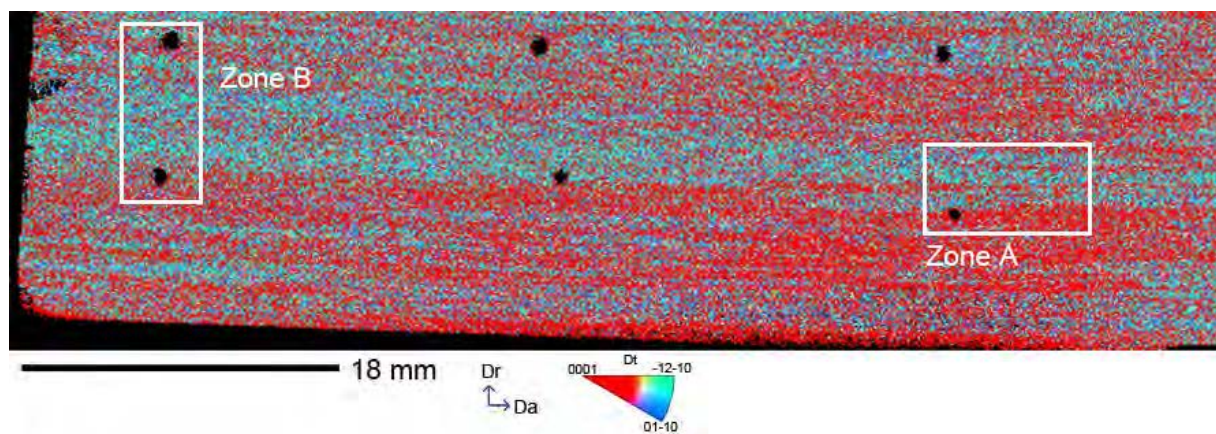


Figure 16: Localisation sur l'échantillon de référence de deux zones analysées en EBSD



L'analyse des deux zones donnant des résultats très proches, seuls les résultats obtenus sur la **zone A** seront présentés et discutés dans cette partie. La figure 17 illustre l'efficacité de la méthode de séparation des orientations des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$  sur la carte EBSD. Les données EBSD/BSE de la zone A sont présentées sous forme de 2 cartographies. Sur la carte de la figure 17a, le niveau de gris de chaque pixel correspond au niveau de gris de l'image BSE. Le résultat de la séparation 'orientation  $\alpha_p/\alpha_s$ ' est donné sur la cartographie (17b) où les pixels relatifs aux grains  $\alpha_p$  sont représentés en rouge et ceux relatifs aux colonies  $\alpha_s$  en niveau de gris de l'image BSE. Les orientations des deux populations de grains correspondantes sont présentées à l'aide de la projection stéréographique  $\{00.2\}$  (17c).

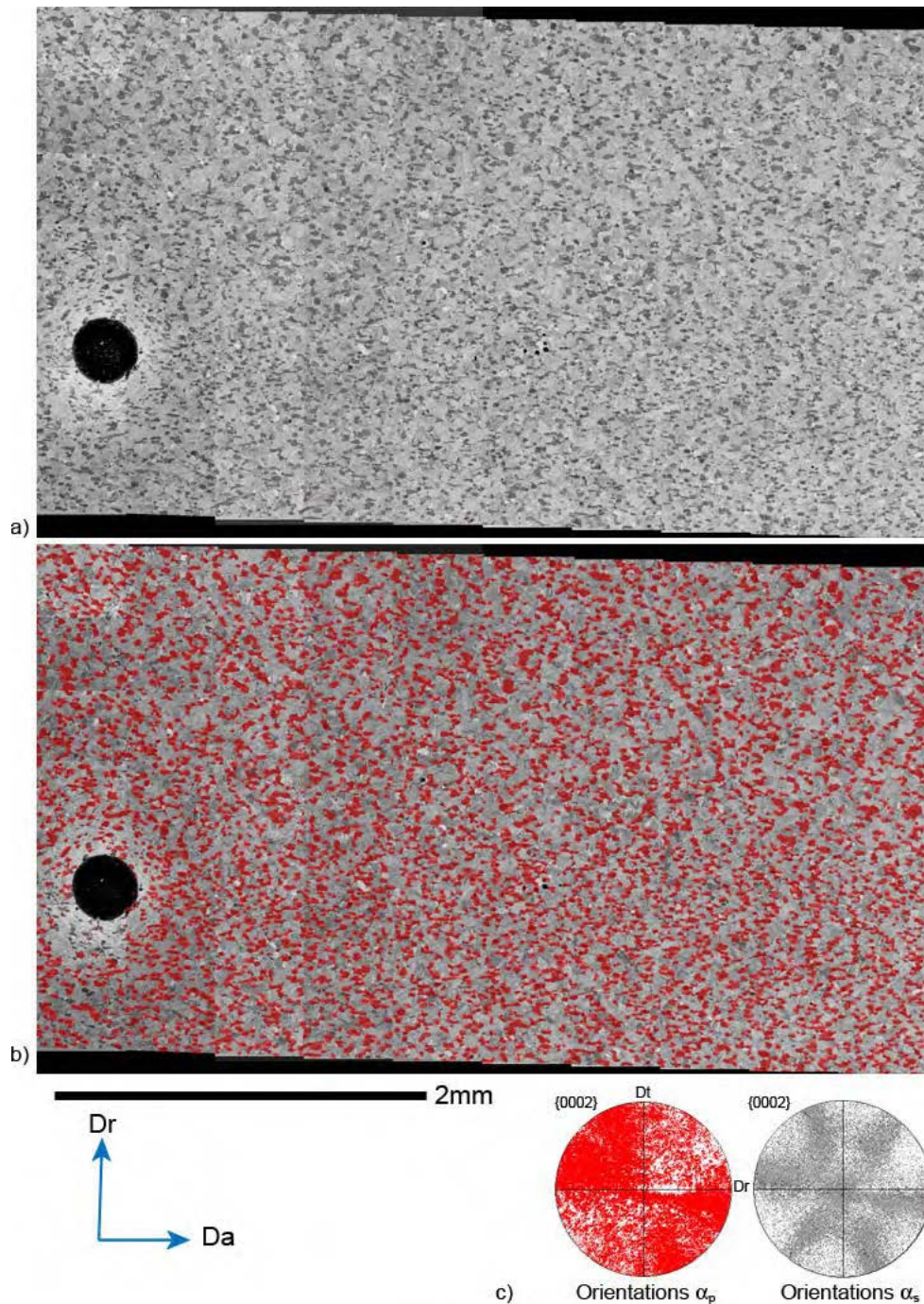


Figure 17: Carte EBSD - zone A ; a) Niveau de gris de l'image BSE ; b) Identification des grains  $\alpha_p$  (en rouge) ; c) Projections stéréographiques des orientations  $\alpha_p$  (rouge),  $\alpha_s$  (en gris)

Après séparation, les contributions respectives des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$  aux hétérogénéités de texture peuvent être analysées. Par ailleurs, à partir des orientations  $\alpha_s$ , il est possible de recalculer les orientations de la phase  $\beta$  parente et ainsi obtenir de l'information sur la microtexture  $\alpha_p/\beta$  à haute température. Les trois microtextures  $\alpha_p$ ,  $\alpha_s$  et  $\beta$  de la zone A (fig. 18, 20 et 21) sont présentées et discutées dans les parties suivantes. Chaque figure montre :

- une cartographie EBSD spécifique sur laquelle on distingue deux **parties**, chacune appartenant à **une macrozone différente**. La couleur associée à chaque pixel sur la carte représente l'orientation de la direction macroscopique  $D_t$  dans le repère du cristal, suivant le code de couleur du triangle standard (même code de couleur que pour la figure 9).
- les orientations mesurées dans la partie supérieure et inférieure sous la forme de figures de pôles caractéristiques de la phase considérée. Ces figures sont projetées dans la section transverse de la billette ( $D_a$  au centre).

### *IV.3.2. Analyse de la microtexture des grains $\alpha_p$*

La structure en bande, observée sur la carte EBSD globale (fig. 9) est encore plus marquée lorsque qu'on ne s'intéresse qu'aux grains  $\alpha_p$  (fig. 18a). Les 2 parties mises en évidence sur la carte correspondent très clairement à deux macrozones différentes. Dans la partie supérieure de la carte, les grains  $\alpha_p$  sont principalement en bleu/vert alors qu'ils sont majoritairement rouges dans la partie inférieure. Les figures de pôles correspondantes permettent d'identifier précisément les composantes de texture des grains  $\alpha_p$  dans les macrozones. Dans chaque partie de la carte, les grains  $\alpha_p$  présentent une composante de texture unique. Dans la partie supérieure, ils ont leurs axes  $c$  dans une direction radiale à  $15^\circ$  de  $D_r$  (fig. 18b), alors que dans la partie inférieure leurs axes  $c$  sont majoritairement dans une direction radiale à  $15^\circ$  de  $D_t$  (fig. 18c). On peut remarquer également que la texture des grains  $\alpha_p$  est moins marquée dans la partie supérieure, ceci est dû, notamment, à la présence de deux bandes rouges qui élargissent le pôle  $\{00.2\}$  vers  $D_t$ .



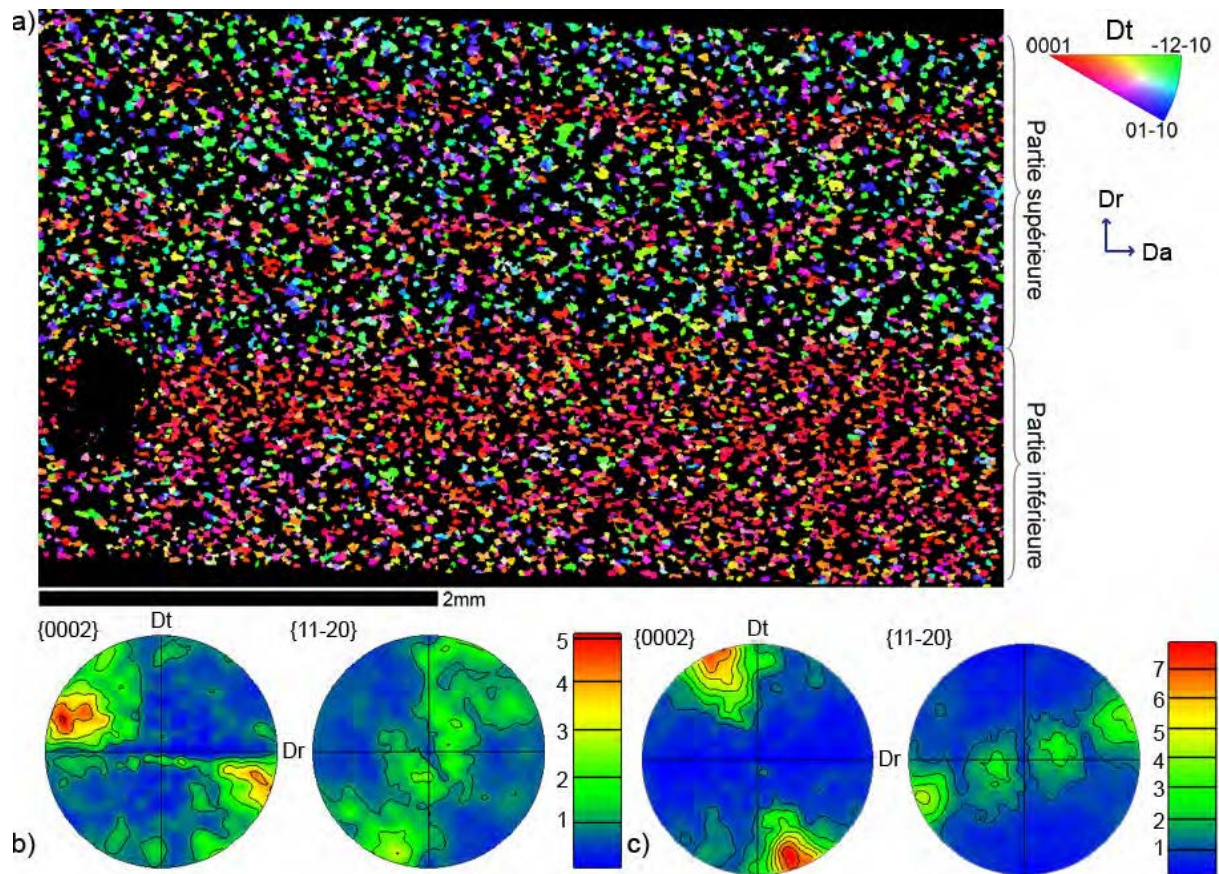


Figure 18: Carte EBSD - zone A,  
 a) microtexture des grains  $\alpha_p$ ,  
 b) texture locale  $\alpha_p$  – partie supérieure,  
 c) texture locale  $\alpha_p$  – partie inférieure

Pour l'ensemble des macrozones étudiées dans ce travail, les grains  $\alpha_p$  sont orientés autour d'une composante de texture unique mais dispersée. D'une zone à une autre, cette composante change significativement. Par conséquent, les grains  $\alpha_p$  sont responsables de la forte acuité de texture des macrozones, même s'ils ne représentent que 30% de la fraction volumique de la billette.

De plus, d'une zone fortement texturée à une autre, on note aussi des différences de taille et de morphologie des grains  $\alpha_p$ . En effet, les grains  $\alpha_p$  de la partie inférieure, ayant les axes  $c$ , à  $15^\circ$  de Dt apparaissent plus fins que ceux de la partie supérieure dont les axes  $c$  sont proches de Dr. Ces différences de taille et de morphologie des grains  $\alpha_p$  ont été quantifiées par analyse d'images. La procédure utilisée est la même que celle décrite au §IV.2.2, sauf que la taille de grains et le facteur de forme sont maintenant mesurés à partir de l'image en contraste BSE et non de la cartographie optique. La valeur de ces grandeurs en fonction de la position suivant Dr, est une moyenne effectuée sur les grains contenus dans une fenêtre de  $120\mu\text{m}$  de haut et de la largeur de la cartographie centrée sur la position considérée. La carte a été balayée en répétant l'analyse après déplacement de la fenêtre de  $4\mu\text{m}$  suivant Dr.

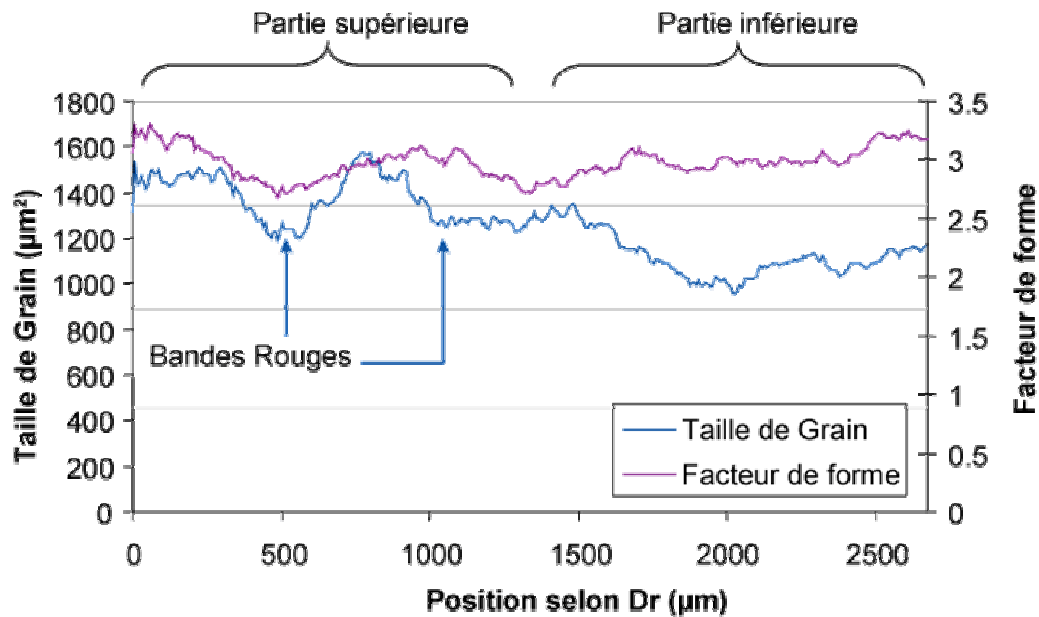


Figure 19: Analyse de la microstructure des grains  $\alpha_p$  dans la carte EBSD – zone A

Les résultats de cette analyse sont présentés sur le graphe 19 où l'évolution des deux caractéristiques moyennes est présentée selon Dr. Le facteur de forme apparaît relativement constant comparé aux variations constatées lors de l'analyse réalisée au IV.2.2. A l'opposé, visuellement, la proximité et l'alignement des grains de la zone inférieure donne une impression contraire. En fait, au delà de l'impression visuelle, les chapelets de grains  $\alpha_p$  correspondent à une suite de petits grains indépendants faiblement allongés. Simultanément, la taille de grains montre de plus grandes variations, avec des grains  $\alpha_p$  plus petits dans la partie inférieure. On peut également noter que la taille de grains dans les 2 bandes rouges de la partie supérieure. Cette analyse montre que les hétérogénéités de texture et de morphologie/taille des grains  $\alpha_p$  ne sont sans doute pas indépendantes.

### IV.3.3. Analyse de la microtexture des colonies $\alpha_s$

Les colonies  $\alpha_s$  sont héritées de la dernière transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha_s$ . Leur cartographie et leurs textures locales sont présentées sur la figure 20, pour la zone A.



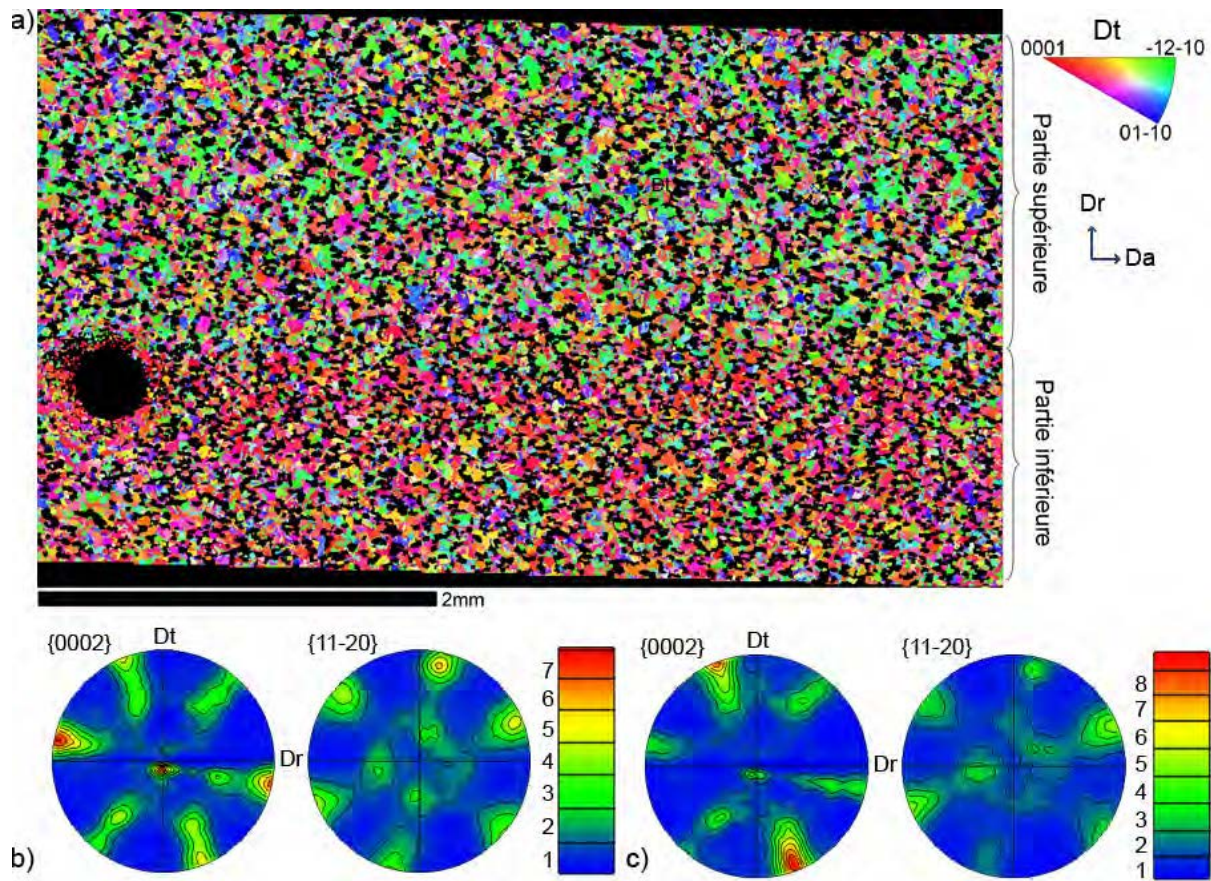


Figure 20: Carte EBSD - zone A

- a) microtexture des colonies  $\alpha_s$
- b) texture locale  $\alpha_s$  – partie supérieure,
- c) texture locale  $\alpha_s$  – partie inférieure

A la différence des grains  $\alpha_p$ , les orientations des colonies  $\alpha_s$  sont concentrées autour de plusieurs composantes de texture. En effet, les figures de pôles, relatives à la partie supérieure et inférieure de la carte, montrent les quatre pôles  $\{00.2\}$  observés précédemment sur l'ensemble de l'échantillon de référence (fig. 9b). Ils correspondent à des colonies  $\alpha_s$  ayant soit :

- leurs axes  $c$  dans 3 directions radiales particulières (avec une forte dispersion vers  $Da$ ) et un pôle  $\{11.0\}$  dans une autre direction radiale perpendiculaire.
- leurs axes  $c$  dans la direction axiale et les pôles  $\{11.0\}$  parallèles aux 3 directions radiales particulières.

Dans chaque partie de la carte, une composante de texture  $\alpha_s$  parmi les quatre est beaucoup plus intense que les autres. En comparant les figures de pôles des phases  $\alpha_s$  (20b et 20c) et  $\alpha_p$  (18b et 18c), on peut remarquer que cette composante de texture coïncide avec la composante unique des grains  $\alpha_p$ .

**Dans la billette, les macrozones qui ont été analysées, correspondent à des régions dans lesquelles les grains  $\alpha_p$  présentent une composante de texture unique qui coïncide avec la composante de texture majoritaire des colonies  $\alpha_s$ .**

Par conséquent, pour comprendre la formation de ces macrozones, il faudra :

- étudier en détail les étapes de déformation en  $\alpha/\beta$  qui conduisent à ces hétérogénéités de texture dans la structure  $\alpha_p$ ,
- analyser les caractéristiques de la microtexture  $\beta$  et les mécanismes de la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha_s$  qui favorisent la germination et la croissance de variantes  $\alpha_s$  ayant une orientation proche de celle des grains  $\alpha_p$  dans une zone fortement texturée.

Pour ce dernier aspect, il s'agit en premier lieu de caractériser la texture locale de la phase  $\beta$ .

#### **IV.3.4. Analyse de la microtexture des grains parents $\beta$**

La microtexture de la phase  $\beta$  a été reconstituée à partir de la microtexture  $\alpha_s$  héritée, suivant la méthodologie décrite au chapitre précédent. Le résultat de cette détermination est donné figure 21 pour la zone A. Par ailleurs, nous avons tenté d'évaluer la texture globale de la phase  $\beta$  dans la billette, afin de la comparer aux textures locales  $\beta$  dans les macrozones. Dans cet objectif, différentes acquisitions EBSD ont été réalisées sur différents échantillons et les orientations  $\beta$  parentes des zones analysées ont été recalculées. L'ensemble des orientations obtenues est représenté sous forme des figures de pôles  $\{100\}_\beta/\{110\}_\beta/\{111\}_\beta$  (fig. 22). Le calcul de la fonction de texture  $f(g)_\beta$  a permis d'identifier trois composantes de texture principales. Elles sont visualisées par des carrés rouges, des cercles verts et des triangles bleus sur les figures de pôles (22). La texture  $\beta$  est relativement peu marquée et les différentes composantes sont environ de même intensité. Une texture similaire a été mesurée par Delfosse sur une billette de Ti-17 par diffraction de neutrons [Delfosse-03].

Les textures  $\beta$  locales (fig.21b et 21c) ressemblent à la texture  $\beta$  globale de la billette (fig. 22). Cependant, entre la partie supérieure et inférieure de la carte, on note des différences d'intensité de chacune des 3 composantes de texture  $\beta$ . Sur la figure 21b, les grains  $\beta$  appartiennent majoritairement à la composante rouge, alors que sur la figure 21c, ils appartiennent à la composante bleue. Par ailleurs, il est intéressant de remarquer que dans chaque partie de la carte, le pôle  $\{110\}_\beta$  de plus forte intensité pointe toujours dans la même direction macroscopique que le pôle  $\{00.2\}_{\alpha_p}$  de plus forte intensité (comparer les figures 21b avec 18b et 21c avec 18c). Ceci est observé dans la majorité des macrozones que nous avons étudiées.



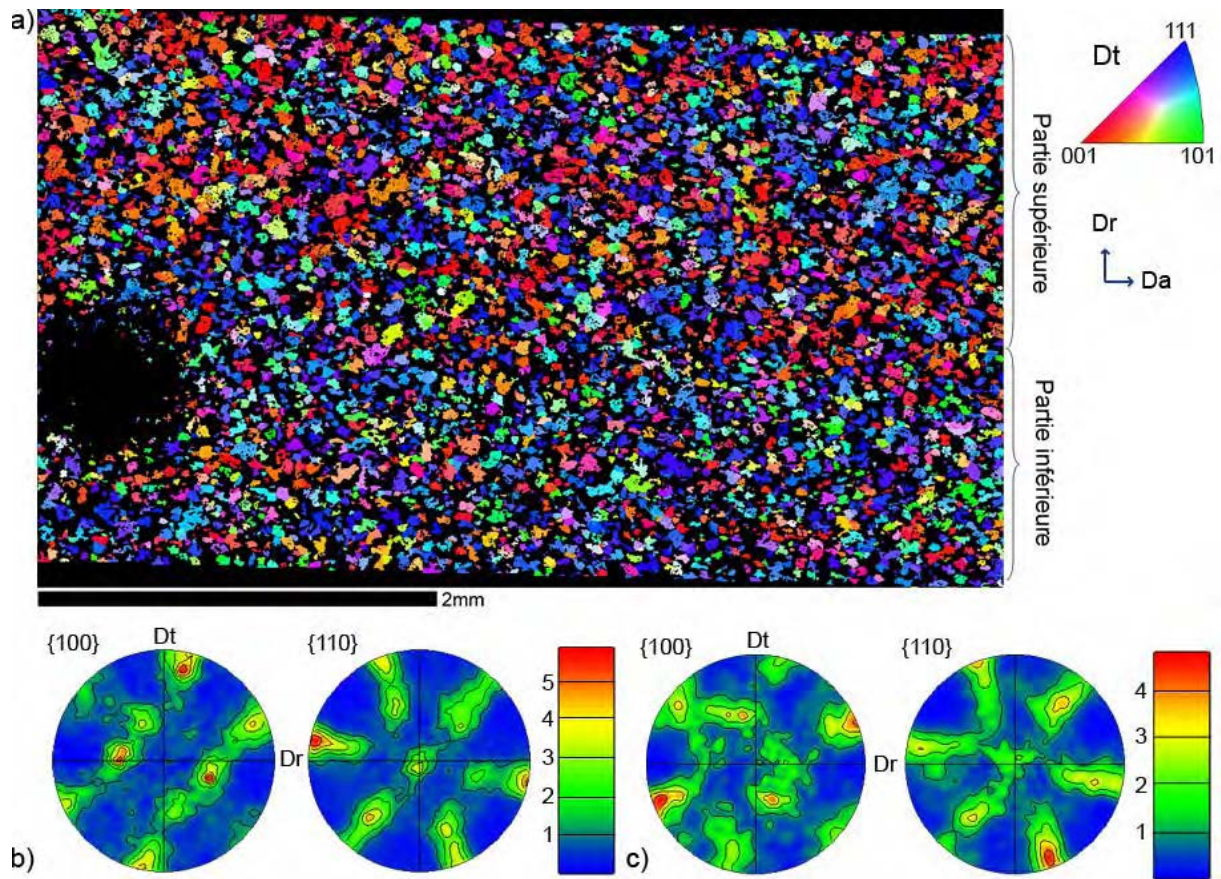


Figure 21 : Carte EBSD - zone A

- a) microtexture  $\beta$  recalculée
- b) texture locale  $\beta$ – partie supérieure,
- c) texture locale  $\beta$ – partie inférieure

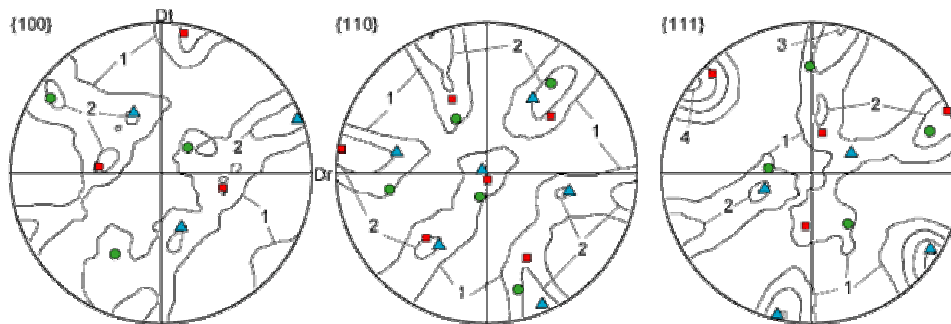


Figure 22 : Texture globale de la phase  $\beta$ , les composantes majoritaires sont identifiées par des symboles de couleur

On ne note donc pas de zones présentant de fortes hétérogénéités de texture de la phase  $\beta$  parente, d'une taille équivalente à celle des macrozones. Cependant, un examen plus approfondi de la microtexture  $\beta$  montre que dans un même voisinage, un ensemble de grains  $\beta$  peuvent partager des orientations proches et former des agglomérats. Ces grains  $\beta$  peuvent être directement voisins mais aussi être séparés par des grains  $\alpha_p$  ou par d'autres grains  $\beta$  plus fortement désorientés. La taille des agglomérats peut dépasser le millimètre dans la partie supérieure, alors qu'elle n'est que de quelques centaines de microns dans la partie inférieure. Les plus gros agglomérats observés dans la partie supérieure sont représentés sur la figure 23.

Le code de couleur utilisé dans cette carte d'orientations correspond à celui des orientations présentées dans les projections stéréographiques. Les pixels n'appartenant pas aux agglomérats, sont affichés en noir. L'analyse de plusieurs autres macrozones confirme la structure en agglomérats de la phase  $\beta$  avec chacun des composants de texture spécifiques.

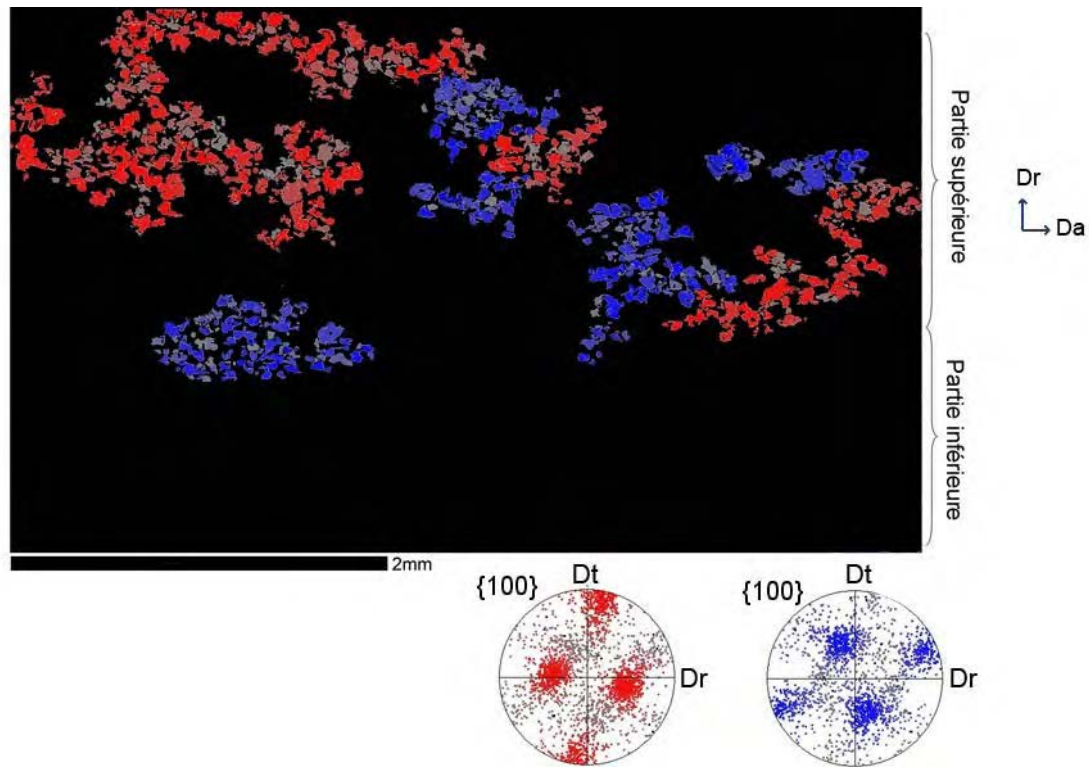


Figure 23 : Agglomérats de grains  $\beta$  rencontrés dans la partie supérieure

## ***IV.4. Discussion***

### ***IV.4.1. Relations entre les différentes hétérogénéités de la billette***

De fortes hétérogénéités de texture et de microstructure ont été localisées dans la billette d'IMI 834. Celles-ci ont ensuite été analysées en liaison avec la macrostructure révélée par une attaque prolongée.

Les hétérogénéités de microstructure correspondent essentiellement à des différences de morphologie et de taille des grains  $\alpha_p$ , alors que la fraction volumique de phase  $\alpha_p$  reste relativement constante dans toutes les zones étudiées.

Les hétérogénéités de texture se traduisent par la présence de zones très étendues (de plusieurs centimètres de long et appelées macrozones) ayant une texture très prononcée avec une composante majoritaire significativement différente d'une zone à une autre. La composante de texture majoritaire d'une macrozone correspond à la composante de texture unique des grains  $\alpha_p$ , superposée à la composante majoritaire des colonies  $\alpha_s$ .

Les hétérogénéités de texture et de microstructure définissent plus ou moins des zones de contours identiques. En effet, sur la figure 18, il est clair que la morphologie des grains  $\alpha_p$  varie en même temps que leur orientation. Ceci est particulièrement évident dans les deux bandes rouges de la partie supérieure (graphique 19). Il existe donc une relation forte entre les hétérogénéités de texture et de morphologie des grains  $\alpha_p$ .

Ces hétérogénéités sont difficiles à repérer car elles requièrent une analyse détaillée à une échelle mésoscopique. Par conséquent, il serait intéressant de savoir si l'attaque macrographique, qui est une technique de contrôle non-destructif très utilisée dans l'industrie, constitue un moyen simple pour vérifier l'homogénéité de microstructure et de texture des pièces en IMI 834. Pour la présente billette, les bandes claires et foncées qui constituent la macrostructure (fig. 5) coïncident avec les macrozones (fig. 9 et 16). Les zones claires correspondent à des bandes bleues-vertes, alors que les zones foncées correspondent aux bandes rouges. Par ailleurs, l'analyse des micrographies optiques de la surface attaquée a montré que ces mêmes bandes étaient également associées à des différences de morphologie des grains  $\alpha_p$  et que la périodicité des caractéristiques microstructurales correspond à la largeur des bandes de la macrostructure.

En fait, la vitesse de dissolution du matériau lors de l'attaque chimique est particulièrement importante aux joints de phases et aux joints de grains. Par conséquent, l'attaque va permettre d'accentuer des hétérogénéités de microstructure, en particulier en cas d'écart importants du facteur de forme des grains. Par contre, la texture a également une incidence sur la macrostructure. En effet, la vitesse de dissolution est sensible à l'orientation [Pokorny-94] et le pouvoir réflecteur change en fonction des plans cristallographiques parallèles à la surface d'analyse. Par conséquent, la macrostructure observée correspond donc à un effet combiné des hétérogénéités de texture et de microstructure.

Pour tirer des conclusions plus générales sur les relations entre hétérogénéités de microstructure/texture et macrostructure, il est nécessaire d'élargir ce type d'analyse à un plus grand nombre de produits en titane, de textures locales et de microstructures différentes. Quelques résultats prometteurs, en accord avec les données obtenues sur la billette, sont présentés en annexe A. De plus, quelques données existent déjà dans la littérature. Par exemple, Le Biavant a étudié la corrélation entre macrostructure et hétérogénéités de texture pour un alliage de Ti-6Al-4V contenant 70% de phase  $\alpha_p$  [LeBiavant-00]. Les conclusions de



cette étude sont semblables aux nôtres. En effet, une analyse de texture par diffraction des rayons X dans les zones centimétriques révélées par l'attaque macrographique a montré, d'une zone à l'autre, des différences significatives de texture morphologique et cristallographique.

#### **IV.4.2. Macrozones et propriétés mécaniques**

L'influence des macrozones sur le comportement en fatigue a déjà été présentée au chapitre II. On peut toutefois rappeler ici que lors des premiers stades de fatigue, des fissures apparaissent suivant les plans prismatiques et basaux, mais que les fissures amorcées suivant le plan basal semblent jouer un rôle important dans le processus d'endommagement [Bridier-05]. En effet, les sites d'amorce de rupture correspondent majoritairement à des zones où les axes  $c$  sont orientés parallèlement à la direction de sollicitation [Bache-97]. Par ailleurs, la présence de macrozones entraîne une augmentation de la densité d'amorçage des fissures lors des premiers stades de la fissuration en fatigue. Par contre, aucune incidence n'a été constatée sur leur propagation [LeBiavant-02]. En fait, selon l'orientation cristallographique des macrozones par rapport à la sollicitation, la germination de fissures sera plus ou moins importante entraînant une différence de coalescence des fissures et donc de vitesse d'endommagement.

Par ailleurs en étudiant les conséquences des macrozones sur les propriétés en fatigue, différents auteurs [LeBiavant-00, Delfosse-05, Pommier-02] notent que les alliages de titane ont un comportement mécanique très hétérogène dans le domaine élastique. La mesure des contraintes par photoélasticimétrie en traction a révélé une distribution des contraintes non-uniforme, formant une trame régulière dont la période dépasse largement la taille de grains. Dans ce travail, nous avons montré que le module moyen de Young à l'intérieur d'une macrozone n'est pas très anisotrope même si les variations locales de celui-ci peuvent être importantes. Pommier a étudié ce comportement élastique anisotrope et s'est intéressée en particulier aux paramètres qui contrôlent la période de la distribution non-uniforme des contraintes [Pommier-02]. Elle a montré que la période augmente en même temps que la probabilité de rencontrer plusieurs grains adjacents, présentant un alignement morphologique dans la direction principale de sollicitation et présentant un module de cisaillement faible dans cette direction. Dans les macrozones, la probabilité de rencontrer des grains adjacents avec des caractéristiques similaires (en particulier d'orientations proches) est grande dans certaines macrozones et moins dans d'autres (fig. 11). Par conséquent, la texture des macrozones et la distribution spatiale des orientations dans les macrozones sont probablement deux caractéristiques qui vont influencer le comportement du matériau à une échelle mésoscopique.

#### **IV.4.3. Hypothèses sur l'origine des macrozones**

Dans la billette de structure bimodale, nos travaux montrent qu'une macrozone est une zone dans laquelle les grains  $\alpha_p$  présentent une composante de texture unique qui coïncide avec la composante de texture majoritaire des colonies  $\alpha_s$  [Germain-05b]. Le Biavant a également analysé les macrozones d'un disque en Ti-6Al-4V de structure bimodale, qui se distingue de la microstructure de la billette d'IMI 834, par le fait qu'elle est majoritairement composée de grains  $\alpha_p$ . L'auteur observe par diffraction de rayons X et par EBSD, de fortes textures locales, caractérisées par une composante majoritaire unique. Elle les attribue à la phase  $\alpha_p$ , même si ces analyses n'ont pas permis de distinguer la texture des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$ . Nos travaux qui s'appuient sur une analyse des orientations locales, confirment le rôle prépondérant des grains  $\alpha_p$  dans la formation des macrozones, même lorsqu'ils sont

minoritaires dans la structure bimodale. Par contre, il souligne également la contribution des colonies  $\alpha_s$  qui renforcent la composante de texture des grains  $\alpha_p$ .

Du fait de leur taille et de leur forme, les zones fortement texturées en  $\alpha$  font penser aux grains  $\beta$  présents lors des premières étapes de forge et qui se sont fortement allongés lors de l'étirage du lingot [Delfosse-03, LeBiavant-02, Germain-03]. On peut donc se poser la question de savoir si les zones fortement texturées en  $\alpha$  correspondent à des zones pour lesquelles la microtexture  $\beta$  parente conserve la trace des gros grains  $\beta$  fortement allongés selon  $D_a$ . Dans le cadre de ce travail, nous avons pu montrer que dans une macrozone, la texture de la phase  $\beta$  parente n'est pas très marquée, même si localement certains grains  $\beta$  d'orientations proches forment des agglomérats. La taille de ces agglomérats varie fortement d'une macrozone à l'autre, mais reste très inférieure à la taille des macrozones. Ainsi la microtexture  $\beta$  résultant de la déformation en  $\alpha/\beta$ , ne permet pas de distinguer directement la trace des très gros grains  $\beta$ , présents au début de la forge en  $\alpha/\beta$ .

Plus généralement, suite aux traitements thermomécaniques en  $\beta$ , la microstructure à température ambiante, est constituée de grosses colonies de lamelles  $\alpha$ , héritées de grains  $\beta$  de tailles centimétriques, fortement allongés suivant  $D_a$  ou équiaxes (selon les mécanismes d'adoucissement actifs lors de la forge en  $\beta$ ). Une fraction de phase  $\beta$  inférieure à 5% est retenue à température ambiante et se localise entre les lamelles  $\alpha$ .

Après la montée en température dans le domaine  $\alpha/\beta$ , la microstructure consiste en une certaine fraction de lamelles  $\alpha$ , regroupées en colonies et en relation de Burgers avec la matrice  $\beta$  environnante. La déformation de cette structure en  $\alpha/\beta$  conduit à une microtexture  $\alpha_p/\beta$  caractérisée par :

- des lamelles  $\alpha_p$  qui s'alignent progressivement selon  $D_a$  et qui deviennent plus ou moins globulaires. Ces grains  $\alpha_p$  définissent des zones très étendues dans lesquelles ils ont tous une orientation proche.
- des grains  $\beta$  de tailles réduites, présentant une texture locale peu marquée, et regroupés en agglomérats. Cette microtexture  $\beta$  peut être le résultat d'un mécanisme de restauration dynamique ou de rotations intergranulaires du réseau cristallin lors de la déformation, comme le suggère Delfosse. Dans tous les cas, la microstructure  $\beta$  finale de la billette, ne permet plus de retrouver la trace des très gros grains  $\beta$ , présents avant déformation en  $\alpha/\beta$ .

Des travaux complémentaires sont encore nécessaires pour comprendre la formation de ces microtextures. En particulier, des essais de déformation en  $\beta$  et en  $\alpha/\beta$  sont nécessaires pour saisir le comportement en déformation de la phase  $\beta$  d'une part et de la structure  $\alpha$  lamellaire dans une matrice  $\beta$  d'autre part. Ce travail est présenté dans le chapitre VI.

## *Chapitre V. Etude de la sélection de variantes dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$ en présence de grains $\alpha_p$*

■ <b>V.1. Analyse des textures <math>\alpha_s</math> héritées par transformation de phase</b> .....	<b>84</b>
■ V.1.1. Mise en évidence de la sélection des variantes .....	84
■ V.1.2. Intensité de la sélection de variantes suivant les macrozones .....	86
■ V.1.3. Sélection de variantes dans les composantes de texture $\beta$ .....	86
■ <b>V.2. Influence de la microtexture <math>\alpha_p/\beta</math> sur la formation des variantes <math>\alpha_s</math></b> .....	<b>88</b>
■ V.2.1. Influence des joints de phases $\alpha_p/\beta$ sur la sélection de variantes .....	91
■ V.2.1.1. Analyse du voisinage $\alpha_p/\alpha_s$ .....	91
■ V.2.1.2. Statistique de désorientations entre variantes $\alpha_s$ et grains $\alpha_p$ .....	94
■ V.2.1.3. Ecart angulaire entre plans de base aux joints $\alpha_p/\alpha_s$ .....	96
■ V.2.2. Influence des joints de grains $\beta/\beta$ sur la sélection de variantes .....	99
■ V.2.2.1. Observations locales de joints $\beta/\beta$ influençant la sélection des variantes.....	99
■ V.2.2.2. Analyse statistique des variantes $\alpha_s$ aux joints de grains $\beta/\beta$ .....	101
■ <b>V.3. Influence de l'anisotropie élastique sur la sélection des variantes</b> .....	<b>103</b>
■ V.3.1. Déformation induite par la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$ .....	103
■ V.3.2. Homogénéisation.....	104
■ V.3.3. Simulation des textures $\alpha_s$ dans une macrozone .....	105
■ <b>V.4. Conclusions</b> .....	<b>106</b>

L'analyse microstructurale que nous avons réalisée, montre que les macrozones correspondent à des zones, dans lesquelles les grains  $\alpha_p$  présentent une composante de texture unique fortement dispersée. Dans ces zones, les colonies  $\alpha_s$  héritées de la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha_s$ , présentent plusieurs composantes de texture mais leur composante majoritaire est proche de la composante unique des grains  $\alpha_p$ . Par conséquent, la phase  $\alpha_s$  qui représente 70% du matériau, se joint à la phase  $\alpha_p$  pour renforcer les fortes hétérogénéités de texture dans les billettes d'IMI 834.

Lors de cette transformation de phase, chaque grain  $\beta$  peut, en théorie, donner naissance à 12 variantes d'orientations différentes, reliées à l'orientation du grain parent par la relation de Burgers (1). La multiplication du nombre d'orientations devrait conduire à une texture  $\alpha_s$  peu marquée. Mais, en pratique, certaines variantes sont favorisées au détriment d'autres, ce qui renforce l'acuité de la texture de transformation. Ce phénomène est appelé **sélection de variantes**.

$$\begin{aligned} (110)_{CC} // (0001)_{HC} \\ [\bar{1} \ 1 \ \bar{1}]_{CC} // [2 \ \bar{1} \ \bar{1} \ 0]_{HC} \end{aligned} \quad (1)$$

Dans ce chapitre, nous analysons la sélection des variantes lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha_s$  conduisant à la texture locale des colonies  $\alpha_s$ . L'observation des variantes favorisées sur les cartes EBSD d'une part et la simulation des textures de transformation d'autre part, nous conduisent à proposer des mécanismes pouvant expliquer le développement préférentiel de certaines variantes.

Nous avons ainsi étudié le rôle de certains joints spécifiques  $\alpha_p/\beta$  et  $\beta/\beta$  mais aussi l'implication possible de l'anisotropie élastique générée par les fortes textures locales de la phase  $\alpha_p$  sur la sélection des variantes. L'ensemble de l'étude permet de discuter l'importance de la sélection des variantes  $\alpha_s$ , sur la formation de textures locales très marquées au sein de la billette.

## V.1. Analyse des textures $\alpha_s$ héritées par transformation de phase

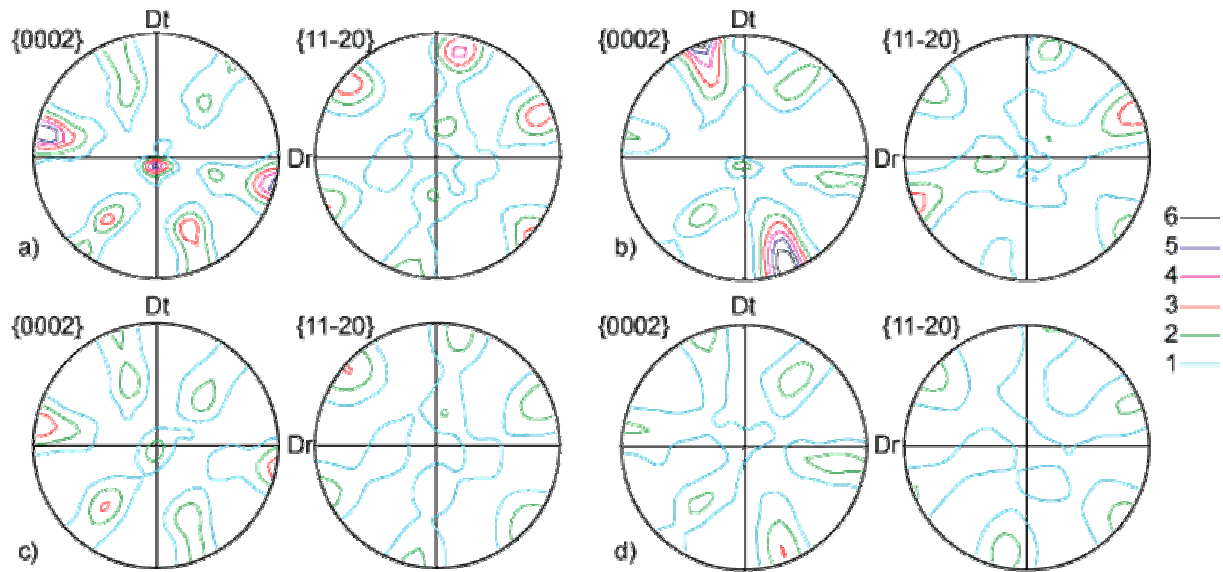
### V.1.1. Mise en évidence de la sélection des variantes

Pour mettre en évidence la sélection de variantes, il est courant de modéliser la texture  $\alpha_s$  en absence de sélection de variantes, pour la comparer à la texture expérimentale. Cette texture est calculée à partir de la fonction de texture de la phase parente  $\beta$ ,  $f_\beta(g)$ , selon la relation :

$$f_{\alpha_s}(g) = \frac{1}{12} \sum_{i=1}^{12} f_\beta(\Delta g^{-1} \cdot H_i \cdot g) \quad (2)$$

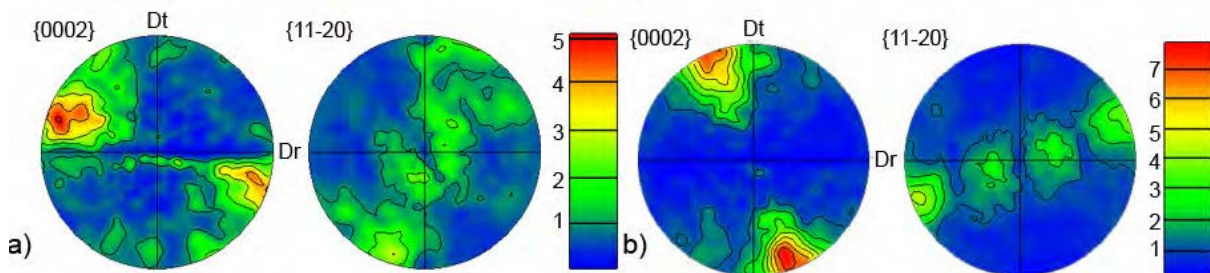
où  $\Delta g$  est la rotation qui caractérise la relation de Burgers et  $H_i$  le  $i^{\text{ème}}$  élément de symétrie rotationnelle du réseau hexagonal. Dans cette relation, le volume de chaque parent  $\beta$ , d'orientation  $g_\beta$ , est transformé en 12 volumes égaux d'orientation  $g_{\alpha_i}$ .

Cette simulation a été effectuée à partir des textures  $\beta$  de la partie inférieure et supérieure de la zone A, discutée au chapitre IV.3. Les textures  $\alpha_s$  simulées et expérimentales sont représentées sur la figure 1, au moyen des figures de pôles  $\{00.2\}$  et  $\{11.0\}$  (les textures parentes  $\beta$  sont données au chap.IV, fig. 21).



**Figure 1 : Textures  $\alpha_s$  mesurées-Zone A : (a) de la partie supérieure et (b) de la partie inférieure. Textures  $\alpha_s$  simulées sans sélection de variantes : (c) de la partie supérieure et (d) de la partie inférieure.**

On note visuellement des écarts importants entre les textures simulées et expérimentales. Dans chaque zone, le pôle majoritaire des figures  $\{00.2\}$  mesurées (1a, 1b) est deux fois plus marqué que celui des figures simulées (1c, 1d) (pour lesquelles les différents pôles ont des intensités relativement proches). Ces écarts mettent clairement en évidence un mécanisme de sélection de variantes dans la transformation  $\beta \rightarrow \alpha_s$ , favorisant les variantes ayant les axes  $c$  dans une direction radiale spécifique de la billette. De plus, les variantes favorisées ont, dans chaque macrozone, des orientations proches de la composante de texture fortement dispersée des grains  $\alpha_p$  (la figure 2 rappelle la distribution des orientations  $\alpha_p$ ). On peut noter que le pôle  $\{00.2\}\alpha_s$  majoritaire, présente un étalement vers  $D_a$  mais reste moins dispersé que le pôle  $\{00.2\}\alpha_p$  avec lequel il se superpose.



**Figure 2 : Textures des grains  $\alpha_p$  : a) de la partie supérieure, b) de la partie inférieure**

La transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha_s$  fait donc apparaître différentes composantes de texture dont une se superpose à la composante unique des grains  $\alpha_p$ . Ainsi, par un mécanisme de sélection de variantes, la transformation de phase renforce dans la texture globale, la composante de texture des grains  $\alpha_p$  dans chaque macrozone.

En faisant la différence entre les textures  $\alpha_s$  simulées et expérimentales, on peut estimer que le mécanisme de sélection de variantes augmente en moyenne de 20%, la fraction volumique de colonies d'orientations proches de la composante de texture de la phase  $\alpha_p$ .

La contribution du mécanisme de sélection de variantes au renforcement des textures locales, peut également être évaluée en comparant l'acuité de la texture  $(\alpha_p + \alpha_s)_{\text{expérimentale}}$  à celle de la texture  $(\alpha_p \text{ expérimentale} + \alpha_s \text{ simulée sans sélection de variantes})$ . Pour cela, l'indice de texture,  $J$ , (défini au chapitre III) est utilisé. La valeur de  $J$  dans la partie supérieure est de 2,17 (resp. 2,62 dans la partie inférieure) pour la texture  $(\alpha_p + \alpha_s)_{\text{expérimentale}}$  alors qu'il n'est que de 1,29 pour les textures  $(\alpha_p \text{ expérimentale} + \alpha_s \text{ simulée sans sélection de variantes})$ . Ces valeurs confirment que la sélection de variantes apporte une contribution non négligeable à la formation d'une texture locale très marquée au sein de la billette.

### **V.1.2. Intensité de la sélection de variantes suivant les macrozones**

Pour évaluer et comparer l'intensité de la sélection de variantes dans les différentes macrozones, un indice de sélection de variantes  $I$  est calculé :

$$I = \oint \left( f_{\alpha}^{\text{expérimentale}}(g) - f_{\alpha}^{\text{simulée}}(g) \right)^2 dg \quad (3)$$

$I$  représente l'écart quadratique entre la texture simulée et la texture expérimentale. Celui-ci est nul en absence de sélection de variantes et augmente avec celle-ci.

$I$  a été calculé pour toutes les macrozones étudiées dans ce travail.  $I$  varie entre 0,3 et 1,25. Cela signifie que dans certaines macrozones, la sélection de variantes est très forte alors que, dans d'autres, elle est quasi-absente.

Pour interpréter ces dispersions, il faut considérer les mécanismes physiques qui conduisent à cette sélection.

Dans la suite du chapitre, nous nous intéressons plus particulièrement à la région où la sélection de variantes est la plus forte. Il s'agit de la partie inférieure de la zone A du Chapitre IV.3 (notée **zone A<sub>inf</sub>** dans la suite du texte).

De plus, pour simplifier la lecture du chapitre, la **Direction Radiale Spécifique** dans laquelle se concentrent les pôles  $\{00.2\}$  des variantes préférentiellement sélectionnées, sera exprimée par **DRS**.

### **V.1.3. Sélection de variantes dans les composantes de texture $\beta$**

Nous avons constaté que les variantes  $\alpha_s$  favorisées ont généralement leurs axes  $c$  dans une direction radiale spécifique de la billette, dans laquelle pointent également les axes  $c$  des grains  $\alpha_p$ . Il paraît donc intéressant d'analyser cette sélection de variantes, pour différentes composantes de texture  $\beta$  d'une macrozone, en relation avec la composante de texture unique des grains  $\alpha_p$ . L'objectif est d'identifier les variantes  $\alpha_s$  favorisées dans des grains  $\beta$  d'orientations différentes et de préciser si les grains  $\alpha_p$  influencent dans leur environnement proche la sélection des variantes.

Pour cette étude, on considère les deux composantes principales rouge et bleue de la texture  $\beta$  (voir IV§3.4) dans la zone A<sub>inf</sub> (fig. 3a).

Intéressons-nous tout d'abord aux grains  $\beta$  de la composante bleue (fig. 3b) et aux grains  $\alpha_p$  voisins de ces derniers (fig. 3d). On observe que cette composante de texture  $\beta$  présente notamment un pôle  $\{110\}_{\beta}$  dans DRS et d'autres pôles  $\{110\}_{\beta}$  à 20° de deux autres directions radiales (fig. 3b). Le pôle  $\{110\}_{\beta}$  orienté dans DRS coïncide avec le pôle  $\{00.2\}_{\alpha_p}$  des grains  $\alpha_p$  voisins (fig. 3d). On remarque aussi que les colonies  $\alpha_s$  héritées de cette composante  $\beta$



(fig. 3f) présentent des pôles  $\{00.2\}_{\alpha_s}$  fortement marqués dans cette même direction. Ceci ne peut être que le résultat d'une assez forte sélection des variantes, sinon les pôles  $\{00.2\}_{\alpha_s}$  seraient d'intensité égale aux pôles  $\{110\}_{\beta}$ .

Pour les grains  $\beta$  de la composante rouge et les grains  $\alpha_p$  voisins de ces derniers, on peut faire les mêmes observations mais avec quelques nuances. Les pôles  $\{110\}_{\beta}$  qui coïncident le mieux (fig. 2c) avec les pôles  $\{00.2\}_{\alpha_p}$  des grains  $\alpha_p$  voisins (fig. 3e) ne sont pas exactement dans DRS mais se rapprochent de Da. Comme pour le cas précédent, les colonies  $\alpha_s$  héritées de cette composante  $\beta$  (fig. 3g) présentent des pôles  $\{00.2\}_{\alpha_s}$  fortement marqués dans cette même direction. C'est là aussi la conséquence d'une forte sélection des variantes.

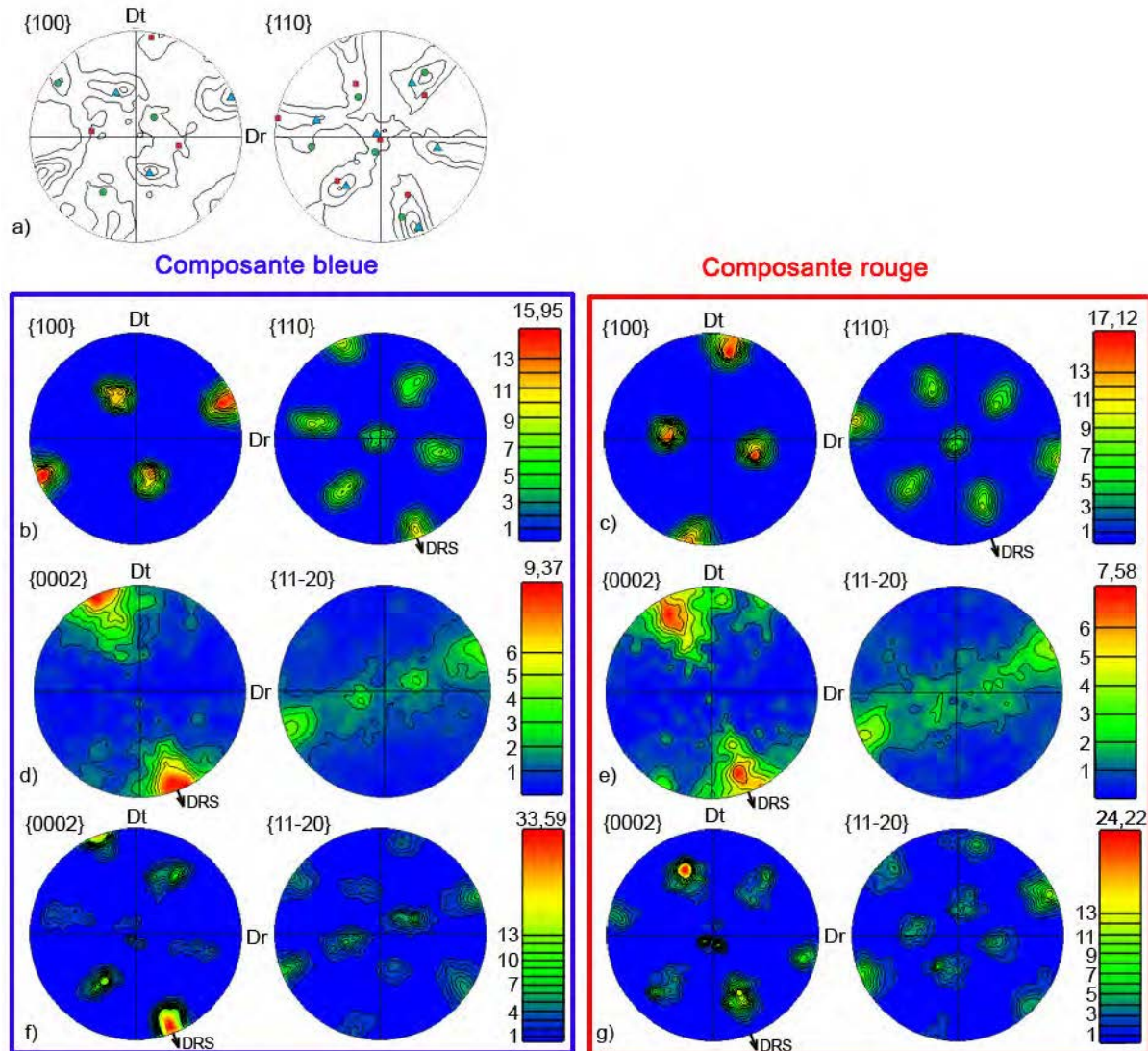


Figure 3: a) Texture  $\beta$  de la zone  $A_{inf}$ , les principales composantes sont indiquées par des symboles de couleurs.

Composantes de texture  $\beta$  : b) bleue, c) et rouge.

Texture des grains  $\alpha_p$  voisins de la composante de texture  $\beta$  : d) bleue, e) rouge.

Texture  $\alpha_s$  héritée de la composante de texture : f) bleue, g) rouge.

Dans les deux cas étudiés, on constate que la sélection des variantes est notamment liée à la correspondance d'un des plans  $\{110\}_{\beta}$  avec le plan  $\{00.2\}_{\alpha_p}$ .

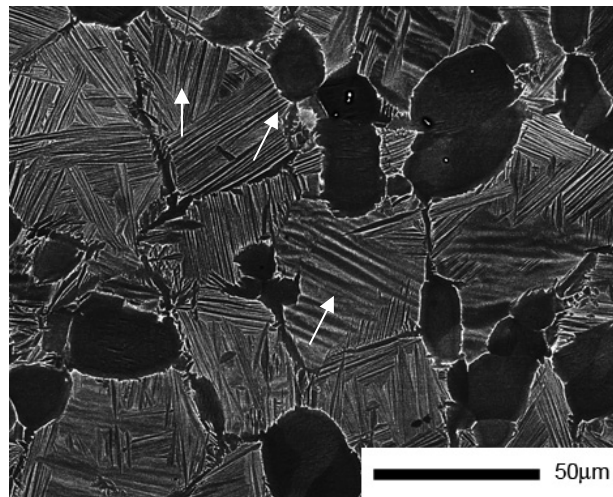
On peut conclure au développement préférentiel de certaines variantes lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha_s$ , sous l'influence de la composante de texture des grains  $\alpha_p$  environnants.



Par ailleurs, l'écart d'orientations entre les variantes favorisées par composantes de texture  $\beta$  (fig. 3f et 3g) explique la dispersion des orientations  $\alpha_s$  de DRS vers Da dans une macrozone (par exemple sur la figure 1b et 1d, cette dispersion s'étend sur  $20^\circ$  en direction de Da).

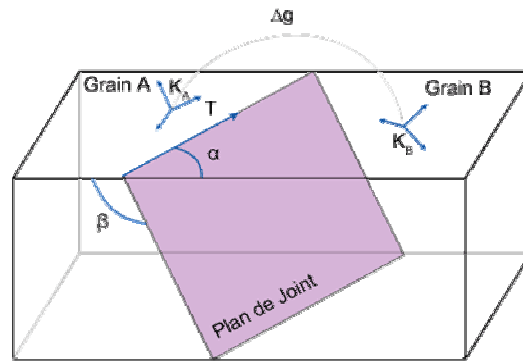
## V.2. Influence de la microtexture $\alpha_p/\beta$ sur la formation des variantes $\alpha_s$

Lorsqu'on observe la microstructure de la billette à température ambiante (fig. 4), on remarque qu'une forte majorité des colonies  $\alpha_s$  se développent à partir des joints  $\beta/\beta$  et  $\alpha_p/\beta$  alors que peu de colonies semblent grossir de l'intérieur des grains. Par conséquent, il est important d'analyser ces joints de grains et leur influence éventuelle sur l'orientation cristallographique des colonies  $\alpha_s$ .



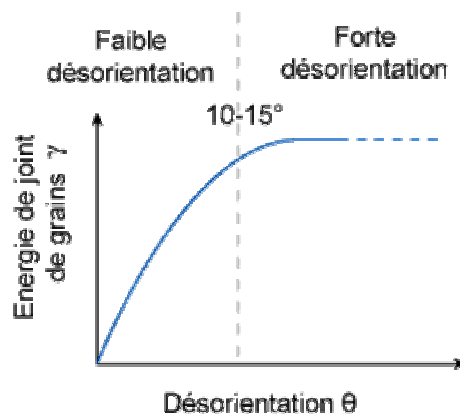
**Figure 4: Microstructure bimodale de la billette**

Un joint de grains possède 5 degrés de liberté. Il se caractérise par la désorientation entre les deux grains  $\Delta g$  à l'aide de 3 angles d'Euler (ou par un axe et angle de rotation) et par le plan du joint représenté par sa normale (fig. 5). Une littérature relativement riche existe sur le caractère des joints de grains, pour les matériaux de symétrie cubique [Howe-97, Gottstein-99]. Par contre, peu de travaux concernent les matériaux hexagonaux [Fecht-90, Farkas-94]. Les joints de faibles désorientations ont une faible énergie (fig. 6), ceux de fortes désorientations peuvent être de forte ou de faible énergie selon leur nature (joints particuliers comme les CSL 'coïncidence site lattices', tilt or twist boundaries).



**Figure 5 : Cinq paramètres définissant un joint de grains**

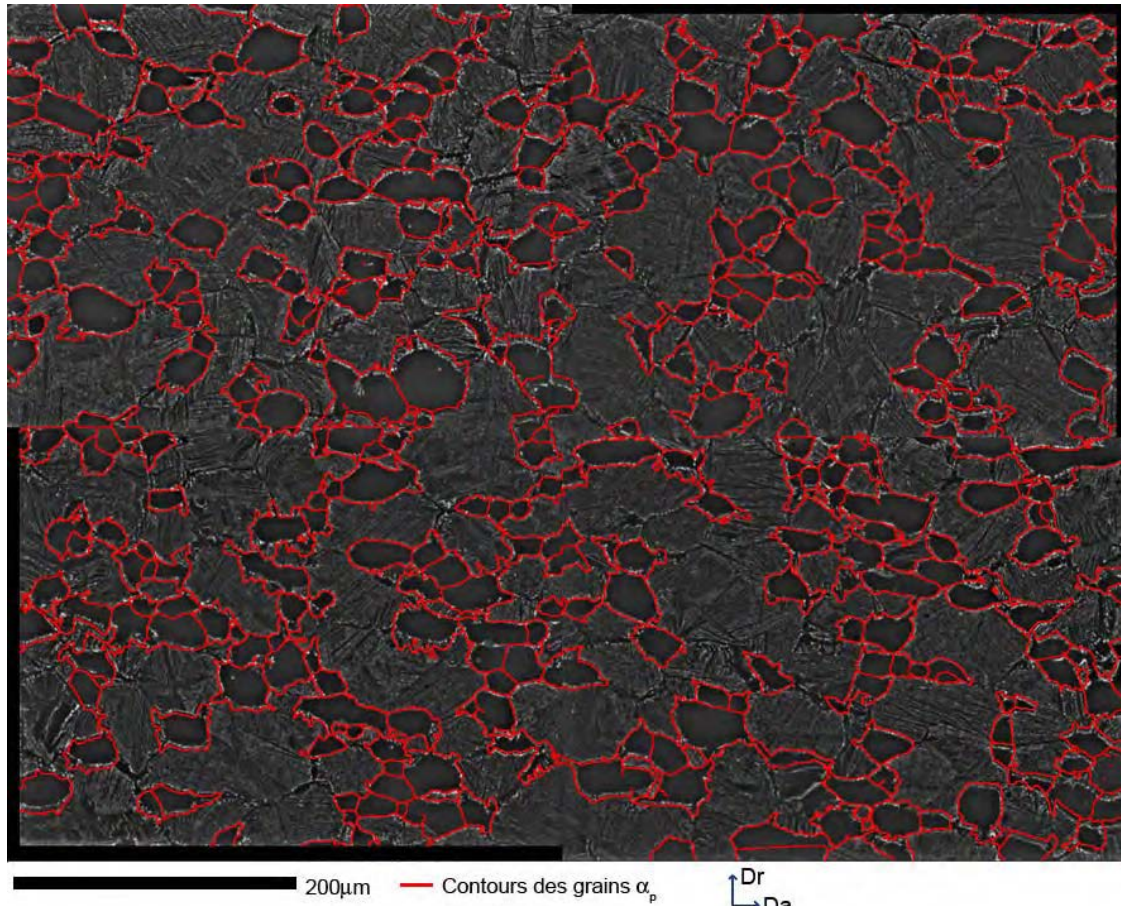
D'une manière générale, la transformation de phase est un phénomène complexe qui correspond à une réduction de l'énergie libre du matériau. On peut penser que les variantes favorisées, correspondent à celles qui notamment minimisent l'énergie d'interface par la création de joints de grains  $\alpha_s/\alpha_s$  ou  $\alpha_p/\alpha_s$  de faible énergie. Certains auteurs ont déjà étudié les mécanismes de transformation de phase aux interfaces  $\beta/\beta$  et notamment l'orientation des germes en fonction de la nature des joints de grains. Furuhashi a noté que la précipitation  $\alpha_{GB}$  était non seulement liée à l'orientation respective des grains  $\beta$  mais aussi à celle du plan de joint [Furuhashi-01]. La précipitation  $\alpha_{GB}$  présente généralement une relation d'orientation proche de celle de Burgers avec seulement un des grains  $\beta$  [Smith-53], mais aussi une tendance à minimiser la désorientation par rapport à la relation de Burgers avec l'autre grain  $\beta$  [Furuhashi-01]. D'autres auteurs ont observé que dans des grains  $\beta$  adjacents, les variantes favorisées ont des axes  $c$  parallèles [Battacharya-03, Stanford-04]. Par contre, peu de travaux concernent l'influence des grains  $\alpha_p$ , sur le développement préférentiel de certaines variantes [Moustafid-97].



**Figure 6 : Energie des joints de grains**

Il nous a donc semblé intéressant de caractériser les joints  $\beta/\beta$  et  $\alpha_p/\beta$ , en exploitant les données EBSD et d'étudier l'influence de ces joints sur la sélection des variantes. Il faut cependant noter qu'à partir des données classiques obtenues en EBSD, il n'est pas possible de déterminer l'ensemble des paramètres géométriques d'un joint de grains. Nous sommes donc limités à l'analyse de la désorientation exprimée par un axe et un angle. De manière très locale, nous avons mis en évidence que des joints particuliers favorisent certaines variantes. Puis une analyse statistique est réalisée sur la carte EBSD, pour quantifier le rôle de ces joints dans la sélection des variantes  $\alpha_s$ .

Pour cette étude, une analyse EBSD complémentaire a été effectuée au cœur de la zone  $A_{inf}$  où la sélection de variantes est la plus importante. Un pas de  $0,5 \mu\text{m}$  a permis d'obtenir une description fine des colonies se développant aux joints  $\beta/\beta$  et  $\alpha_p/\beta$ . Les orientations des grains  $\alpha_p$  ont été séparées de celles des colonies  $\alpha_s$ <sup>1</sup>. Le résultat de la séparation est présenté sur la carte de la figure 7 où les pixels ont le niveau de gris de l'image de la microstructure et le contour des grains  $\alpha_p$  est tracé en rouge.



**Figure 7: Carte EBSD acquise au cœur de la zone  $A_{inf}$ , le contour des grains  $\alpha_p$  est indiqué en rouge**

Les orientations de la phase  $\beta$  ont été recalculées (selon le principe décrit chap. III) à partir des orientations de la phase  $\alpha_s$ . 87% des orientations  $\beta$  ont pu être déterminées. Comme décrit au Chapitre III, après reconstruction automatique, il arrive que le contour de certains grains  $\beta$  soit mal défini. Ici, ceci a été vérifié et corrigé manuellement si nécessaire en s'aidant de la précipitation  $\alpha_{GB}$  visible sur la microstructure.

<sup>1</sup> Dans ce cas, nous avons visualisé la microstructure à partir de l'imagerie en électrons secondaires et identifié manuellement les orientations  $\alpha_p$  sur la carte EBSD. En effet l'identification des grains  $\alpha_p$  ne peut être effectuée automatiquement grâce à l'image BSE car les écarts de contraste moyen entre des deux populations  $(\beta+\alpha_s)/\alpha_p$  n'est plus suffisant.



## V.2.1. Influence des joints de phases $\alpha_p/\beta$ sur la sélection de variantes

### V.2.1.1. Analyse du voisinage $\alpha_p/\alpha_s$

Visualisons en premier lieu, la distribution spatiale des colonies  $\alpha_s$  et des grains  $\alpha_p$  ayant l'axe  $c$  proche de DRS. Ces colonies sont colorées en bleu sur la figure 8 et les grains  $\alpha_p$  en rouge. Le niveau de gris des autres pixels correspond au niveau de gris de l'imagerie en électrons secondaires. La projection des orientations relatives aux colonies  $\alpha_s$  et aux grains  $\alpha_p$  sont également indiquées sur la figure.

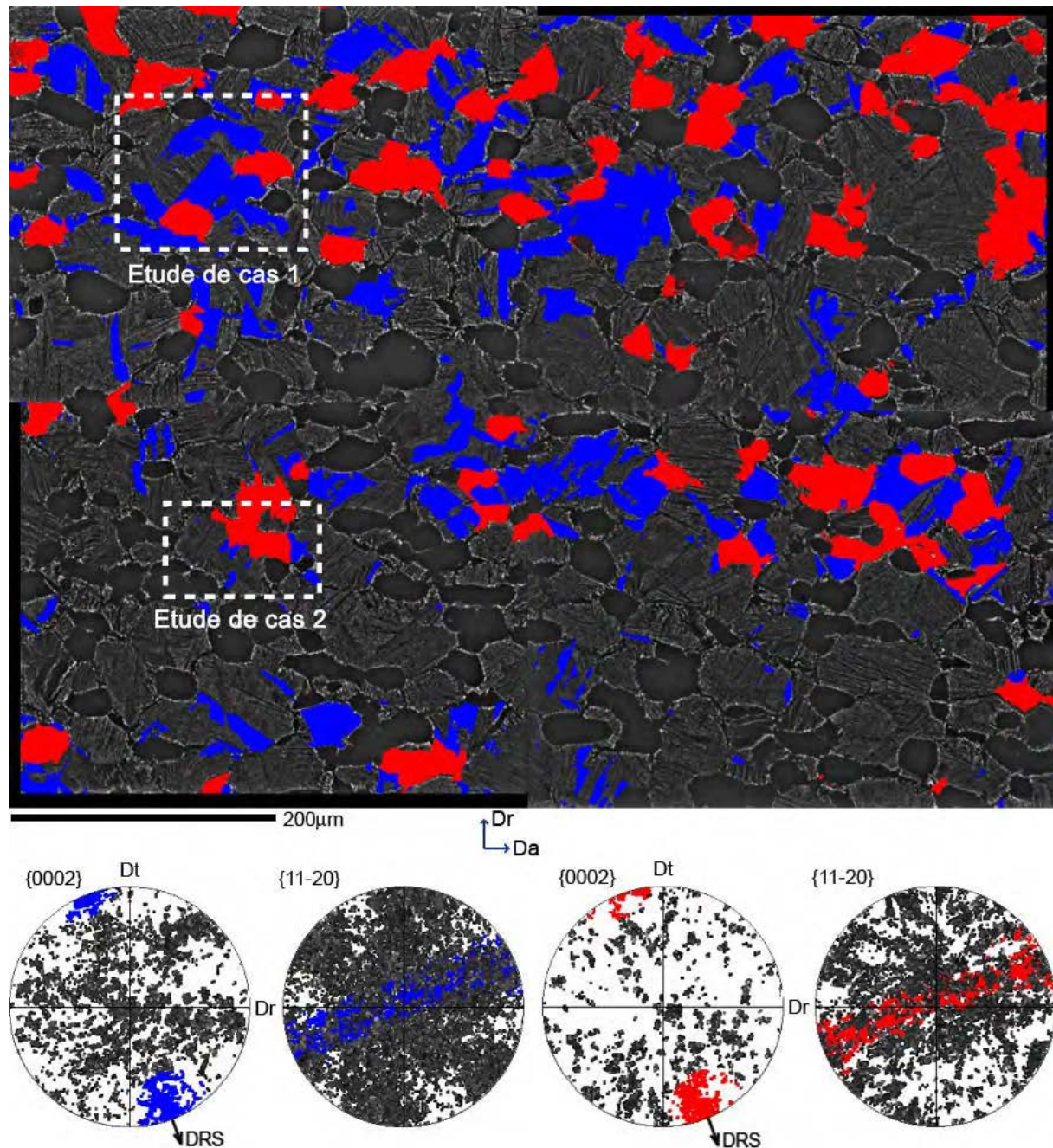


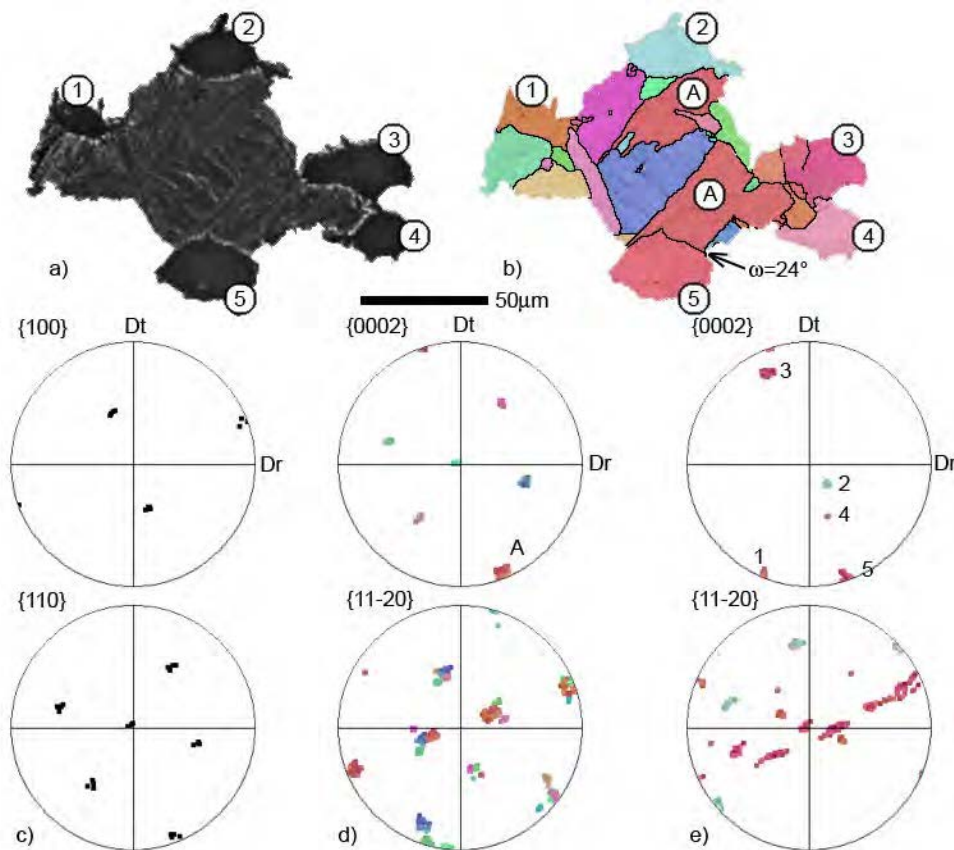
Figure 8: Carte EBSD au cœur de la zone  $A_{inf}$ , visualisation des colonies  $\alpha_s$  (en bleu) et des grains  $\alpha_p$  (en rouge) appartenant à la composante de texture majoritaire.

Sur l'ensemble de la carte, beaucoup de colonies bleues ont un grain  $\alpha_p$  rouge comme proche voisin. Cela n'est pas observé systématiquement, mais il ne faut pas oublier qu'on visualise ici le voisinage  $\alpha_s/\alpha_p$  de manière bidimensionnelle, ce qui donne sans doute un nombre limité d'occurrences par rapport aux occurrences réelles. Aussi ces premières observations, nous confortent dans l'idée que la nature de l'interface  $\alpha_p/\beta$  a pu jouer un rôle, dans le choix du variant  $\alpha_s$  qui s'y développe.

Analysons à présent deux grains  $\beta$  parents de cette carte EBSD (repérés par des rectangles blancs) et leur voisinage, constitué principalement de grains  $\alpha_p$  dont l'axe  $c$  est orienté selon DRS.

### Etude de cas 1

Le cas 1 (fig. 9) concerne un grain  $\beta$  où les variantes  $\alpha_s$  sélectionnées ont l'axe  $c$  orienté selon DRS. Les figures 9a et 9b montrent respectivement la microstructure et la cartographie d'orientations  $\alpha_s/\alpha_p$ . Le grain  $\beta$  a un plan  $\{110\}$  (fig. 9c) qui coïncide exactement avec le plan basal du grain  $\alpha_p$  n°5 (fig. 9e). La colonie  $\alpha_s$  qui s'est développée à partir de cette interface (fig. 9d), a son plan basal parallèle à celui du grain  $\alpha_p$  n°5.

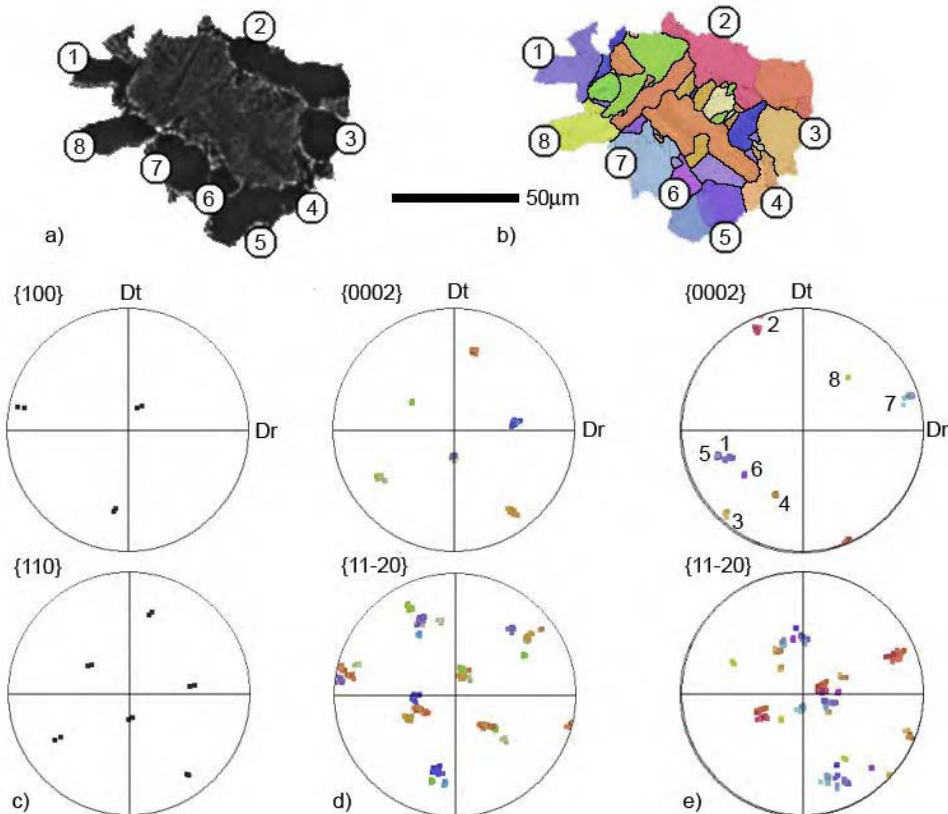


**Figure 9: Etude de cas 1**

- a) microstructure du grain  $\beta$  isolé et des grains  $\alpha_p$  adjacents,
- b) cartographie EBSD utilisant un code de couleur du triangle standard //Dt,
- c) orientation du grain  $\beta$ ,
- d) orientations des colonies  $\alpha_s$  héritées,
- e) orientations des grains  $\alpha_p$  adjacents.

## Etude de cas 2

Le cas 2 (fig. 10) illustre ici un grain  $\beta$  dans lequel aucune variante  $\alpha_s$  n'est orientée selon DRS. Comme pour l'exemple précédent, les figures 10a et 10b illustrent respectivement la microstructure et la cartographie d'orientations  $\alpha_s/\alpha_p$ . Ici, les variantes  $\alpha_s$  (fig. 10d) ne viennent pas directement renforcer la composante  $\alpha_p$  orientée suivant DRS (fig. 10e). En fait, l'orientation initial du grain  $\beta$  ne permet pas d'obtenir de variantes  $\alpha_s$  fortement corrélées avec la texture  $\alpha_p$ .



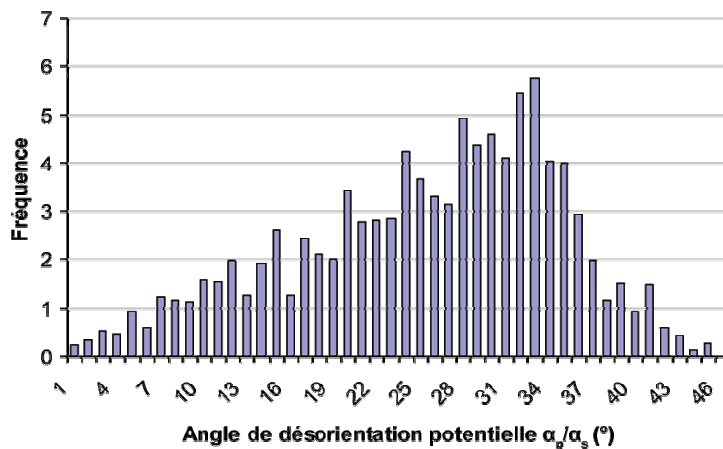
**Figure 10: Etude de cas 2,**  
 a) microstructure du grain  $\beta$  isolé et des grains  $\alpha_p$  adjacents,  
 b) cartographie EBSD utilisant un code de couleur du triangle standard //Dt,  
 c) orientation du grain  $\beta$   
 d) orientations des colonies  $\alpha_s$  héritées  
 e) orientations des grains  $\alpha_p$  adjacents.

Par conséquent, ces 2 exemples (et d'autres non présentés ici) montrent que lorsque les interfaces  $\alpha_p/\beta$  sont tels que les plans  $\{00.2\}_{\alpha_p} / \{110\}_{\beta}$  sont parallèles (avec une certaine tolérance), la variante  $\alpha_s$  se développant à cette interface a son axe  $c$  proche de celui du grain  $\alpha_p$ . On remarque aussi que les joints  $\alpha_p/\alpha_s$  ainsi créés, ne sont pas toujours des joints de faibles désorientations. Lorsque c'est le cas, le grain  $\alpha_p$  était en fait, en relation de Burgers avec le parent  $\beta$ .



**V.2.1.2. Statistique de désorientations entre variantes  $\alpha_s$  et grains  $\alpha_p$**

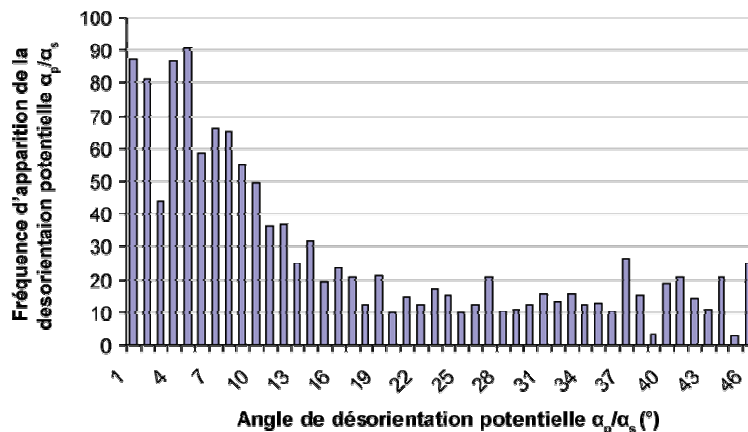
Dans cette partie, nous analysons sur un grand nombre de cas si lorsque un grain  $\beta$  est en relation de Burgers avec un grain  $\alpha_p$ , les variantes  $\alpha_s$  sélectionnées engendrent des joints  $\alpha_p/\alpha_s$  de faibles désorientations. Dans cet objectif, l'ensemble des joints  $\alpha_p/\beta$  et  $\alpha_p/\alpha_s$  de la cartographie de la figure 7, a été analysé. Pour chaque couple de pixels  $\beta/\alpha_p$  adjacents, les désorientations entre les 12 variantes potentielles du grain  $\beta$  et le grain  $\alpha_p$  ont été calculées. Pour chaque cas, seule la désorientation la plus faible parmi les 12 a été retenue. La distribution des angles correspondants est présentée sur le graphique de la figure 11. C'est une distribution prédictive qui repose donc sur l'hypothèse que la variante  $\alpha_s$  sélectionnée a un angle de désorientation minimal avec son voisin  $\alpha_p$ . Dans cette prédiction, on peut remarquer que seuls 10% des interfaces  $\alpha_p/\beta$  peuvent potentiellement former un joint de grains  $\alpha_p/\alpha_s$  de désorientations inférieures à  $10^\circ$  après transformation.



**Figure 11: Histogramme des désorientations entre grains  $\alpha_p$  et variantes potentiellement héritées du grain  $\beta$  adjacent**

Nous avons comparé la distribution réelle déterminée aux interfaces  $\alpha_p/\alpha_s$  et la distribution prédictive précédemment calculée. On peut traduire cette comparaison sous la forme du graphe de la figure 12. Celui-ci représente en % le nombre de cas où la prédiction est réalisée.

Ainsi par exemple, la prévision des désorientations de  $1^\circ$ , inférieure à 1% (fig. 11) est réalisée à plus de 85% (fig. 12). La distribution de la figure 12 montre donc que lorsqu'il est possible de former un joint de faible désorientation  $\alpha_p/\alpha_s$ , cela est réalisé à plus de 80%.

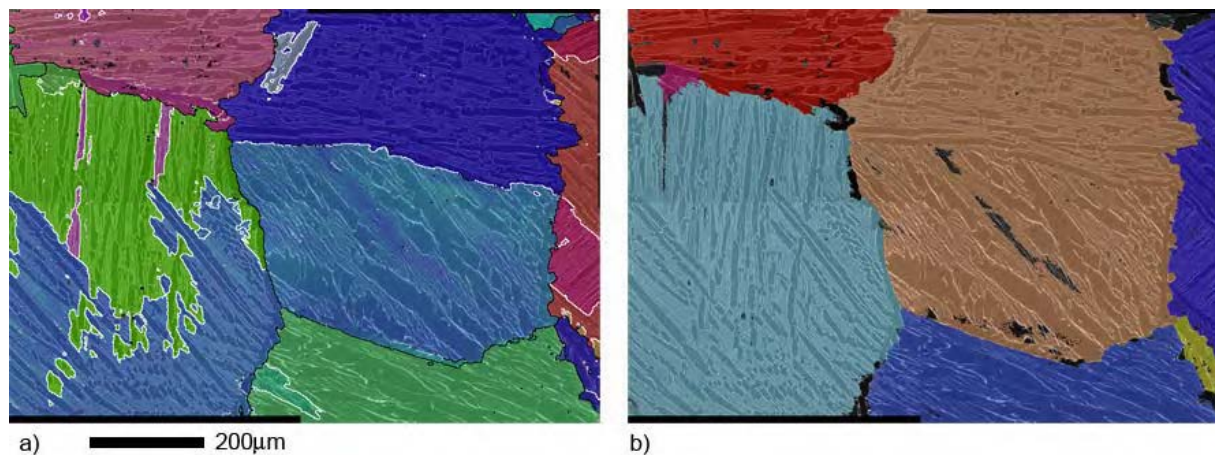


**Figure 12: Probabilité pour un parent  $\beta$  de former la variante qui minimise la désorientation  $\alpha_p/\alpha_s$ , en fonction des désorientations potentielles du graphe 11**



**Analyse complémentaire :** l'objectif est de vérifier sur un plus grand nombre de grains  $\beta$  proches voisins des grains  $\alpha_p$ , si les variantes  $\alpha_s$  héritées forment préférentiellement des joints  $\alpha_p/\alpha_s$  de faibles désorientations (lorsque c'est possible).

En fait une variante  $\alpha_s$  ne peut présenter une orientation strictement identique à celle d'un grain  $\alpha_p$  voisin que si son parent  $\beta$  était en relation de Burgers avec le grain  $\alpha_p$ . Nous avons élaboré un échantillon dont la microstructure  $\alpha_p/\beta$  est telle que les grains de la phase  $\alpha_p$  soient en relation de Burgers avec les grains de la matrice  $\beta$ . Un échantillon avec une microstructure en colonies de Widmanstätten constituées de très larges lamelles ( $\sim 20\mu\text{m}$ ) a été chauffé, maintenu dans le domaine  $\alpha/\beta$ , puis refroidi. Nous avons vérifié que dans le domaine  $\alpha/\beta$ , la microstructure était caractérisée par des lamelles  $\alpha$  en relation d'orientation de Burgers avec la matrice  $\beta$  environnante. Une vitesse de refroidissement adaptée, a permis d'obtenir des lamelles  $\alpha_s$  d'épaisseur de l'ordre du micron (parfaitement identifiables parmi les lamelles  $\alpha_p$  d'épaisseur  $20\mu\text{m}$ , présentes dans le domaine  $\alpha/\beta$ ). Un exemple d'analyse EBSD sur cet échantillon est donné figure 13 (13a : la microstructure BSE superposée à la cartographie d'orientations ( $\alpha_s + \alpha_p$ ), 13b : la cartographie d'orientations  $\beta$  parente).



**Figure 13:**  
 Carte EBSD de l'échantillon initialement lamellaire, chauffé dans le domaine  $\alpha/\beta$  et refroidi,  
 a) cartographie d'orientations ( $\alpha_p/\alpha_s$ ) superposée à l'image BSE de la microstructure,  
 b) cartographie d'orientations  $\beta$  parente superposée à l'image BSE à température ambiante.

Quatre grains  $\beta$  équiaxes peuvent être distingués. A l'intérieur de ces grains, on distingue très nettement les lamelles  $\alpha_p$  (larges et foncées) et  $\alpha_s$  (plus fines). On voit que dans une même colonie, l'orientation des lamelles  $\alpha_s$  est identique à celle des lamelles  $\alpha_p$ . Par ailleurs le même type d'observations a été réalisé sur ces échantillons après déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$  (voir chap. VI).

L'ensemble de nos investigations montrent que les variantes  $\alpha_s$  forment préférentiellement des joints de faibles désorientations avec les grains  $\alpha_p$ , minimisant ainsi l'énergie de joints de grains. Cependant, cela n'est possible que dans des situations particulières, lorsque les grains  $\alpha_p$  sont en relation de Burgers avec le grain  $\beta$  (avec une certaine tolérance).

Dans la billette que nous étudions, en moyenne 10% des joints  $\alpha_p/\beta$  offrent cette possibilité. Spécifiquement, ces joints vont en grande majorité favoriser des variantes de grande dimension et de même orientation que les grains  $\alpha_p$ .

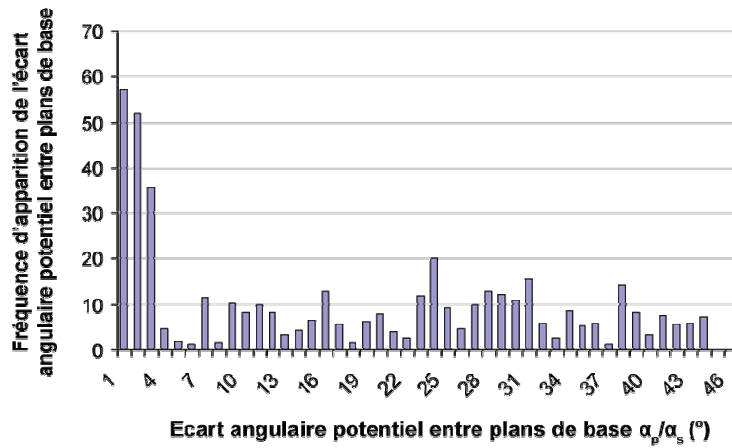
En conséquence, pour réduire les macrozones, le traitement thermomécanique doit être optimisé de telle sorte que les relations d'orientations entre grains  $\alpha_p$  et  $\beta$  voisins soient différentes de celles de Burgers. On peut rappeler que dans le domaine  $\alpha/\beta$ , la phase  $\alpha_p$  était avant déformation, en relation d'orientation de Burgers avec la matrice  $\beta$  environnante. Les étapes de forge/recuit dans le domaine  $\alpha/\beta$  pourraient permettre de modifier ces relations d'orientations. Cependant, il est fort probable qu'en raison de la nécessité, qu'a le matériau, de préserver la compatibilité des systèmes de glissement des 2 phases, compatibilité exprimée en partie par les relations de Burgers, la désorientation initiale entre les deux phases ne puisse pas évoluer aisément lors de la déformation plastique (ce point sera rediscuté au chap. VI).

### V.2.1.3. Écarts angulaires entre plans de base aux joints $\alpha_p/\alpha_s$

Le fait que peu de grains  $\alpha_p$  soient en relation de Burgers avec un grain  $\beta$  adjacent limite la possibilité de créer des joints  $\alpha_p/\alpha_s$  de faibles désorientations. Par ailleurs, nos observations montrent que certains joints  $\alpha_p/\alpha_s$  présentent uniquement un écart angulaire faible entre plans de base, sans former un joint faiblement désorienté (§V.2.1.1). Des observations semblables ont été reportées par d'autres auteurs [Battacharya-03, Bate-04]. Battacharya et al ont observé que des variantes naissant à un joint de grains  $\beta/\beta$  particulier, mettaient en commun leurs axes  $c$  (sans créer un joint de faible désorientation) [Battacharya-03]. C'est pourquoi, dans l'analyse statistique des joints  $\alpha_p/\alpha_s$  de la carte de la figure 7, on se propose de quantifier les variantes n'alignant que leurs axes  $c$  avec celui du grain  $\alpha_p$  voisin.

Pour cette analyse, pour chaque couple de pixels adjacents appartenant respectivement à un grain  $\alpha_p$  et à un grain  $\beta$  de la carte EBSD figure 7, les écarts angulaires entre l'axe  $c$  du grain  $\alpha_p$  et ceux des variantes potentielles du grain  $\beta$  ont été calculés. L'angle minimal est utilisé pour caractériser l'interface  $\alpha_p/\beta$ . A partir de la distribution de ces angles (non représentée ici), on montre que pour 15% des joints de phases étudiés, il est prédictivement possible d'obtenir un écart angulaire faible (inférieur à  $10^\circ$ ) entre les axes  $c$  des phases  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$  après transformation. En ne considérant que les désorientations prévisionnelles entre axes  $c$ , on obtient une augmentation de 5% des interfaces qui s'ajoutent aux interfaces remplissant les relations de Burgers.

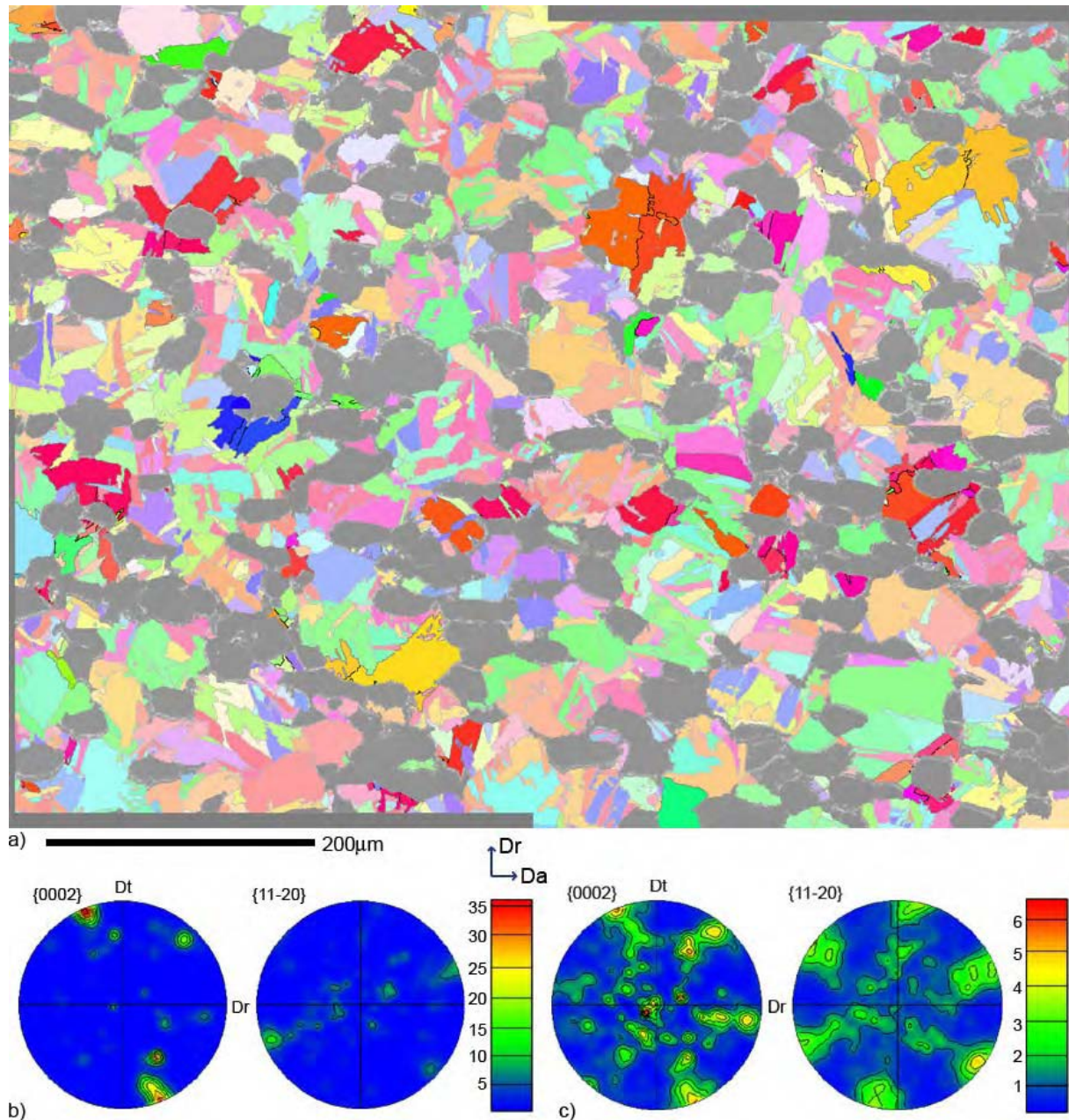
Si l'on analyse les désorientations réelles entre axes  $c$  des deux phases pour ces joints supplémentaires, parmi les désorientations qui étaient prédites à moins de  $4^\circ$ , seuls 50% de ces désorientations entre variantes  $\alpha_s$  et grains  $\alpha_p$  sont effectivement inférieures à  $4^\circ$  comme on peut le déduire de la figure 14.



**Figure 14: Probabilité pour un parent  $\beta$  de former la variante qui minimise l'écart angulaire entre plans de base en fonction des écarts angulaires minimum pouvant être formés (on ne considère que les grains ne pouvant pas former un angle de désorientation  $\alpha/\alpha_s$  faible)**

Les colonies se développant aux joints de phases  $\alpha_p/\beta$ , en minimisant les écarts angulaires entre plans de base  $\alpha_p/\alpha_s$ , sont identifiées sur la figure 15a et leur texture sur la figure 15b. Ces colonies représentent 10% des colonies  $\alpha_s$  de l'ensemble de la carte et correspondent en majorité aux colonies ayant leurs axes  $c$  orientés selon DRS (colonies colorées en rouge, fig. 7). A titre de comparaison, la texture des autres colonies est représentée sur la figure 15c. Cette texture  $\alpha_s$  partielle ne fait plus apparaître une composante majoritaire.





**Figure 15 :** a) Cartographie des orientations  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$ : les colonies favorisant un écart angulaire entre plans de base  $\alpha_p/\alpha_s$  faible sont mises en évidence  
 b) Figure de pôles des colonies favorisées, c) Figure de pôle des autres colonies.

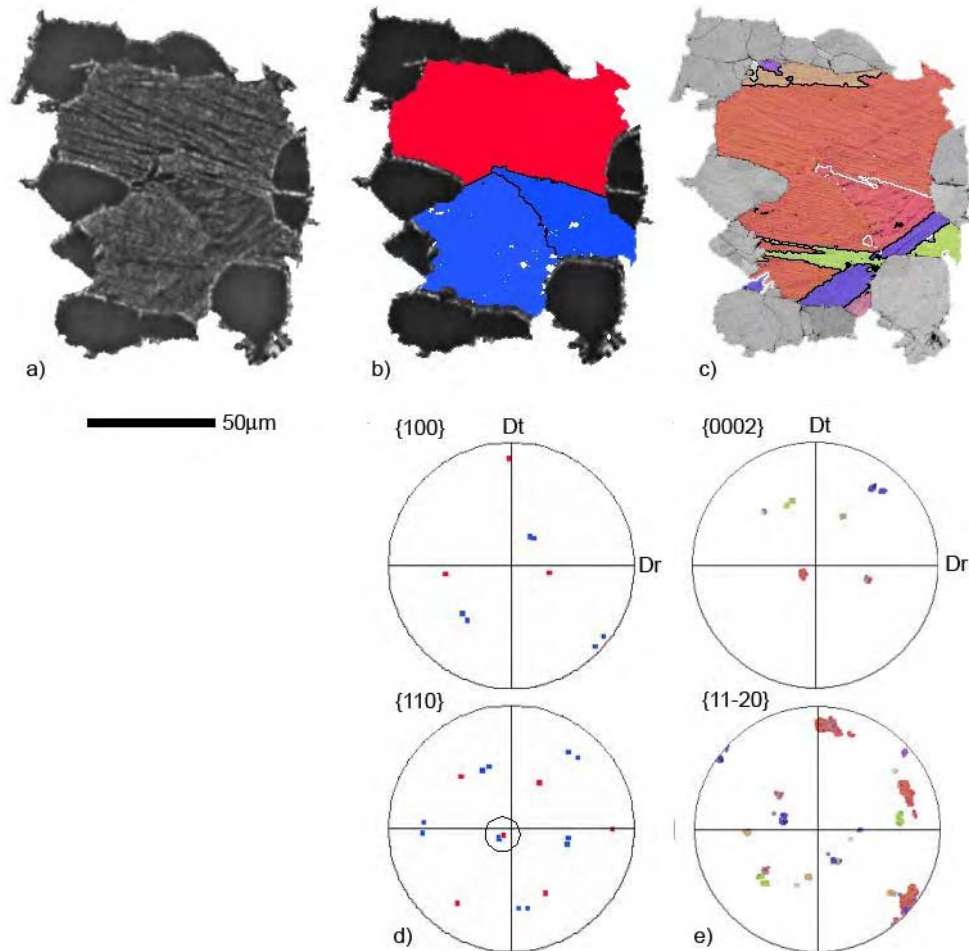
Cette analyse met donc en évidence que les grains  $\alpha_p$  ont une influence sur la sélection de variantes dans les grains  $\beta$  qui leur sont voisins. La variante potentielle qui a une orientation proche de celle du grain  $\alpha_p$  voisin, est presque systématiquement favorisée lors de la transformation de phase. A défaut, ce sont les variantes permettant uniquement de conserver un parallélisme entre les plans de base des grains  $\alpha_p$  et des colonies  $\alpha_s$  qui sont favorisées mais de façon moins systématique. Dans ce dernier cas, des études complémentaires seraient nécessaires pour approfondir le caractère des joints  $\alpha_p/\alpha_s$  ainsi créés.

## **V.2.2. Influence des joints de grains $\beta/\beta$ sur la sélection de variantes**

### **V.2.2.1. Observations locales de joints $\beta/\beta$ influençant la sélection des variantes**

Nous avons montré précédemment que des variantes  $\alpha_s$  qui minimisent l'angle de désorientation avec le grain  $\alpha_p$  adjacent, étaient favorisées lors de la transformation de phase. De même aux joints de grains  $\beta/\beta$ , on peut penser que les variantes qui apparaissent de part et d'autre du joint, sont sélectionnées de manière à minimiser leurs désorientations. Ce mécanisme a déjà été observé dans l'exemple proposé au chapitre III (sur un alliage de titane  $\beta$  métastable).

Des observations semblables peuvent être faites sur la carte EBSD de la figure 7. La figure 16 correspond à un zoom d'une zone particulière de la figure 7 (16a. microstructure en électrons secondaires ; 16b. cartographie d'orientations  $\beta$  parente, superposée à la microstructure ; 16c. cartographie d'orientations des colonies  $\alpha_s$ ). En 16b, on visualise deux grains  $\beta$  d'orientations très différentes (rouge et bleu). Ces deux orientations ont été calculées à partir des trois variantes de la partie supérieure et des quatre variantes de la partie inférieure de la carte respectivement. La projection stéréographique (fig. 16d) des orientations  $\beta$  montre que ces deux grains ont un pôle  $\{110\}$  commun qui est à  $5^\circ$  de  $Da$ , encerclé sur la figure. Si l'on considère à présent les variantes qui se sont formées dans ces deux grains parents (fig. 16e), celles qui s'étendent de part et d'autre de l'ex-joint de grains  $\beta/\beta$  présentent l'orientation représentée par les pôles rouges (fig. 16e). Ces dernières correspondent à une variante commune aux deux grains  $\beta$  comme le montre la coïncidence des pôles  $\{0002\}$  en rouge (fig. 16e) avec le pôle commun  $\{110\}$  (fig. 16d). Dans ce cas, on note également une absence de précipitation intergranulaire  $\alpha_{GB}$ .



**Figure 16: Exemple de sélection de variante au joint  $\beta/\beta$  ;**

- a) Microstructure de grains  $\beta$  et des grains  $\alpha_p$  adjacents,  
 b) cartographie d'orientations des grains  $\beta$ , code de couleur du triangle standard //Dt  
 c) cartographie d'orientations des colonies  $\alpha_p$ , code de couleur du triangle standard //Da  
 d) Orientations des deux grains  $\beta$   
 e) Orientations des colonies  $\alpha_p$  héritées

Cet exemple montre que deux grains  $\beta$  adjacents peuvent former au joint  $\beta/\beta$ , une variante commune. Pour que cette mise en commun puisse avoir lieu, il est nécessaire que les deux grains soient désorientés de manière spécifique. Ces désorientations spécifiques (le tableau 1) sont calculées à partir des relations de Burgers en recherchant toutes les désorientations entre les six parents  $\beta$  potentiels d'une même variante  $\alpha_s$ .

$\omega$	$\bar{n}$
$10^\circ 5'$	$[110]_\beta$
$49^\circ 5'$	$[110]_\beta$
$60^\circ$	$[110]_\beta$
$60^\circ$	$[111]_\beta$

**Tableau 1: Notation sous forme d'angle et d'axe des désorientations entre grains  $\beta$  pouvant partager une variante  $\alpha_s$**



On peut étendre cette analyse à un grand nombre de cas pour dégager des résultats plus statistiques et ainsi quantifier la fraction de colonies ainsi formées.

### V.2.2.2. Analyse statistique des variantes $\alpha_s$ aux joints de grains $\beta/\beta$

La carte EBSD de la phase  $\beta$ , recalculée à partir de la carte figure 7, est présentée sur la figure 17. Sur cette carte, la couleur des pixels donne une indication de l'orientation  $\beta$  correspondante, suivant le code de couleur du triangle standard.

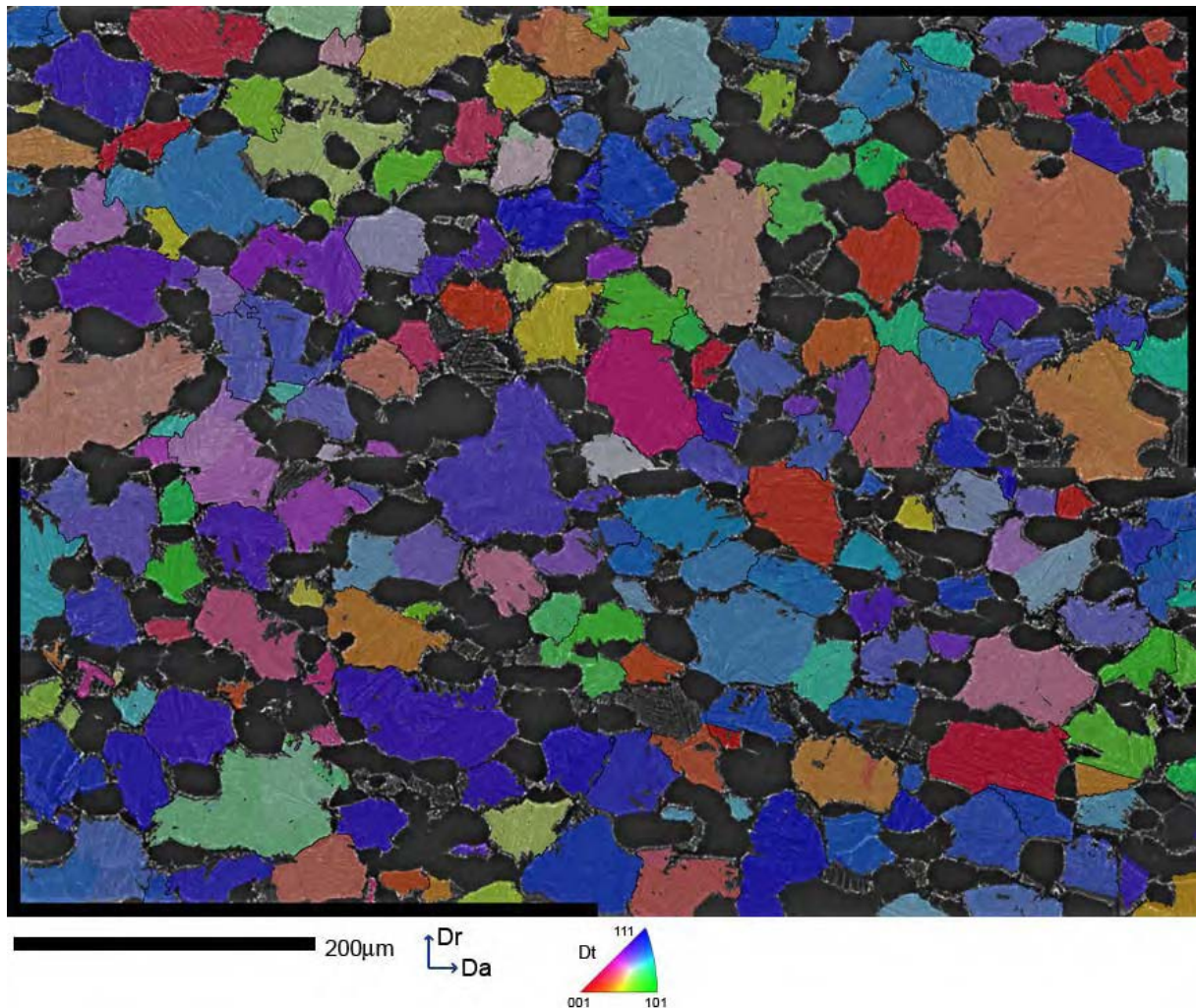


Figure 17 : Carte de la phase  $\beta$  reconstruite pour l'analyse statistique des joints de grains  $\beta/\beta$

On se propose ici de quantifier la proportion de grains  $\beta$  voisins pouvant conduire à une variante commune ou à deux variantes très peu désorientées et de préciser la proportion des cas où la prévision est effectivement réalisée. Pour ce calcul, les angles de désorientations minimum entre variantes  $\alpha_s$  potentielles de deux grains  $\beta$  adjacents ont été recensés comme au § V.2.1.1. D'après ce calcul, peu de joints (environ 2%) correspondent à des cas où l'on pouvait former des désorientations  $\alpha_s/\alpha_s$  prévisionnelles inférieures à  $5^\circ$ . L'histogramme (fig. 18) indique la proportion des cas où les variantes minimisant les désorientations  $\alpha_s/\alpha_s$  aux niveaux du joint  $\beta/\beta$  ont été réellement observées par rapport à la prévision. Dans plus de

90% des cas, lorsqu'une variante peut être commune avec une tolérance angulaire de 2° près, cette variante est sélectionnée de part et d'autre du joint de grains.

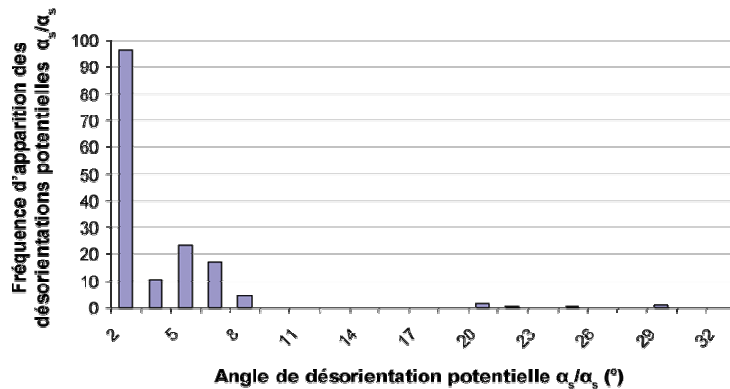


Figure 18: Probabilité de créer deux variantes faiblement désorientées en fonction de l'angle de désorientation potentielle

Par contre, l'orientation des variantes ainsi favorisées ne correspond pas obligatoirement à des variantes partageant la composante de texture des grains  $\alpha_p$  d'une même macrozone. En fait statistiquement, ces variantes auront plutôt leurs axes c dans Da (comme c'est d'ailleurs le cas sur la fig. 16b). En effet, les 3 composantes principales de la texture  $\beta$  ont le pôle {110} // Da en commun. Par conséquent, cette sélection des variantes  $\alpha_s$ , induite par des joints  $\beta/\beta$  particuliers, ne conduit pas à des orientations  $\alpha_s$  s'additionnant avec la composante de texture des grains  $\alpha_p$  dans la macrozone considérée mais renforce les axe c // Da.

Nous avons aussi analysé les interfaces  $\beta/\beta$  pour lesquelles seul le parallélisme des plans denses {110} aux frontières  $\alpha_s/\alpha_s$  est observé. Cela rejoint l'approche proposée par Battacharya [Battacharya-03]. On s'intéresse alors aux grains  $\beta$  voisins ayant des plans {110} quasi-parallèles. Dans la microstructure bimodale étudiée, 50% des joints  $\beta/\beta$  correspondent à des voisins ayant des plans {110} parallèles en admettant une tolérance de 10°. Mais, comme le montre le graphique 19, 50% d'entre eux conduisent à des variantes qui ont leurs axes c parallèles. Cette valeur peut paraître faible, mais en absence de sélection de variantes, elle ne serait statistiquement que de 1/36<sup>ème</sup> (moins de 3%). En effet, cela revient à choisir une direction {110} parmi six pour chacun des grains  $\beta$  parents. On peut donc conclure que ce mode de sélection est également observé dans le matériau, mais est loin d'être systématique.

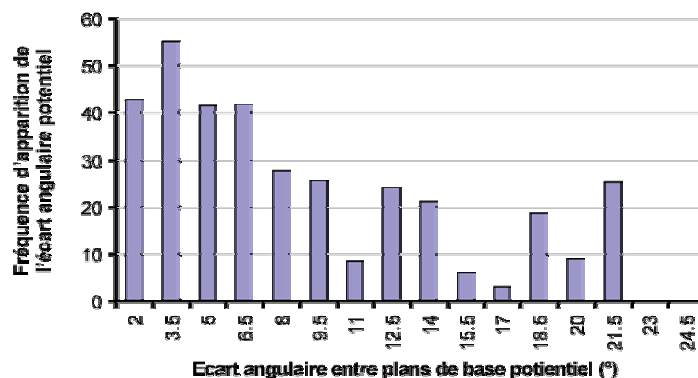


Figure 19: Probabilité de créer deux variantes qui minimisent l'écart angulaire entre plans de base au joint de grains formé

### V.3. Influence de l'anisotropie élastique sur la sélection des variantes

Nous avons montré que certaines variantes étaient sélectionnées de manière à créer des joints  $\alpha_p/\alpha_s$  et  $\alpha_s/\alpha_s$  spécifiques. La création d'une interface  $\alpha_s/\alpha_s$  ou  $\alpha_p/\alpha_s$  spécifique, en particulier des joints de faibles désorientations, conduisent à une réduction de l'énergie libre par la création d'une interface de faible énergie.

Par ailleurs, il faut mentionner que la formation d'une variante cristallographique est associée à une déformation de transformation. Par conséquent, la sélection des variantes pourrait correspondre aussi à la minimisation de l'énergie libre du système, en réduisant l'accroissement de l'énergie élastique du milieu, induit par la déformation de transformation. Les variantes sélectionnées choisies ne seraient pas aléatoires, mais dépendraient alors de l'anisotropie élastique du milieu.

Humbert propose un modèle basé sur une approche statistique, considérant que la variante sélectionnée, minimise l'énergie élastique du système, en prenant en compte le comportement élastique d'un voisinage moyen sur l'apparition du germe [Humbert-03, Humbert-05]. Dans cette section, nous allons appliquer ce modèle, pour évaluer le rôle de l'anisotropie élastique d'une macrozone sur la formation des textures  $\alpha_s$ . Dans un premier temps, le modèle est brièvement décrit, puis appliqué pour simuler les textures des colonies  $\alpha_s$  au sein des macrozones.

#### V.3.1. Déformation induite par la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$

D'un point de vue mécanique, la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha_s$  peut être vue comme une déformation du réseau cubique,  $\varepsilon^{tr}$ , qui s'exprime dans le repère cristallin de la phase  $\beta$  par (fig. 20):

$$\begin{bmatrix} \eta_1 - 1 & & \\ & \eta_1 - 1 & \\ & & \eta_3 - 1 \end{bmatrix} \text{ où } \eta_1 = \frac{a_\alpha}{a_\beta}, \eta_2 = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{a_\alpha}{a_\beta}, \eta_3 = \frac{c_\alpha}{a_\beta \sqrt{2}} \quad (4)$$

et qui correspond aux déplacements atomiques les plus petits. Dans cette expression  $a_\beta, a_\alpha, c_\alpha$  sont les paramètres de maille des phases  $\beta$  et  $\alpha$ .

Cette déformation peut également s'exprimer dans le repère cristallin du réseau hexagonal. Elle correspond à la croissance d'une variante en relation d'orientation de Burgers avec le parent  $\beta$ . Onze autres déformations,  $\varepsilon^{tr}$ , sont reliées aux onze autres variantes.

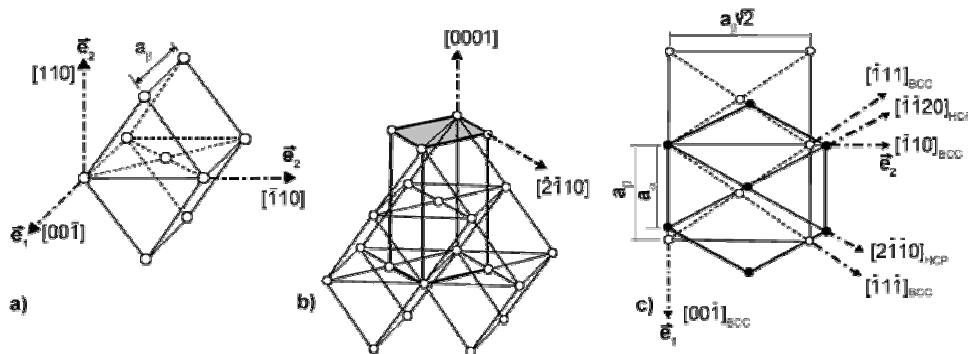
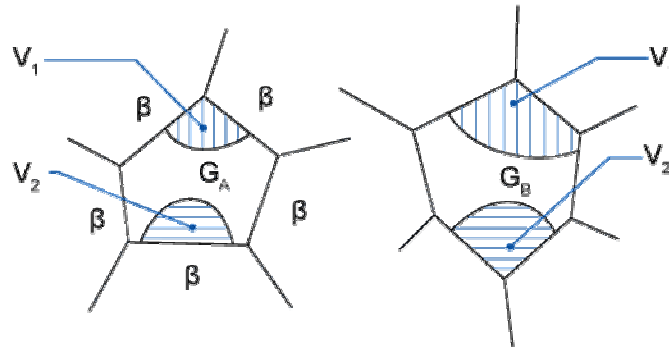


Figure 20: a) Maille élémentaire du réseau cubique, b) Maille cubique sur le réseau hexagonal déformé, c) Déformation associée à la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$  (dans le plan  $[110]_\beta$ ).

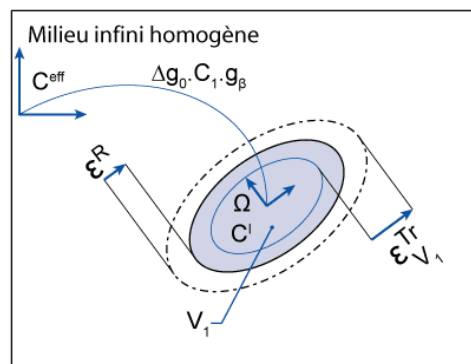
### V.3.2. Homogénéisation

La figure 21 représente schématiquement deux grains  $\beta$  de même orientation qui commencent à se transformer dans un environnement local différent. Dans cet exemple, à l'intérieur de ces deux grains, plusieurs variantes  $\alpha_s$  commencent à grossir.



**Figure 21: Variantes V1 et V2 grossissent dans 2 grains  $\beta$  de même orientation entourés d'un voisinage différent**

La déformation de transformation de chaque variante est gênée par le grain lui-même et par les grains du voisinage. Ceci crée des contraintes spécifiques dans la variante et dans les grains voisins selon leur orientation et élasticité. En général des grains de même orientation n'ont pas forcément un environnement identique. Le problème est donc abordé de manière statistique. Les variantes de même orientation sont considérées comme une inclusion unique dans un milieu homogène équivalent. La contrainte dans cette inclusion correspond alors à la moyenne des contraintes dans les variantes de même orientation. Cette contrainte moyenne est due à la réaction du reste de la matrice, à la déformation de transformation des variantes considérées. Dans le modèle, la matrice est remplacée par un environnement homogène dont les constantes élastiques sont identiques à celle de la matrice (fig. 22). Ces constantes peuvent être calculées à partir de la texture et des constantes élastiques du réseau cristallin par différentes méthodes.



**Figure 22: Variante V1 d'orientation  $\Delta g_0 \cdot C_1 \cdot g_\beta$  assimilée à une inclusion  $\Omega$  de constantes élastiques  $C^I$  dans un milieu homogène équivalent  $C^{eff}$ .  $\varepsilon_{V1}^{Tr}$  est la déformation induite par la transformation et  $\varepsilon^R$  est la réaction élastique du milieu.**

Avec ces hypothèses, l'augmentation d'énergie élastique liée au grossissement d'une variante peut être calculée à partir de la méthode dite "de l'inclusion" développée par Mura [Mura-91]. En utilisant le concept de déformation propre (eigenstrain), la méthode simule la contrainte et la perturbation causée par une inclusion  $\Omega$  de constante élastique  $C^I$  (dans ce cas l'inclusion est dite inhomogène) dans une matrice infinie de constante élastique  $C^{eff}$ . L'inclusion de constante élastique  $C^I$  est remplacée par une inclusion équivalente de constantes élastiques identiques à celles de la matrice ( $C^{eff}$ ) et présentant une déformation propre additionnelle  $\varepsilon^*$  qui conduit à la même distorsion de contrainte que si l'on avait conservé les constantes élastiques  $C^I$ . Ainsi cette déformation propre additionnelle  $\varepsilon^*$  est choisie de manière à satisfaire la relation suivante :

$$\sigma^I = C^I (\varepsilon^* + \varepsilon^{tr}) - \varepsilon^{tr} = C^{eff} (\varepsilon^* + \varepsilon^{tr}) - (\varepsilon^* + \varepsilon^{tr}) \quad (5)$$

Toutes ces quantités sont exprimées dans le même repère (en pratique celui de l'échantillon).  $\sigma^I$  est la contrainte interne homogène à l'intérieur de l'inclusion,  $\varepsilon^{tr}$  est la déformation induite par la transformation et  $\mathcal{L}$  est le tenseur de Eshelby qui dépend de la forme de l'inclusion et de son élasticité. Sa détermination nécessite des fonctions de Green qui ont été calculées suivant le schéma proposé par Mura [Mura-91]. La relation (5) permet de calculer  $\varepsilon^*$ . Finalement  $\sigma^I$  peut s'exprimer à partir de  $\varepsilon^{tr}$  ainsi :

$$\sigma^I = ((C^{eff} \mathcal{L} - C^{eff})H^{-1})\varepsilon^{tr} \text{ avec } H = \mathcal{L} - (C^I)^{-1}C^{eff} \mathcal{L} - (C^I)^{-1}C^{eff} \quad (6)$$

On peut alors calculer l'énergie élastique de déformation par unité de volume :

$$\Delta G_{\beta-\alpha}^{def} = -\frac{1}{2} \sigma^I \varepsilon^{tr} \quad (7)$$

On constate donc que cette énergie dépend du comportement élastique effectif de la matrice (comportement qui peut être anisotrope) et donc peut varier en fonction de l'orientation du parent  $\beta$  et de la variante considérée. Ainsi, pour un parent d'orientation  $g_\beta$  donnée, le volume unitaire de la variante  $i$  d'orientation  $\Delta g_{0i} \cdot C_i \cdot g_\beta$  correspond à une énergie élastique spécifique que l'on détermine par l'expression (7).

### **V.3.3. Simulation des textures $\alpha_p$ dans une macrozone**

Dans les simulations que nous proposons dans ce travail, nous considérons que les variantes qui sont sélectionnées sont celles qui apportent les énergies élastiques de déformation de transformation les plus faibles possibles. En conformité, avec les observations microstructurales, nous ne retenons que les six variantes qui correspondent aux énergies élastiques de déformation minimales. Les six variantes sélectionnées ont un volume identique qui correspond à une répartition équitable du volume  $\beta$  parent.

Nous avons réalisé deux simulations pour apprécier le rôle de la phase  $\alpha_p$  sur la sélection des variantes dans la zone  $A_{inf}$ . Les textures expérimentale et simulée sans sélection de variantes sont rappelés sur les figures 23a et 23b respectivement.

Nous avons tout d'abord considéré que le comportement élastique de la macrozone était uniquement régi par la phase  $\beta$ . La texture de la phase  $\beta$  de la macrozone considérée nous a permis de calculer les constantes élastiques effectives correspondantes, en utilisant une méthode auto-cohérente avec les constantes élastiques du monocristal  $\beta$  suivantes :



$$C_{11}^{\beta}=1.34, C_{12}^{\beta}=1.1, C_{66}^{\beta}=0.36 \text{ en } 10^5 \text{ MPa (Ti BCC à } 927^{\circ}\text{C)}$$

La figure 23c montre avec les figures de pôles  $\{0002\}$  et  $\{11-20\}$ , les résultats de cette simulation. Par comparaison avec les figures de pôles expérimentales (fig. 23a), on observe que les pôles  $\{0002\}$  dans la direction DRS (à  $20^{\circ}$  de Dt) sont moins marqués dans la texture simulée. Ces pôles sont cependant plus importants que ceux qui ont été simulés sans sélection des variantes (fig. 23b).

Le comportement effectif élastique a alors été calculé en tenant compte aussi de la texture de la phase  $\alpha_p$  et de ses constantes élastiques intrinsèques :

$$C_{11}^{\alpha}=1.231, C_{33}^{\alpha}=1.529, C_{12}^{\alpha}=0.996, C_{13}^{\alpha}=0.688, C_{44}^{\alpha}=0.307 \text{ en } 10^5 \text{ MPa (Ti HCP à } 850^{\circ}\text{C)}$$

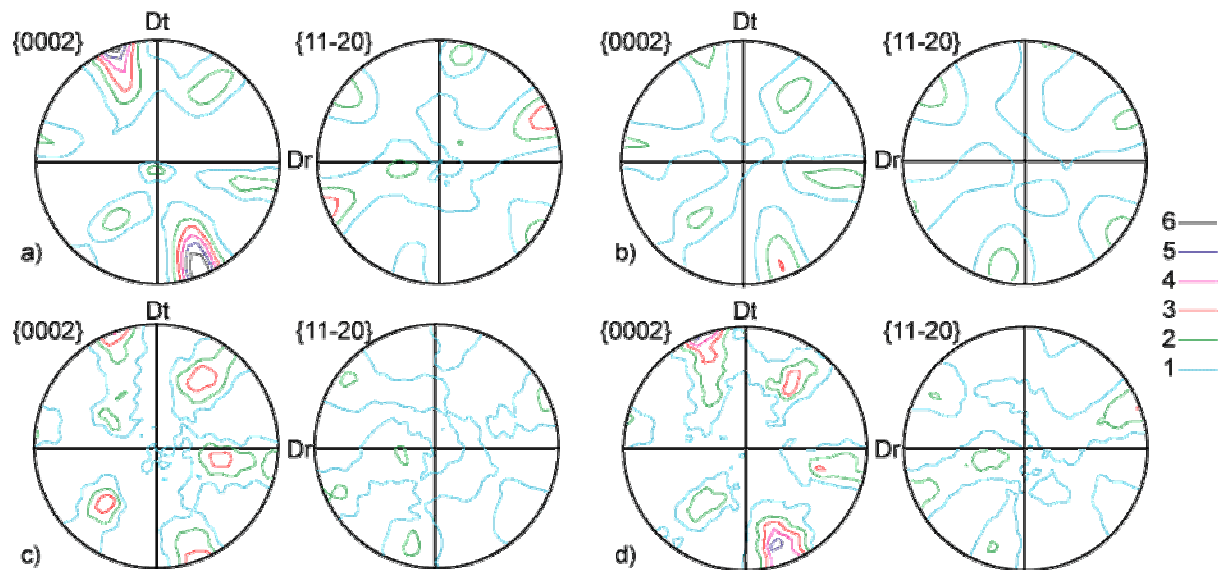


Figure 23: Simulation de la sélection de variantes dans la zone Ainf :

- a) texture mesurée,
- b) texture simulée sans sélection de variantes
- c) texture simulée en considérant l'anisotropie élastique de la phase  $\beta$  seule
- d) texture simulée en considérant l'anisotropie élastique des phases  $\alpha_p+\beta$

La simulation où l'anisotropie des deux phases est considérée, présente un renforcement du pôle  $\{00.2\}$  orienté selon DRS (fig. 23c) comme dans la texture expérimentale (fig. 23a). On note toutefois que son intensité est un peu sous-évaluée par rapport à la texture expérimentale.

Ses simulations montrent que le comportement élastique anisotrope du matériau à haute température pourrait jouer un rôle non négligeable dans la sélection des variantes observée pour ce matériau, complémentairement à d'autres causes de sélection.

## V.4. Conclusions

Dans ce chapitre, les mécanismes qui conduisent à la formation de la texture des colonies  $\alpha_s$  héritées ont été analysés. Cette texture est héritée d'un mécanisme de sélection de variantes qui favorise les orientations proches de l'orientation unique des grains  $\alpha_p$ .

En analysant, les macrozones où la sélection de variantes est importante, deux mécanismes principaux ont été mis en évidence. D'une part, nous avons observé que lors de la

transformation, des variantes qui conduisent à la formation d'interfaces  $\alpha_p/\alpha_s$  ou  $\alpha_s/\alpha_s$  particulières sont favorisées. D'autre part, un modèle prenant en compte l'anisotropie élastique des phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  a permis de simuler la texture expérimentale des colonies  $\alpha_s$ .

Concernant les interfaces  $\alpha_p/\alpha_s$ , nous avons montré qu'un grain  $\beta$  en relation de Burgers avec un grain  $\alpha_p$  adjacent privilégie des variantes  $\alpha_s$  de même orientation que le grain  $\alpha_p$ , formant ainsi un joint  $\alpha_p/\alpha_s$  de faible désorientation. Par ailleurs, il existe aussi une tendance à favoriser des variantes qui ont un axe  $c$  quasiment parallèle à celui du grain  $\alpha_p$  voisin. L'une ou l'autre des possibilités contribue à l'augmentation du nombre de colonies présentant des axes  $c$  dans la même direction que ceux des grains  $\alpha_p$ .

De même, des grains  $\beta$  adjacents favorisent, lorsque c'est possible, des variantes de même orientation. Dans ce cas particulier, nous avons noté une absence de précipitation intergranulaire  $\alpha_{GB}$ . Par ailleurs et dans une moindre mesure, des grains  $\beta$  qui ont une direction  $\langle 110 \rangle$  parallèle favorisent les variantes ayant leur axe  $c$  dans cette direction. Par contre, ce mécanisme ne favorise pas des variantes  $\alpha_s$  orientées suivant la composante de la texture  $\alpha_p$ , au contraire, il favorise des variantes qui ont leur axe  $c$  dans la direction axiale de la billette.

L'intensité de la sélection de variantes varie fortement selon les macrozones. Cette variation est attribuée aux différences de couplage entre les phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  d'une macrozone à une autre. Lorsque localement, le nombre de grains  $\alpha_p$  en relation d'orientation de Burgers avec des grains  $\beta$  adjacents est important, une forte sélection de variantes est observée.

Statistiquement, nous avons montré que le comportement anisotrope du matériau à haute température, peut avoir une influence sur la sélection des variantes. En particulier, le modèle utilisé qui sélectionne uniquement les six variantes permettant de minimiser l'énergie élastique de déformation due à la transformation de phase, permet de simuler la texture  $\alpha_s$  héritée mesurée expérimentalement.

## ***Chapitre VI. Evolution des microtextures lors de traitements thermomécaniques en $\beta$ et $\alpha_p/\beta$ : Discussion sur la formation des macrozones***

■ <b>VI.1. Campagne expérimentale.....</b>	<b>110</b>
■ VI.1.1. Etat initial.....	110
■ VI.1.1.1. Traitement thermique en $\beta$ .....	110
■ VI.1.1.2. Microstructure et texture $\alpha$ héritée du traitement thermique en $\beta$ .....	111
■ VI.1.1.3. Microtexture de la phase parente $\beta$ .....	113
■ VI.1.2. Essais de compression .....	114
■ VI.1.2.1. Protocole expérimental.....	114
■ VI.1.2.2. Les essais de compression dans le domaine $\beta$ .....	114
■ VI.1.2.3. Les essais de compression dans le domaine $\alpha_p/\beta$ .....	116
■ <b>VI.2. Evolution de la microtexture <math>\beta</math> lors de traitements thermomécaniques dans le domaine <math>\beta</math>.....</b>	<b>117</b>
■ VI.2.1. Microtexture $\beta$ reconstituée juste après déformation .....	117
■ VI.2.2. Effet d'un maintien en température après déformation .....	119
■ VI.2.3. Discussion: évolution de la microtexture $\beta$ lors de la forge en $\beta$ .....	121
■ <b>VI.3. Evolution de la microtexture <math>\alpha_p/\beta</math> lors de la compression dans le domaine <math>\alpha/\beta</math>...</b>	<b>123</b>
■ VI.3.1. Microtexture $\alpha_p/\beta$ à 1000°C, avant déformation .....	123
■ VI.3.2. Influence de la déformation .....	124
■ VI.3.3. Influence de la formation de globules $\alpha_p$ .....	130
■ VI.3.4. Discussion.....	133
■ <b>VI.4. Application à l'optimisation des textures locales de pièces industrielles.....</b>	<b>137</b>
■ VI.4.1. Origine des macrozones dans la billette .....	137
■ VI.4.2. Influence d'un changement de direction de compression.....	138

Dans le chapitre précédent, nous avons montré qu'un couplage local entre les phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  conduit à la formation d'une forte texture  $\alpha_s$  dont la composante majoritaire correspond à l'orientation unique des grains  $\alpha_p$ . Ainsi, pour comprendre le développement des hétérogénéités de texture, il est nécessaire d'expliquer la genèse de cette microtexture  $\alpha_p/\beta$ .

Cette dernière est l'héritage du procédé d'élaboration de la billette qui consiste en une succession de déformations/recuits dans le domaine  $\beta$  puis  $\alpha/\beta$  au cours desquelles un lingot est progressivement étiré par une suite de compressions radiales à  $90^\circ$  les unes des autres.

Au cours de ce procédé, la microstructure bimodale est obtenue par une modification progressive de la structure originale du lingot. Cette dernière consiste en périphérie, à des dendrites  $\beta$  solidifiées selon une direction  $\langle 100 \rangle$  et à cœur, à des grains  $\beta$  équiaxes sans texture particulière.

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats d'une campagne de compressions uniaxiales.

Ces essais nous ont permis d'initier la formation de la microstructure bimodale à partir d'échantillon initialement homogènes en texture et microstructure et d'analyser les mécanismes actifs à haute température et les évolutions de texture associées.

Comme pour la transformation du lingot en billette, nous commencerons par une série de compression dans le domaine  $\beta$  puis une autre dans le domaine  $\alpha/\beta$ .

Enfin, la possibilité de réduire les hétérogénéités de texture de la billette par des compressions additionnelles dans le domaine  $\alpha/\beta$  est présentée, ouvrant ainsi des perspectives pour l'optimisation des traitements thermomécaniques et la réalisation des pièces industrielles de grande taille en IMI 834.

## **VI.1. Campagne expérimentale**

### **VI.1.1. Etat initial**

#### **VI.1.1.1. Traitement thermique en $\beta$**

Pour reproduire la transformation industrielle d'un lingot en un produit semi-fini, il faudrait disposer d'échantillons présentant une microtexture de solidification [Glavicic-03c]. Ce type d'échantillons n'étant pas à notre disposition, nous avons réalisé notre étude sur des éprouvettes présentant une microstructure  $\beta$  haute température constituée de gros grains  $\beta$  équiaxes, sans hétérogénéité locale de texture. Pour obtenir une telle microtexture, les échantillons de compression ont été prélevés dans la billette et ont subi une mise en solution pendant 15min à  $1060^\circ\text{C}$ . L'ensemble du traitement thermique est décrit figure 1. On distingue deux séries d'échantillons, utilisés respectivement pour les essais de compression dans les domaines  $\beta$  et  $\alpha/\beta$ .

- La série d'échantillons I a directement été déformée en  $\beta$  après la mise en solution à  $1060^\circ\text{C}$ .
- Les échantillons de la série II ont été refroidis après le traitement thermique en  $\beta$  et sont utilisés pour les essais ultérieurs de compression en  $\alpha/\beta$ . L'un des échantillons de la 2<sup>ème</sup> série (notée TT1 pour Traité Thermiquement) a été utilisé pour caractériser la microtexture  $\beta$  avant déformation et pour caractériser l'état initial avant déformation en  $\alpha/\beta$ .

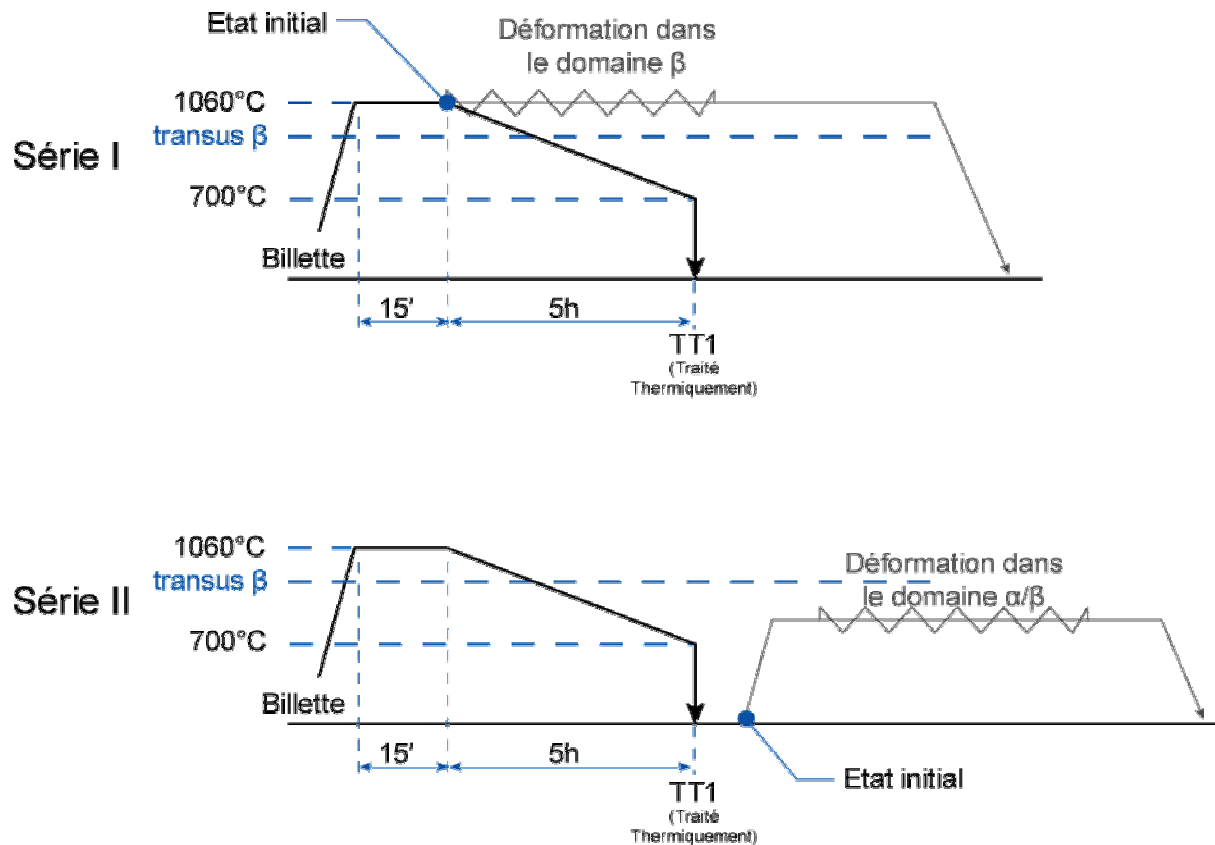


Figure 1: Traitement thermique des échantillons avant compression en  $\beta$  (série I), en  $\alpha/\beta$  (série II).

### VI.1.1.2. Microstructure et texture $\alpha$ héritée du traitement thermique en $\beta$

La microstructure  $\alpha$ , suite au traitement thermique, est lamellaire avec une largeur de lamelles estimée à  $20\mu\text{m}$  (fig. 2). Ces lamelles se regroupent en colonies de  $300\text{-}500\mu\text{m}$  de diamètre équivalent moyen. Le contour des ex-grains  $\beta$  est reconnaissable par la présence de la précipitation intergranulaire  $\alpha_{\text{GB}}$ . Ces grains  $\beta$  étaient équiaxes à haute température avec un diamètre moyen d'environ  $1\text{mm}$ . Ils contiennent en moyenne six colonies  $\alpha$ .

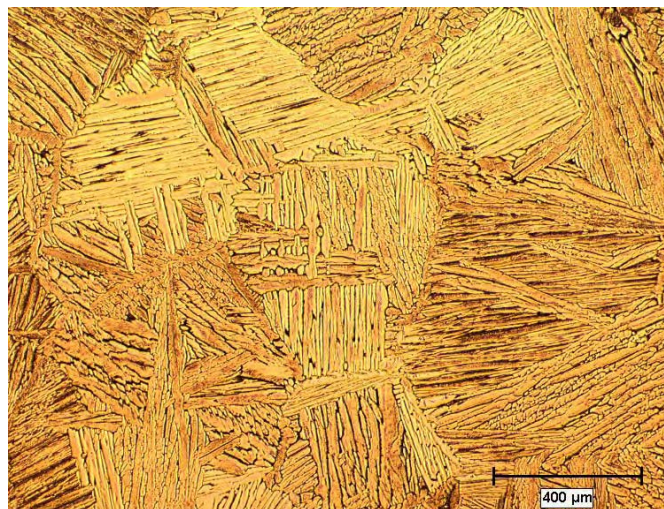
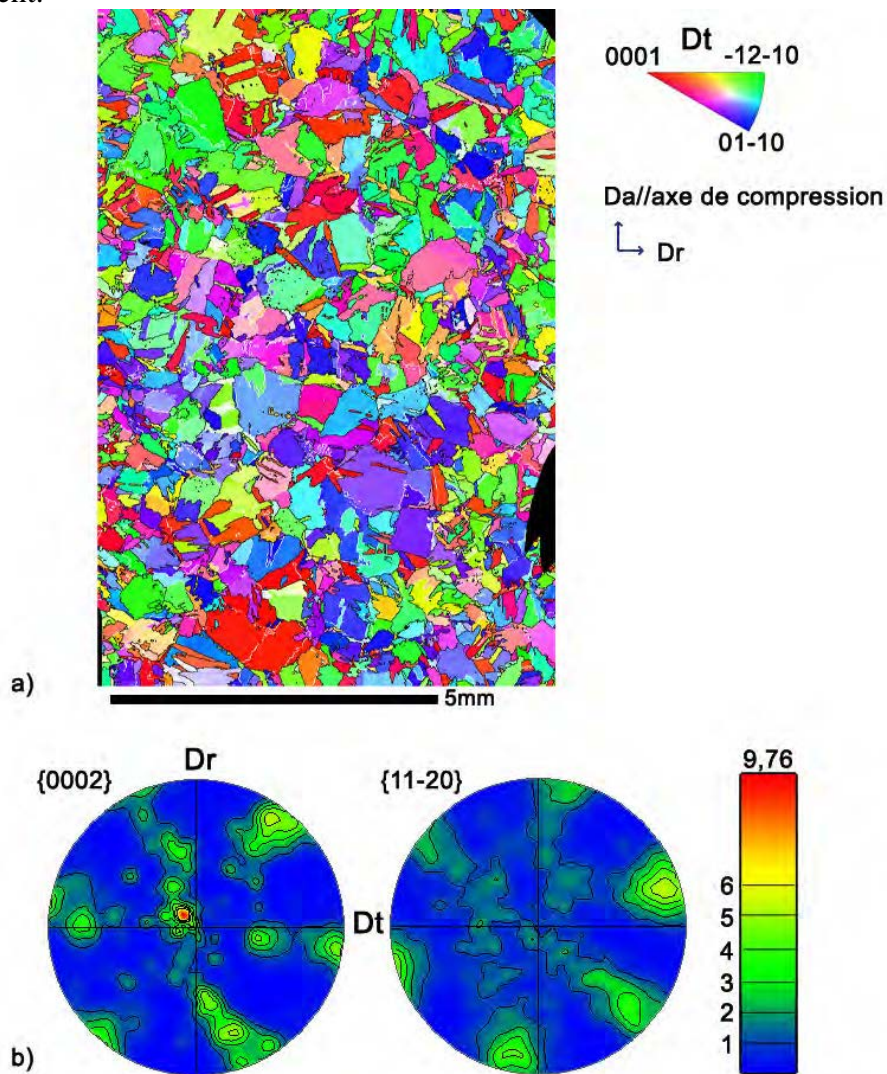


Figure 2: Microstructure héritée du traitement thermique dans le domaine  $\beta$  - échantillon TT1



La cartographie d'orientations de la section longitudinale (Da-Dr) d'une éprouvette est présentée figure 3a, avec le code de couleur du triangle standard relatif à Dt. Les joints de désorientations angulaires inférieures et supérieures à  $15^\circ$  sont marqués en noir et en blanc respectivement.



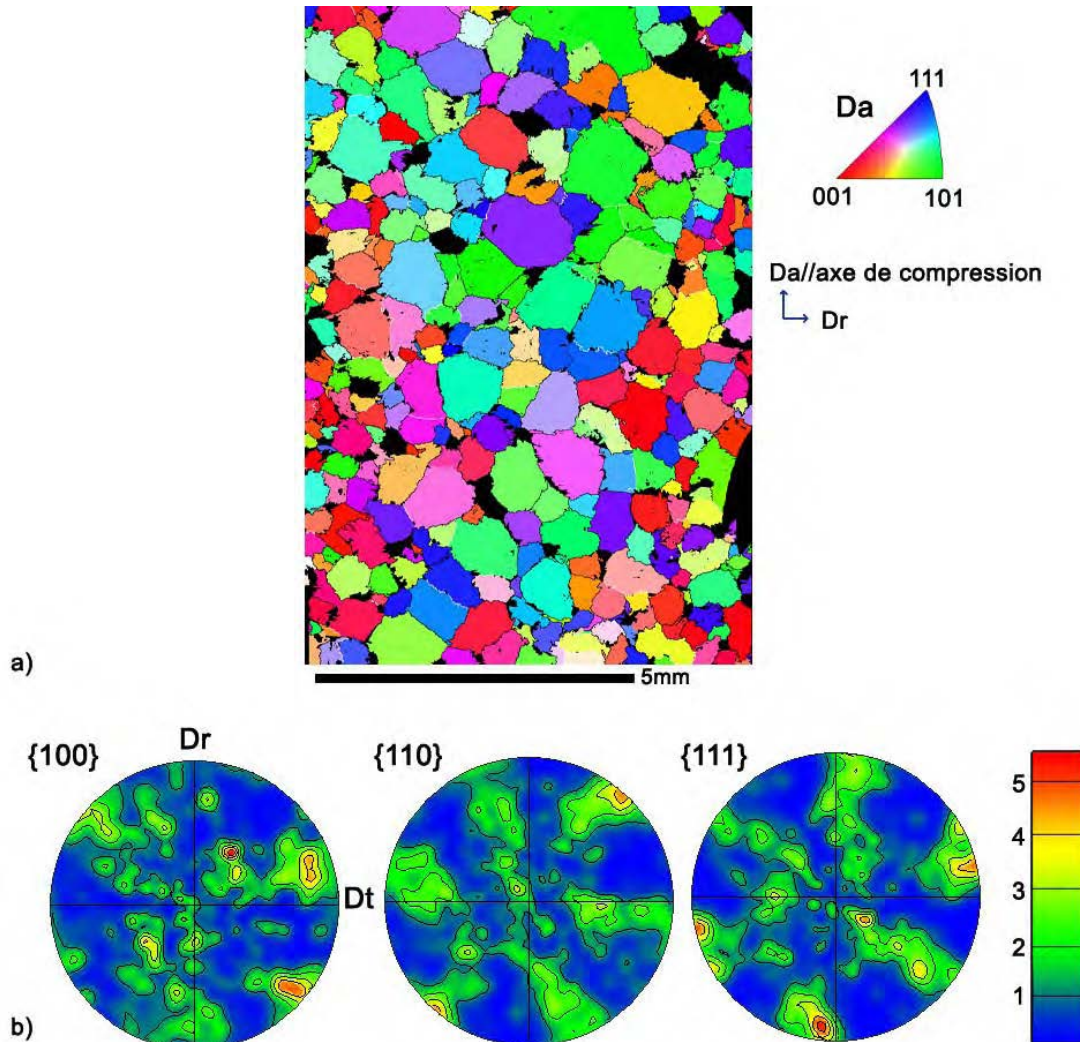
**Figure 3: a) Cartographie d'orientations de la phase  $\alpha$  héritée du traitement thermique en  $\beta$   
b) Figures de pôles correspondantes**

La texture  $\alpha$  (fig. 3b) présente les mêmes composantes que celles de la billette, avant traitement thermique. On y reconnaît notamment les 3 pôles  $\{00.2\}$  pointant vers des directions radiales et le pôle  $\{00.2\}$  pointant vers  $Da$ . On note cependant qu'après le traitement thermique en  $\beta$ , le pôle  $\{00.2\}$  parallèle à  $Da$  devient le pôle de plus forte intensité. La double transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  ne fait donc pas apparaître de nouvelles composantes de texture.

Dans la plupart des ex-grains  $\beta$ , plusieurs colonies  $\alpha$  d'orientations différentes sont présentes. Deux ou trois colonies sont souvent significativement plus grosses que les autres. Il est important de noter que cette microtexture  $\alpha$  est relativement homogène et ne comporte pas localement de régions étendues regroupant des colonies voisines d'orientations proches. Cet état métallurgique est donc adapté pour étudier le développement de macrozones lors de la déformation en  $\alpha\beta$ .

### VI.1.1.3. Microtexture de la phase parente $\beta$

La cartographie d'orientations de la phase parente  $\beta$ , calculée à partir de la cartographie  $\alpha$  (fig. 3a), est présentée sur la figure 4a, avec le code de couleur du triangle standard relatif à Da. Les joints  $\beta\beta$  de désorientations angulaires inférieures et supérieures à  $15^\circ$  sont marqués en noir et en blanc respectivement.



**Figure 4: Microtexture  $\beta$  se formant lors du traitement thermique en  $\beta$**   
**(a) cartographie d'orientations  $\beta$**   
**(b) figures de pôles correspondantes**

La texture  $\beta$  avant déformation (fig. 4b) est évaluée à partir des 250 grains  $\beta$ , visibles dans la section longitudinale de l'échantillon. Même si le nombre de grains étudiés est faible, on reconnaît les composantes de texture  $\beta$  de la billette (voir chap.IV, fig. 22). Cette constatation montre la forte hérédité de la texture  $\beta$  lors d'un cycle  $\beta \rightarrow (\alpha + \beta_{\text{résiduel}}) \rightarrow \beta$ .

On reconnaît des ex-grains  $\beta$  avant déformation (fig. 4a), équiaxes avec un diamètre équivalent moyen d'environ 1mm. La distribution des orientations  $\beta$  est relativement homogène. Il est important de rappeler qu'un état initial brut de solidification, pourrait conduire à une microtexture  $\beta$  différente, avant déformation, pouvant contenir un nombre plus important d'agglomérats de grains  $\beta$  ayant en commun la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  [Glavicic-03c].

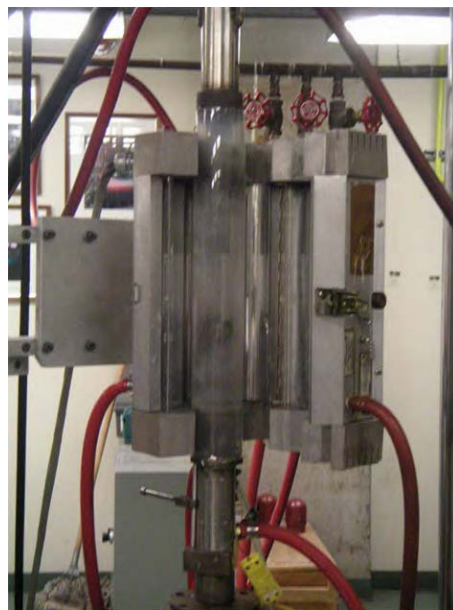
## **VI.1.2. Essais de compression**

### **VI.1.2.1. Protocole expérimental**

L'ensemble de la campagne d'essais de compression a été effectué au département Mining, Metals and Materials Engineering de l'Université de Mc Gill et au Centre des Technologies de Fabrication en Aérospatiale – CNRC – Montréal, Canada. Les éprouvettes de compression sont cylindriques, de hauteur 11,4 mm et de diamètre 7,6 mm. Elles ont été découpées dans la billette par électroérosion de sorte que l'axe de compression soit parallèle à Da. Les essais ont été réalisés sous balayage d'argon sur une machine MTS-810 contrôlée par ordinateur qui enregistre pour chaque essai, la température, le déplacement et la force (fig. 5). Le chauffage est assuré par un four à tubes radiants pouvant atteindre des températures proches de 1200°C. Le lubrifiant employé est le Delataglaze<sup>1</sup> et des feuilles de mica placées entre l'éprouvette et la machine évitent un collage de l'échantillon après compression [Wanjara-05]. La déformation se calcule avec la relation :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) \quad (1)$$

où  $l$  et  $l_0$ , représente la longueur finale et initiale de l'échantillon respectivement.



**Figure 5: Machine MTS-810, utilisée pour les essais de compression**

### **VI.1.2.2. Les essais de compression dans le domaine $\beta$**

Les compressions isothermes dans le domaine  $\beta$  doivent permettre de suivre le développement de la texture/microtexture  $\beta$  lors des premières étapes du procédé d'élaboration de la billette. Les différents essais de compression ont été effectués avec une vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}=1s^{-1}$  jusqu'à atteindre une déformation  $\varepsilon=-1$  (figure 6), ce qui correspond à une dimension finale égale à  $0,37 l_0$ .

<sup>1</sup> Delataglaze : lubrifiant couramment utilisé pour la forge à haute température.

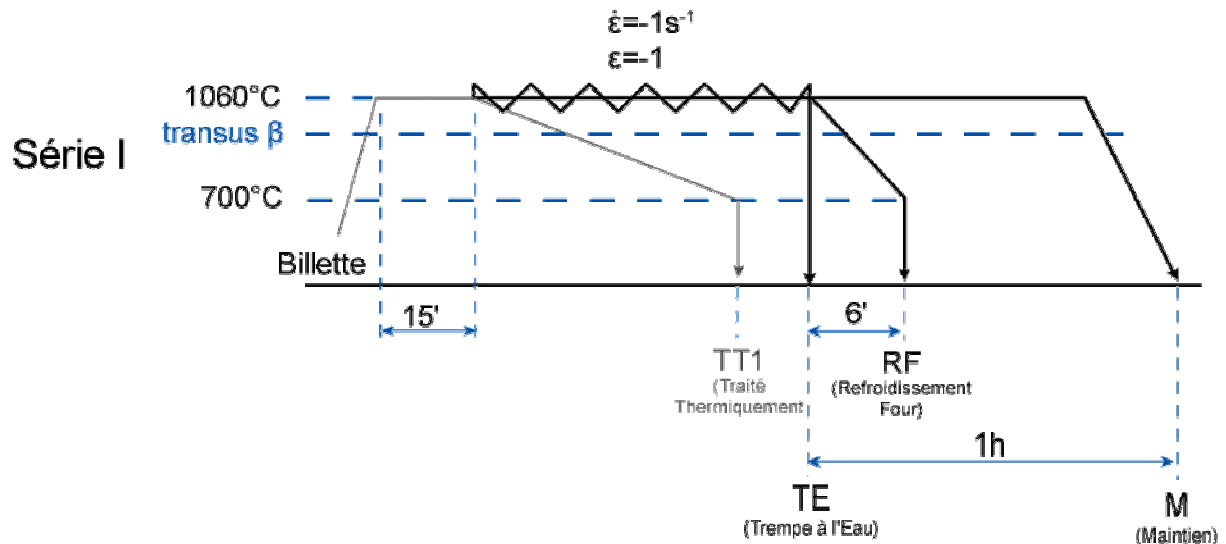


Figure 6 : Campagne d'essais de compression dans le domaine  $\beta$

La vitesse de déformation a été choisie pour se rapprocher des vitesses élevées, utilisées dans des conditions industrielles. D'autres essais ont été réalisés par notre partenaire canadien, en marge de ce travail, avec différentes vitesses de déformation. On peut rappeler que les éprouvettes sont chauffées à 1060°C dans le domaine  $\beta$  et maintenues pendant 15 min avant déformation. A ce stade, la microtexture  $\beta$  correspond donc à celle décrite figure 4. Après déformation, différents refroidissements ont été effectués :

- une trempe à l'eau pour caractériser la microtexture  $\beta$  directement après déformation (TE pour Trempe à l'Eau).
- un refroidissement au four (1°C/s) pour se rapprocher des conditions industrielles où la fabrication de grosses pièces, impose une vitesse de refroidissement plus lente (RF pour Refroidissement au Four).
- un refroidissement précédé d'un maintien pour étudier d'éventuels mécanismes de recristallisation statique (M pour Maintien).

Une courbe 'contrainte-déformation' caractéristique des compressions en  $\beta$ , est présentée sur la figure 7. Elle présente un pic suivi d'un adoucissement qui pourrait indiquer un mécanisme de restauration dynamique, discuté plus en détail dans la section suivante.

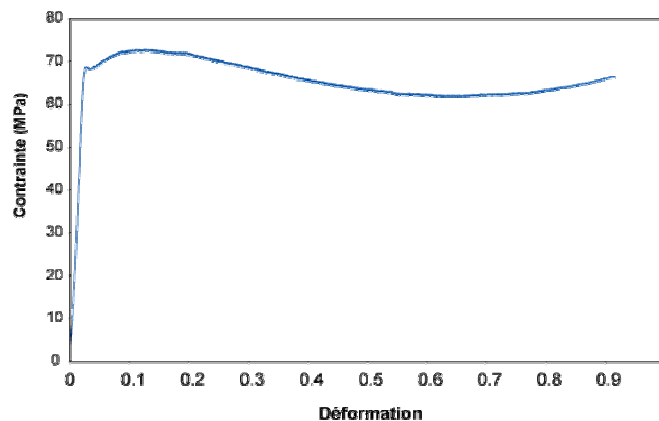


Figure 7 : Courbe 'contrainte-déformation' d'un essai de compression  $\dot{\epsilon} = 1\text{s}^{-1}$ ,  $T=1060^\circ\text{C}$



### VI.1.2.3. Les essais de compression dans le domaine $\alpha_p/\beta$

Ces essais permettent de suivre et d'analyser le développement des textures locales  $\alpha_p$  et  $\beta$  qui conduisent à la formation d'une microstructure bimodale lors des étapes de forge de la billette dans le domaine biphasé. La fraction volumique de grains  $\alpha_p$  dans la microstructure finale est liée à la température de déformation. Ainsi, pour obtenir 30% de grains  $\alpha_p$  comme dans la billette, les compressions ont été réalisées à la température de 1000°C. La vitesse de déformation a été fixée à  $-1s^{-1}$  comme pour les essais de compression en  $\beta$ . Différentes valeurs de  $\epsilon$  ont été atteintes. Les essais, effectués en partant de l'état initial (caractérisé au §VI.1.1.2), sont schématisés figure 8 et comprennent :

- un traitement thermique à 1000°C (TT2),
- des compressions avec différents taux de déformation (D),
- des compressions suivi de maintiens après déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$  (M).

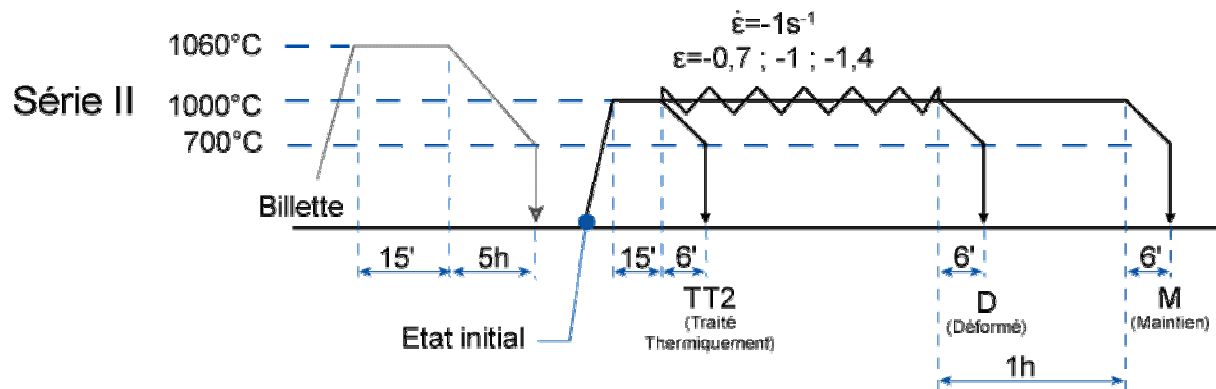


Figure 8: Campagne d'essais dans le domaine  $\alpha/\beta$

Des vitesses de refroidissement de  $1^\circ\text{C}/\text{s}$  ont été utilisées. Une courbe 'contrainte-déformation' représentative des déformations dans le domaine  $\alpha/\beta$  est présentée sur la figure 9. Elle présente un fort adoucissement suivi d'un état stationnaire, spécifique à la déformation d'une microstructure lamellaire dans le domaine  $\alpha/\beta$  [Semiatin-99].

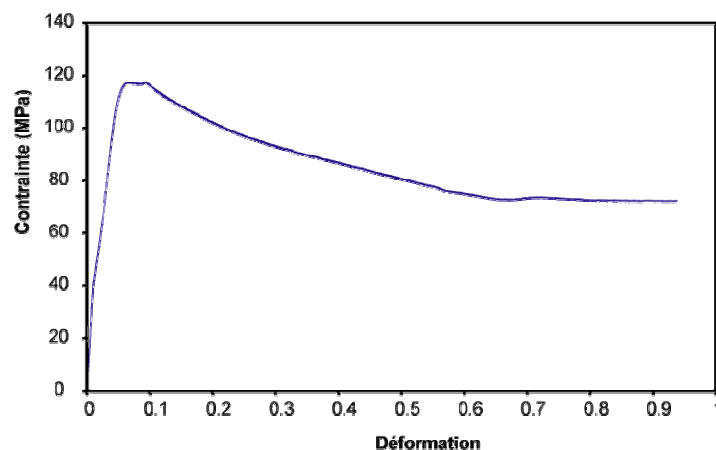


Figure 9 : Courbe 'contrainte-déformation' d'un essai de compression en  $\alpha/\beta$   $\dot{\epsilon} = 1s^{-1}$ ,  $T=1000^\circ\text{C}$

Ces essais ont été relativement difficiles à mettre en œuvre car le comportement anisotrope de la phase hexagonale conduit parfois à la localisation de la déformation dans une bande de cisaillement. Malgré toutes les précautions prises pour limiter le frottement, ce cisaillement n'a parfois pas pu être évité.



## VI.2. Evolution de la microtexture $\beta$ lors de traitements thermomécaniques dans le domaine $\beta$

On peut rappeler que l'évolution de la microstructure et de la texture de la phase  $\beta$  ne peut être observée qu'indirectement, à partir des microstructures et textures  $\alpha$  héritées à température ambiante. Il est en effet impossible de figer, même par trempe, l'état métallurgique de la phase  $\beta$  à température ambiante, pour une observation directe.

La microtexture avant déformation a été décrite au §VI.1.1.3. On reconnaît des grains  $\beta$  équiaxes d'environ 1mm de taille moyenne (fig. 4). Leurs orientations sont plus ou moins centrées sur les composantes de texture  $\beta$ , déjà observées au sein de la billette. A ce stade, le matériau ne présente pas de fortes hétérogénéités de texture  $\beta$ .

### VI.2.1. Microtexture $\beta$ reconstituée juste après déformation

L'échantillon TE (Trempe à l'Eau – fig. 6) nous donne des informations concernant l'état métallurgique de la phase  $\beta$ , directement après déformation. A température ambiante, la microstructure consiste en un enchevêtrement de fines aiguilles de phase  $\alpha'$  indiquant qu'un régime martensitique a pris place lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  (fig. 10). Les liserés de phase  $\alpha'_{GB}$  (fig. 10) montrent que les ex-grains  $\beta$  sont aplatis perpendiculairement à l'axe de compression. Ils présentent par endroits des joints dentelés. De petits ex-grains  $\beta$  sont localisés aux ex-joints de grains  $\beta/\beta$ . Des essais complémentaires de compression en  $\beta$ , menés parallèlement à notre étude [Wanjara-05] montrent que ces petits grains ne sont visibles que pour des vitesses de déformation élevées. Ils peuvent indiquer l'initiation d'un mécanisme de recristallisation dynamique de la phase  $\beta$ .

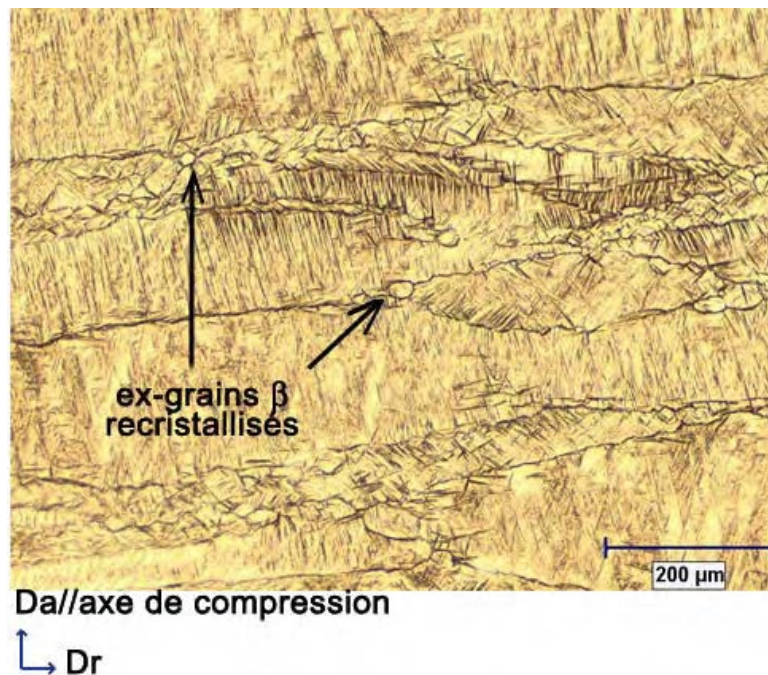
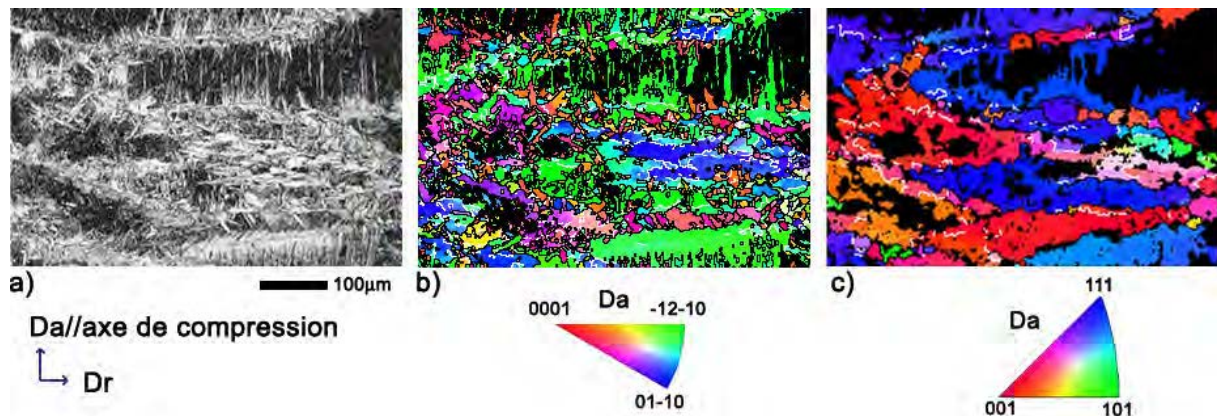


Figure 10: Microstructure héritée d'une compression en  $\beta$  suivi d'une trempe – échantillon TE

L'analyse EBSD de l'échantillon TE est relativement compliquée. En effet, les clichés de Kikuchi obtenus sur la structure martensitique  $\alpha'$  sont très diffus et donc difficiles à indexer. Le taux d'indexation moyen des cartes EBSD n'excède pas 50%. Un exemple d'analyse réalisée au cœur de l'échantillon avec un pas de  $2\mu\text{m}$ , est donnée figure 11 (11a : la carte en indice de qualité de clichés de Kikuchi ; 11b : la cartographie d'orientations de la phase  $\alpha$  ; 11c : la cartographie d'orientations recalculée de la phase  $\beta$ ). Les pixels des figures 11b et 11c sont colorés en fonction de la projection de l'axe de compression dans le repère du cristal selon le code de couleur indiqué dans le triangle standard. Les désorientations angulaires respectivement inférieures et supérieures à  $15^\circ$  sont révélées par des lignes blanches et noires.



**Figure 11: Analyse EBSD – échantillon TE**

a) Carte des indices de qualité des clichés de Kikuchi,

b) Cartographie d'orientations de la phase  $\alpha$ ,

c) Cartographie d'orientations de la phase  $\beta$  recalculée automatiquement

Sur la carte  $\beta$  recalculée (fig. 11c), on reconnaît des volumes d'orientations proches qui correspondent aux grains  $\beta$  fortement aplatis par la compression. Ces grains  $\beta$  fortement déformés ont principalement une direction  $\langle 111 \rangle$  ou  $\langle 100 \rangle$  parallèle à l'axe de compression (Da). Par ailleurs, les orientations des aiguilles  $\alpha'$  sont fortement dispersées au sein de ces ex-grains  $\beta$ . Cette dispersion peut être la conséquence de la formation de sous-joints dans les grains  $\beta$  déformés. Ceci est montré par la présence de joints de faibles désorientations (indiqués en blanc fig. 11c) dans les grains  $\beta$  recalculés. Il faut noter que le calcul des orientations des grains  $\beta$  avec une tolérance de  $3^\circ$  rend relativement délicate l'étude des sous-joints. La présence de ces sous-joints pourrait être la conséquence d'un mécanisme de restauration dynamique.

Les petits ex-grains  $\beta$  visibles aux ex-joints de grains  $\beta/\beta$  sur la microstructure de la figure 10 ne peuvent être clairement identifiés sur la figure 11c. Une nouvelle série de cartes EBSD a été acquise aux environs des ex-joints  $\beta/\beta$ , avec un pas de  $0,2\mu\text{m}$ , pour déterminer avec précision l'orientation de ces grains  $\beta$  recristallisés. La figure 12 présente la cartographie des phases  $\alpha$  (fig. 12a) et  $\beta$  (fig. 12b) et les projections stéréographiques des orientations  $\beta$  (fig. 12c). Les grains  $\beta$  déformés (n°1, 2, 5), ont comme dans l'exemple précédent, les pôles  $\langle 111 \rangle$  ou  $\langle 100 \rangle // \text{Da}$ . Les petits grains  $\beta$  (n°3, 4) visibles au centre de la carte, sont souvent désorientés de plus de  $15^\circ$  par rapport aux grains  $\beta$  déformés voisins mais ont aussi des orientations appartenant à la fibre  $\langle 100 \rangle // \text{Da}$  ou  $\langle 111 \rangle // \text{Da}$ .

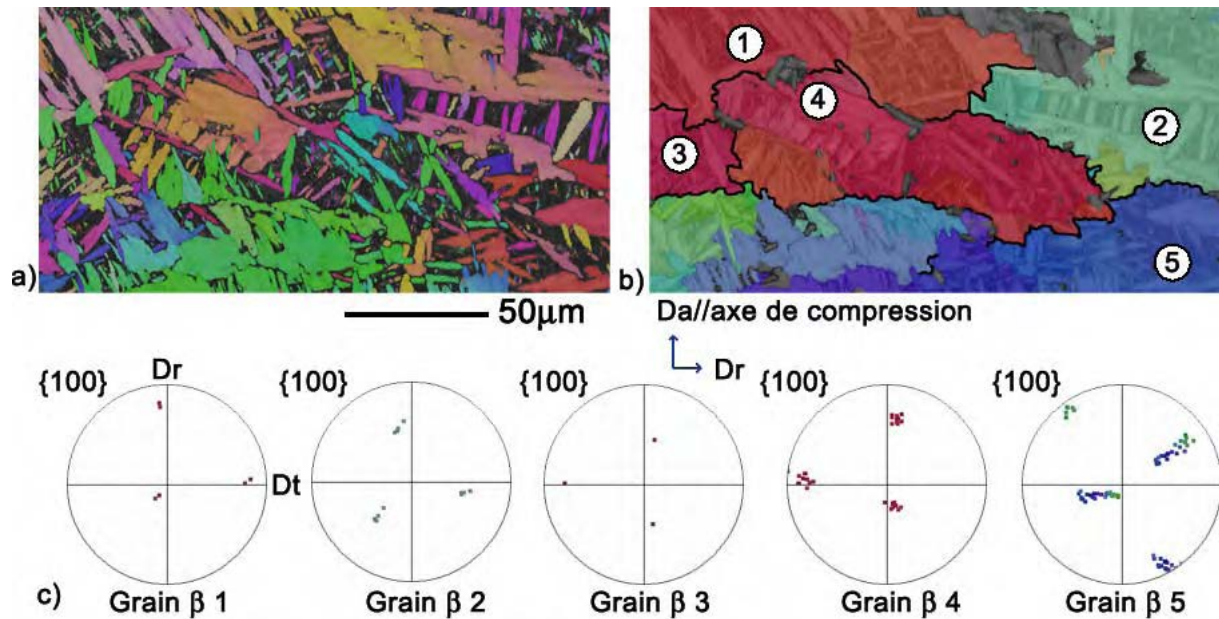


Figure 12: Carte EBSD centrée sur un ex-grain  $\beta$  recristallisé dans une matrice  $\beta$  déformée et transformée en  $\alpha$

- a) Cartographie d'orientations de la phase  $\alpha$ ,  
 b) Cartographie d'orientations de la phase  $\beta$  recalculée automatiquement,  
 c) Projections stéréographiques des différents grains  $\beta$

### VI.2.2. Effet d'un maintien en température après déformation

Le refroidissement imposé à l'échantillon RF (Refroidit au Four) fait que ce dernier reste un court instant dans le domaine  $\beta$  avant de passer le transus  $\beta$ . Cet échantillon va donc nous renseigner sur l'effet des mécanismes statiques (restauration/recristallisation) qui sont actifs directement après déformation.

La microstructure obtenue à température ambiante est de type de Widmanstätten, caractérisée par de très grosses colonies  $\alpha$  (échantillon RF, fig. 13). La précipitation  $\alpha_{GB}$  met en évidence des ex-grains  $\beta$  plutôt équiaxes, d'environ 600 $\mu\text{m}$  de taille moyenne. Cette différence de morphologie des ex-grains  $\beta$  entre l'échantillon TE (fig. 10) et RF, montre que des mécanismes de restauration/recristallisation statique de la phase  $\beta$  ont modifié la microstructure de l'échantillon, avant le passage du transus  $\beta$ .

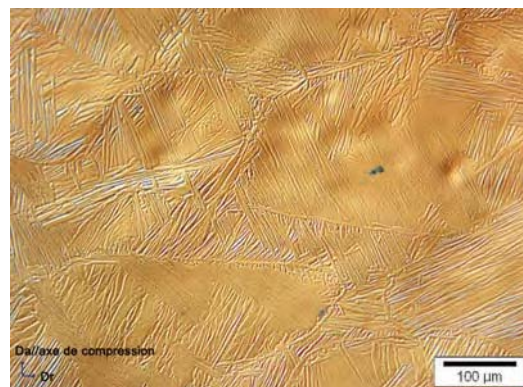


Figure 13: Microstructure après déformation dans le domaine  $\beta$  suivi d'un refroidissement lent – Echantillon RF



La cartographie d'une section longitudinale de l'échantillon RF, acquise avec un pas de  $8\mu\text{m}$  est présentée sur la figure 14 (14a et b : Les cartographies des phases  $\alpha$  et  $\beta$  ; 14c et d : les figures de pôles caractéristiques correspondantes). Le code de couleur est le même que pour la figure précédente. Les désorientations angulaires inférieures (respectivement supérieures) à  $15^\circ$  sont révélées par des lignes blanches (respectivement noires).

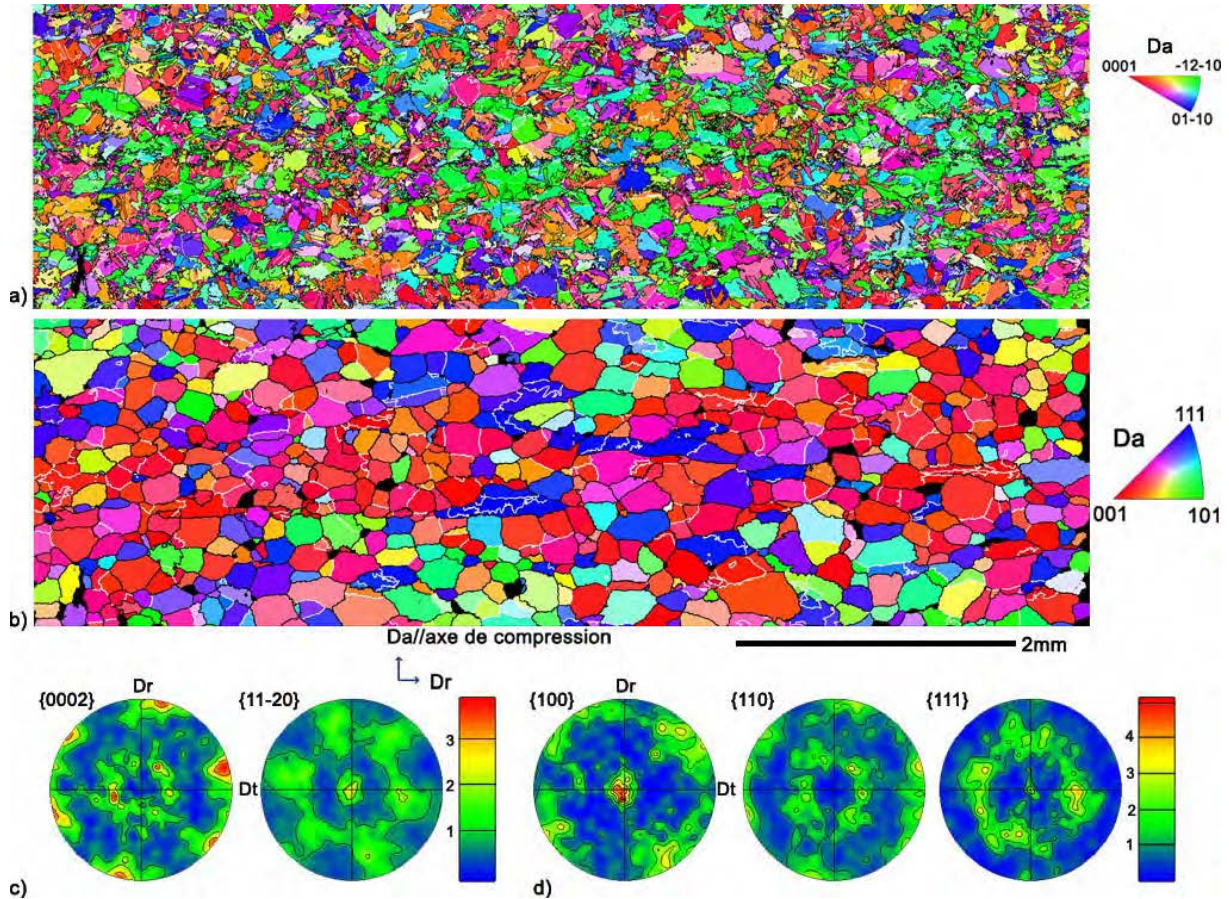


Figure 14 : Microtexture de l'échantillon RF déformé dans le domaine  $\beta$  et refroidi au four

- a) Cartographie d'orientations de la phase  $\alpha$ ,
- b) Cartographie d'orientations de la phase  $\beta$  recalculée automatiquement
- c) Figures de pôle de la phase  $\alpha$ ,
- d) Figures de pôle de la phase  $\beta$

La microstructure en  $\beta$  (fig. 14b) est plus ou moins équiaxe. Par endroit, on reconnaît des grains  $\beta$  légèrement allongés perpendiculairement à l'axe de compression, contenant des joints de faibles désorientations. A nouveau, les grains ont majoritairement des orientations proches ou appartenant à l'une des deux fibres  $\langle 111 \rangle // Da$  et  $\langle 100 \rangle // Da$  (fig. 14d). On peut également noter la présence d'agglomérats de grains  $\beta$  (fig. 14b) (rouges par exemple), appartenant à la même fibre.

La microstructure (non représentée) de l'échantillon M, maintenu une heure à  $1060^\circ\text{C}$  après déformation, laisse apparaître des ex-grains  $\beta$  équiaxes de plusieurs millimètres de diamètre. Cet état est à l'opposé des attentes industrielles, dont l'objectif est d'affiner la microstructure  $\beta$ . Par conséquent, il ne sera pas analysé plus en détail. Il est toutefois intéressant de noter que

le grossissement des grains dans le domaine  $\beta$  est très rapide, comme souvent reporté dans le cas des alliages de titane.

### **VI.2.3. Discussion: évolution de la microtexture $\beta$ lors de la forge en $\beta$**

#### Microstructure

Pour des vitesses de déformation élevées de  $\dot{\epsilon} = 1\text{s}^{-1}$ , la microstructure directement après déformation, présente des grains  $\beta$  fortement déformés. La dispersion des orientations  $\alpha_s$  héritées au sein de ces grains peut être la conséquence de la formation de sous-joints par restauration dynamique des grains  $\beta$  déformés. Cela est d'ailleurs cohérent avec l'allure de la courbe 'contrainte déformation'. Après une déformation de  $\epsilon=1$ , on note aussi l'apparition de petits grains recristallisés aux joints  $\beta/\beta$  dentelés. Leur formation est typique d'une recristallisation dynamique en collier (voir chap.II §2.1.2). Les travaux de Ding et al. ont constaté l'existence d'une recristallisation dynamique dans un alliage Ti-6Al-4V dans des conditions similaires de déformation [Ding-02]. Par ailleurs, la coexistence des deux mécanismes 'restauration-recristallisation' a souvent été observée lors de la déformation à chaud de la phase  $\beta$  [Chaze-94]. Un court maintien de l'échantillon à des températures supérieures à la température de transformation de phase, conduit à une microstructure  $\beta$  pratiquement équiaxe, résultant probablement d'un équilibre entre restauration et recristallisation statique.

Ces observations sont conformes aux résultats obtenus par d'autres auteurs sur des alliages de titane  $\beta$  métastables, après observation directe de la microstructure  $\beta$  trempée [Chaussy-94, Come-91, Chaze-94].

#### Texture :

Concernant les évolutions de texture  $\beta$ , on note des modifications importantes avant et après déformation. Lors de la compression, les grains  $\beta$  initialement orientés suivant les 3 composantes de texture  $\beta$  mises en évidence dans la billette (fig. 4b), s'orientent principalement autour des fibres  $\langle 100 \rangle // Da$  et  $\langle 111 \rangle // Da$  (fig. 14d), comme le montrent les grains  $\beta$  rouges et bleus sur la figure 11c. L'intensité relative de chacune des fibres ne peut pas être discutée à partir de nos résultats, du fait du nombre relativement faible d'orientations  $\beta$  recalculées. Le développement de cette texture de fibre est en accord avec d'autres travaux déjà réalisés sur les alliages de titane  $\beta$  métastables tels que le  $\beta$ cez [Chaussy-94] et le Ti-17 [Delfosse-05].

L'évolution de la texture  $\beta$  lors de la compression uniaxiale, a été modélisée à l'aide d'un modèle de Taylor [Toth-93], en partant de la texture  $\beta$  de la billette (fig. 22 chap. IV). Ces simulations permettent de reproduire l'évolution de texture observée, c'est à dire le développement des fibres  $\langle 100 \rangle // Da$  et  $\langle 111 \rangle // Da$ . Les meilleures simulations ont été obtenues en activant les systèmes de glissement  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$  en relâchant les composantes  $\epsilon_{13}$  et  $\epsilon_{23}$  (modèle « pancake »). On peut également mentionner que l'activation du système  $\{112\}\langle 111 \rangle$  est nécessaire pour développer la fibre  $\langle 111 \rangle // Da$ . L'évolution de chacune des trois composantes  $\beta$  initiales (fig. 22 chap. IV), vers l'une ou l'autre des fibres restent difficiles à discuter. Chaque orientation appartenant à l'une ou l'autre des composantes principales peut développer les deux fibres, en fonction de sa désorientation par rapport à l'orientation principale stricte de départ et des paramètres de la simulation (scissions critiques



et relâchement ou non des contraintes). Il n'est donc pas possible de remonter à l'orientation du grain  $\beta$  avant déformation, connaissant son orientation d'arrivée.

Delfosse en prenant en compte la plasticité cristalline dans un modèle par éléments finis observe également le développement des deux fibres et met en plus en évidence la formation d'agglomérats de grains appartenant à la même fibre [Delfosse-05].

Les grains équiaxes issues des mécanismes d'adoucissement dynamique ou statique développent les mêmes textures de fibre. Une fois de plus, l'évolution de l'intensité relative de chacune des fibres suite à l'adoucissement, ne peut pas être discutée à partir de nos données.

### Corrélation avec la formation de macrozones dans les pièces forgées

La microtexture  $\beta$  que nous obtenons après forge en  $\beta$  suivie d'un court maintien en température, est donnée figure 14b. On distingue un nombre limité de grains  $\beta$  voisins faiblement désorientés (voir les joints tracés en blanc). Ils sont souvent la trace d'un ex-grain  $\beta$  fortement aplati par la compression, dans lequel se forment des sous-joints de faibles désorientations. Par ailleurs, le développement d'une texture caractérisée par deux composantes de fibre, conduit à la formation d'agglomérats de grains  $\beta$  appartenant à la même fibre (ces ensembles de grains présentent souvent des désorientations supérieures à  $15^\circ$ ).

Il faut rappeler que dans ce travail, les déformations dans le domaine  $\beta$  ont été faites à partir d'échantillons ayant une microstructure et une texture locale  $\beta$  relativement homogène. Il est possible, qu'un échantillon ayant une microtexture  $\beta$  initiale de solidification, soit encore plus propice à développer une structure formée d'agglomérats de grains  $\beta$  de même orientation ou ayant des pôles  $\{100\}$  ou  $\{111\}$  cristallographiques proches et voisins de Da.

Dans tous les cas, suite aux étapes de forge en  $\beta$ , il est fort probable que les produits semi-finis d'IMI 834 présentent de gros ex-grains  $\beta$  plutôt équiaxes, transformés en colonies d'orientations différentes (voir fig. 14a-14c). Au chapitre précédent, nous avons constaté que des grains  $\beta$  adjacents pouvant former la même variante, favorisaient cette variante lors du refroidissement. Ce mécanisme pourrait conduire à la formation de domaines cristallographiques  $\alpha_s$  d'une taille supérieure ou égale à la taille des grains  $\beta$ . Mais il n'a pas été observé lors des essais de compression en  $\beta$  réalisés dans le cadre de cette étude.

Par conséquent, on peut supposer que les étapes de forge en  $\beta$  conduisent à un produit semi-fini de structure lamellaire, ne contenant pas de fortes hétérogénéités de texture  $\alpha$  (au regard de la taille des ex-grains  $\beta$  et des colonies  $\alpha$  héritées).

### VI.3. Evolution de la microtexture $\alpha_p/\beta$ lors de la compression dans le domaine $\alpha/\beta$

Dans l'industrie, les étapes de forge dans le domaine  $\alpha/\beta$  transforment la microstructure lamellaire issue du traitement thermomécanique dans le domaine  $\beta$  en une microstructure bimodale constituée de grains  $\alpha_p$  équiaxes et de colonies  $\alpha_s$ . Dans ce travail, les déformations dans le domaine  $\alpha/\beta$  vont permettre d'initier cette modification de microstructure et d'étudier en détail les évolutions de textures locales associées.

La campagne d'essais de déformation (fig. 8) a été effectuée à partir de l'état initial décrit au §VI.1.1.2. Il s'agit d'un état métallurgique hérité après traitement thermique en  $\beta$  et présentant des colonies de lamelles  $\alpha_s$  de 20 $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Une fraction faible de phase  $\beta$  résiduelle se localise entre ces lamelles.

#### VI.3.1. Microtexture $\alpha_p/\beta$ à 1000°C, avant déformation

L'échantillon TT2 permet de caractériser la structure  $\alpha/\beta$  avant compression à 1000°C (fig. 8). Sa microstructure se compose de lamelles  $\alpha$  de deux largeurs différentes (fig. 15). Les plus fines sont les lamelles  $\alpha_s$  secondaires (en gris foncé sur la fig. 15) et sont héritées de la transformation de la phase  $\beta$  lors du refroidissement depuis 1000°C. Les plus larges apparaissent en clair et mesurent environ 20 $\mu\text{m}$  de large. Elles correspondent aux lamelles déjà présentes dans l'état initial avant le traitement thermique à 1000°C (fig. 2) et non transformées en phase  $\beta$  lors de la montée en température. Parmi ces larges lamelles dites primaires, on distingue celles regroupées en colonies (notée  $\alpha_p$ ), des lamelles  $\alpha_{GB}$  (notées ici  $\alpha_{pGB}$ ) qui ont précipité aux joints des grains  $\beta\beta$ , lors du traitement en  $\beta$  (précédent le traitement à 1000°C). Ces lamelles  $\alpha_{pGB}$  (fig. 15) permettent de retrouver assez facilement le contour des ex-grains  $\beta$  présents lors du précédent traitement en  $\beta$ .

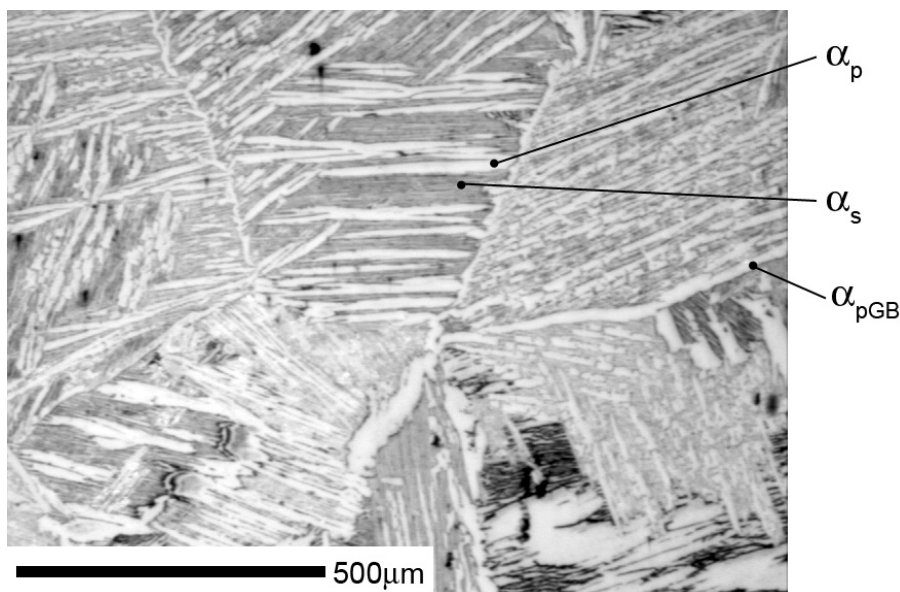


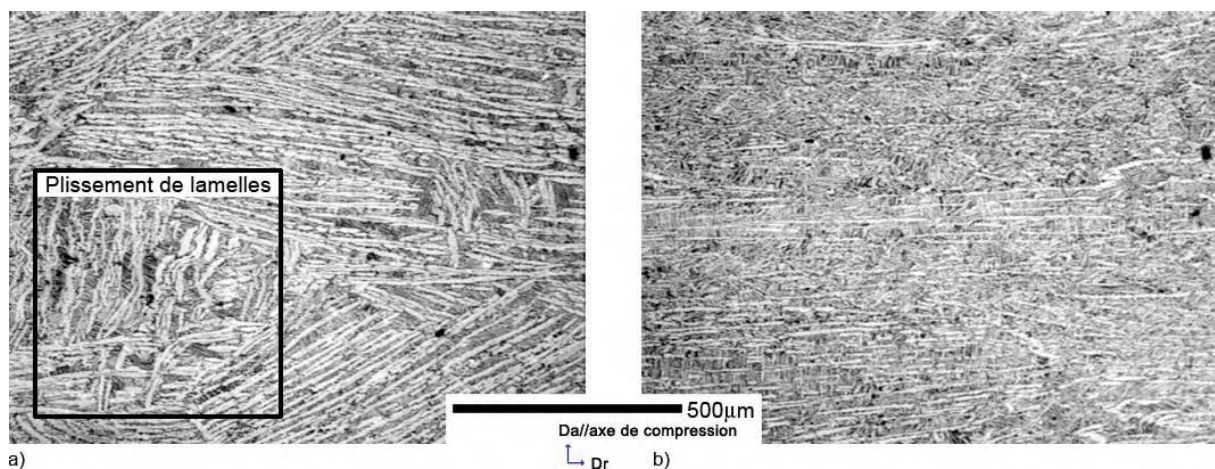
Figure 15 : Echantillon TT2 - Etat initial suivi d'un traitement thermique dans le domaine  $\alpha/\beta$

Entre les lamelles  $\alpha_p$  très espacées, sont intercalées les lamelles  $\alpha_s$  fruits de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . Cette observation peut être le résultat du scénario suivant. Lors de la montée en température à 1000°C, certaines lamelles  $\alpha_p$  se transforment en phase  $\beta$ , probablement par grossissement progressif de la phase  $\beta$  résiduelle localisée entre ces lamelles. Une cartographie EBSD a été réalisée sur l'échantillon TT2. Elle a été présentée au chapitre précédent (fig. 13 chap. V). Elle montre que les colonies de lamelles  $\alpha_s$  ont la même orientation que les lamelles  $\alpha_p$  voisines. Cela signifie que les deux types de lamelles peuvent effectivement être héritées d'une même orientation  $\beta$ , celle de la phase  $\beta$  résiduelle. D'après ces observations, on peut supposer que lors de la montée en température, la phase  $\beta$  a principalement grossi à partir de la phase  $\beta$  résiduelle présente entre les lamelles. D'autres travaux concernant les modifications de texture lors de la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  dans les alliages de titane  $\alpha/\beta$  appuient cette hypothèse [Gey-00, Vogel-04]. Il semble donc que, lors de la montée en température à 1000°C, les grains  $\beta$ , présents lors du traitement thermique précédent aient tendance à se reconstituer. Et pour les raisons développées plus haut, les lamelles  $\alpha_p$ , sont en relation de Burgers avec la phase  $\beta$  qui les entoure.

La texture de la phase  $\alpha_p$  avant déformation à 1000°C n'a pas de raison d'être très différente de la texture de la phase  $\alpha_p$  initiale à température ambiante (fig. 3b). Elle est caractérisée par des pôles  $\{00.2\}$  dans différentes directions radiales et dans la direction axiale (les pôles  $\{11.0\}$  sont dans d'autres directions radiales et à 30° de Da). De même, la texture  $\beta$  avant déformation à 1000°C est sans doute voisine de celle qui était présente à 1060°C avant refroidissement (fig.4b) ou plus exactement de celle de la texture  $\beta$  parente de la billette.

### VI.3.2. Influence de la déformation

La déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$  produit un alignement progressif des lamelles  $\alpha_p$  perpendiculairement à l'axe de compression. Pour les faibles déformations, ( $\epsilon = -0,7$  ou  $-1$ ), un plissement (kinking) de lamelles est parfois observé. Il concerne les lamelles alignées morphologiquement dans l'axe de compression (fig. 16a). Des analyses EBSD (non présentées ici) montrent aussi que ces lamelles déformées par plissement, ont leurs axes  $c$  parallèles à la direction de compression.

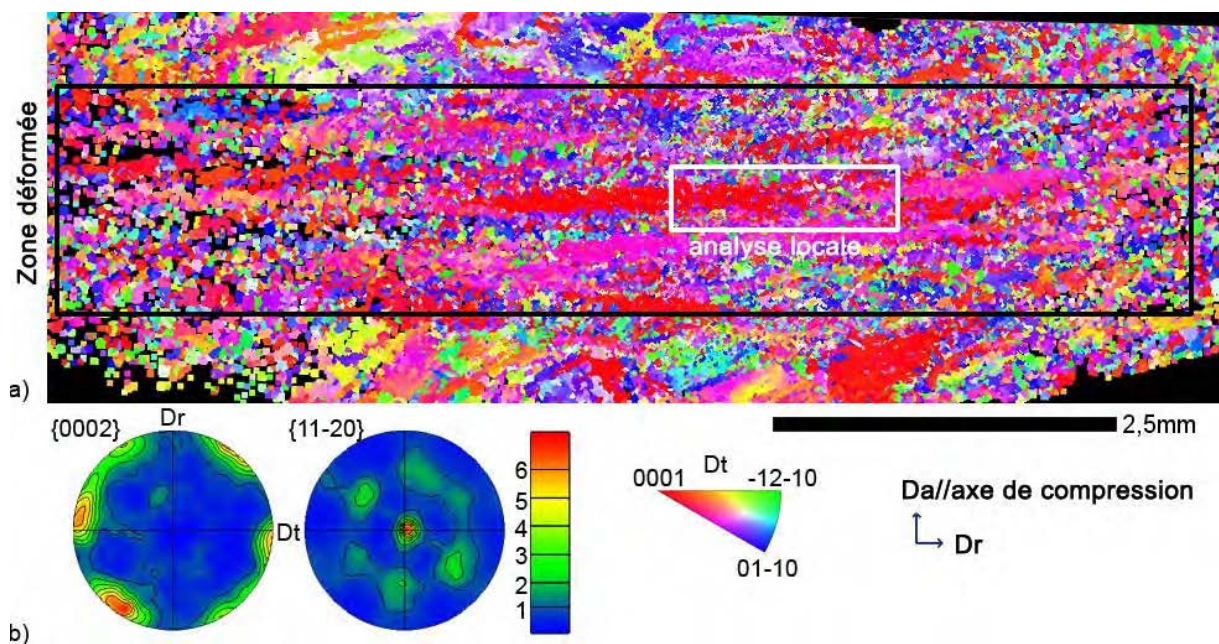


**Figure 16: Microstructure à différents taux de déformation.**  
a) Après une déformation  $\epsilon = -1$ , b) Après une déformation  $\epsilon = -1,4$ .



Pour des taux de déformation plus importants ( $\epsilon=-1,4$ ), toutes les lamelles sont alignées perpendiculairement à l'axe de compression (fig. 16b). Certaines commencent à former des globules par apparition de joints de faibles puis fortes désorientations (mécanisme de restauration dynamique). D'autres lamelles fragmentées résultent aussi du plissement apparu lors de la déformation.

La cartographie EBSD globale d'un échantillon déformé (échantillon D -  $\epsilon=-1,4$ ) est présentée sur la figure 17 (17a: Cartographie d'orientations, code de couleur du triangle standard relatif à Dt, 17b: Figures de pôles de la zone encadrée en noir, correspondant à la zone la plus déformée). La microtexture de l'échantillon comporte localement des régions de quelques millimètres de long où la texture locale est très marquée (fig. 17a). Ces domaines cristallographiques rappellent les macrozones observées au sein de la billette. Par ailleurs, la texture de la zone déformée met en évidence une forte modification de la texture  $\alpha$  avant déformation (fig. 3b) et après déformation en  $\alpha\beta$  (fig. 17b). Les lamelles  $\alpha_p$  déformées et les colonies  $\alpha_s$  héritées de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  pointent leurs axes  $c$  dans des directions radiales et un pôle  $\{11.0\}$  vers Da. Cette dernière composante n'existait pas avant déformation. Cette évolution est la conséquence d'une modification de texture des lamelles  $\alpha_p$  et de la phase  $\beta$  lors de la déformation à 1000°C.



**Figure 17: Microtexture d'un échantillon déformé de -1,4 - échantillon D**  
a) Cartographie d'orientations  $\alpha$ , b) Figures de pôles de la zone déformée.

#### Analyse EBSD complémentaire

Pour comprendre le développement de cette texture  $\alpha_p$  en relation avec la microstructure  $\alpha_p/\beta$ , une nouvelle cartographie EBSD a été acquise, avec une résolution plus importante, dans la zone encadrée en blanc de la figure 17a. La microstructure BSE a été acquise simultanément pour permettre d'identifier les orientations des lamelles  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$ . La figure 18 présente respectivement la microstructure BSE (18a) et la cartographie d'orientations des phases  $\alpha_p$  (18b),  $\alpha_s$  (18c) avec les figures de pôles associées (18d et 18e). Sur les cartographies, les joints de faibles désorientations ( $<15^\circ$ ) sont tracés en blanc (les autres en noir).



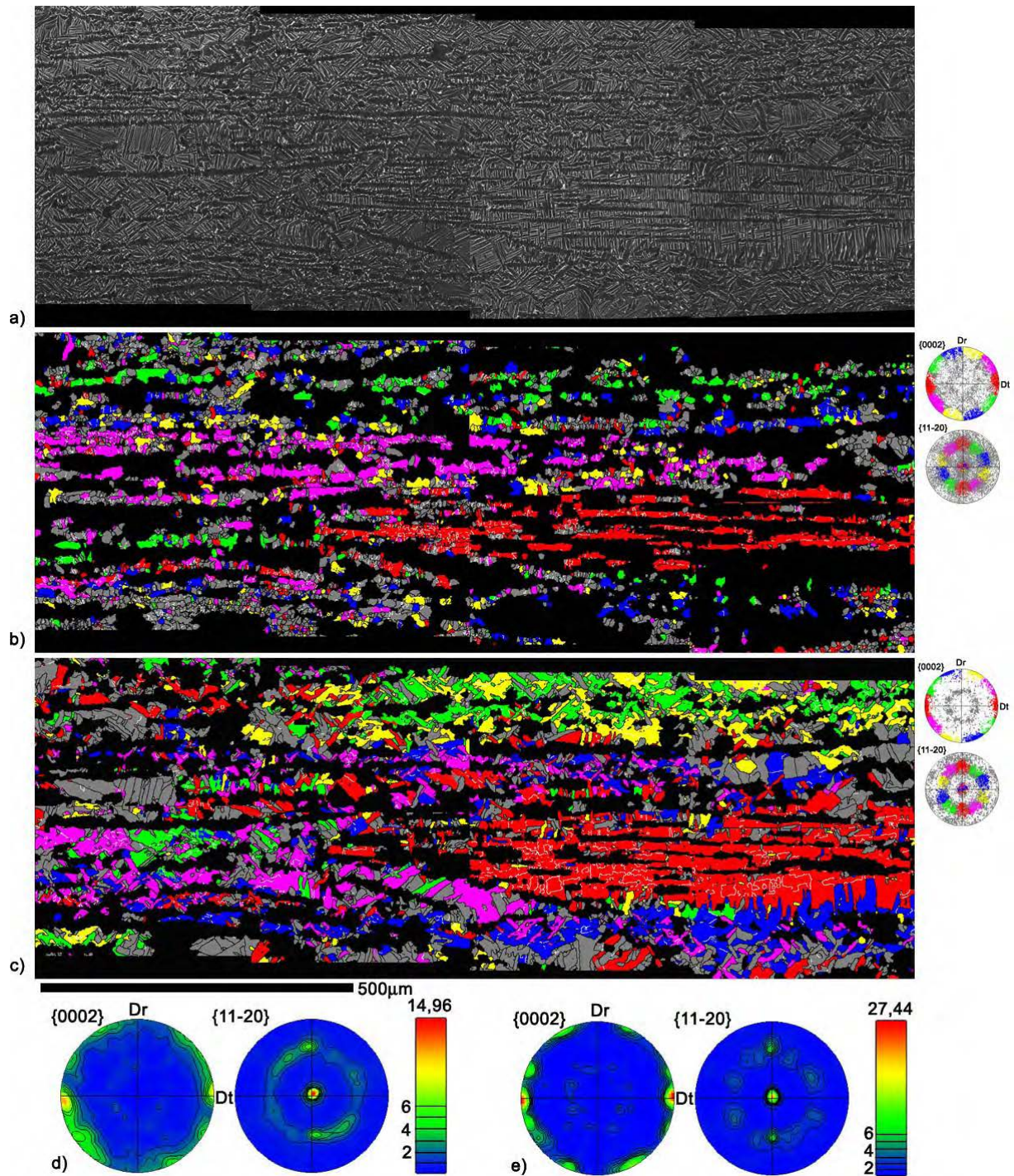


Figure 18: Microtexture d'un échantillon déformé de  $\epsilon=-1,4$  à  $1000^{\circ}\text{C}$  - échantillon D

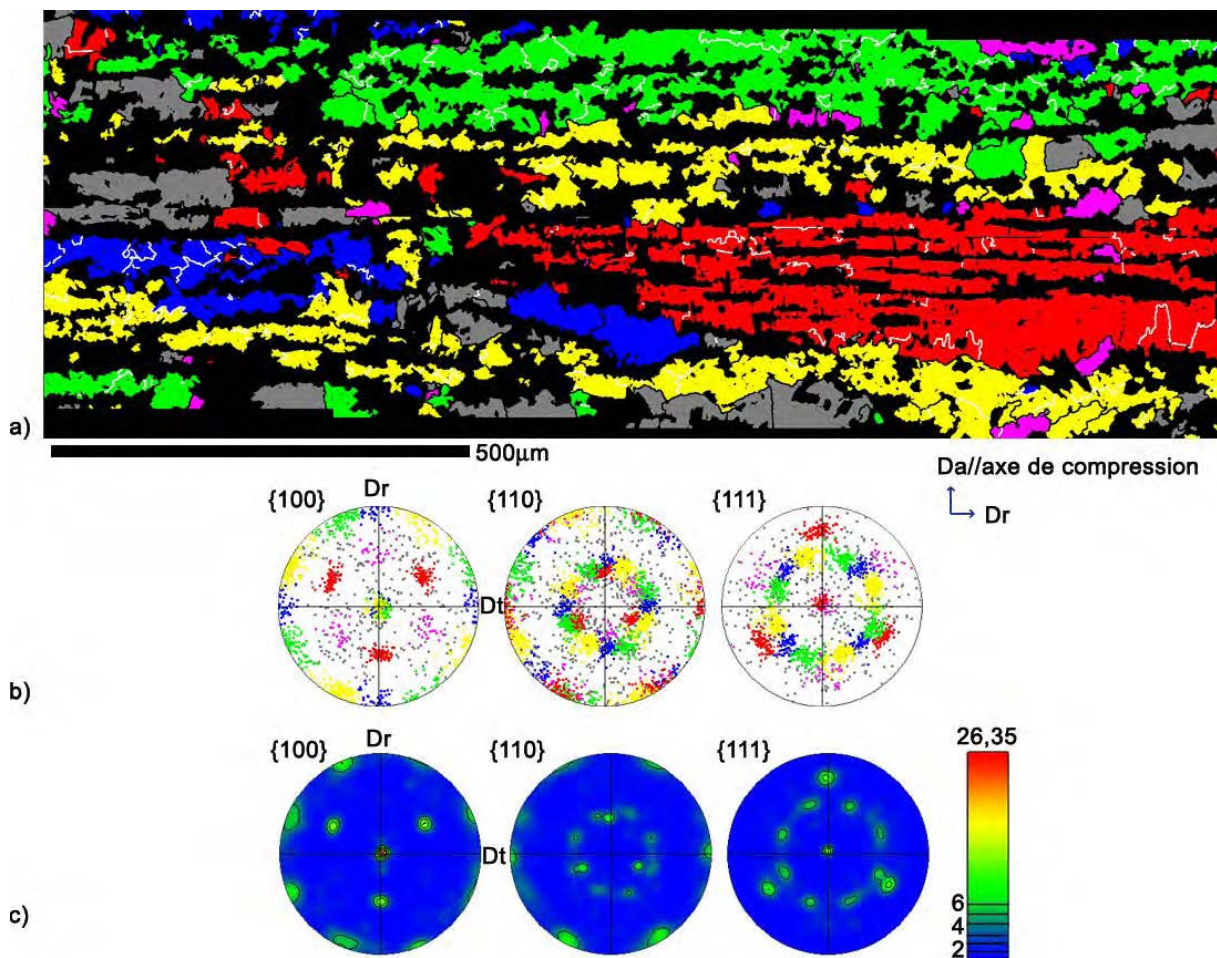
- a) Microstructure BSE,
- b) Microtexture de la phase  $\alpha_p$ ,
- c) Microtexture de la phase  $\alpha_s$ ,
- d) Texture de la phase  $\alpha_p$ ,
- e) Texture de la phase  $\alpha_s$ .

Les figures de pôles (18d et 18e) permettent de vérifier que les textures des phases  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$  sont très marquées dans la zone déformée. Pour les deux textures, la même composante de texture majoritaire se dégage. Elle est caractérisée par un pôle  $\{00.2\}$  orienté suivant Dt et un pôle  $\{11.0\}$  suivant Da. Les lamelles  $\alpha_s$  et  $\alpha_p$  orientées suivant cette composante sont représentées en rouge sur les cartographies d'orientations (18b et 18c) et sont localisées dans



la même zone de la carte. Cette coïncidence entre les orientations  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$  est une des caractéristiques des macrozones observées dans la billette. Elle est également observée dans d'autres zones de la carte EBSD de la figure 18 mais de façon moins prononcée (voir les zones dans lesquelles les lamelles  $\alpha_p$  sont colorées en vert ou en fuschia).

La microtexture de la phase  $\beta$  (fig 19b, 19c) a été recalculée à partir de la cartographie des colonies  $\alpha_s$  de la figure 18c. Les différentes orientations  $\beta$  présentes sur la carte, se concentrent autour des deux fibres  $\langle 100 \rangle // Da$  et  $\langle 111 \rangle // Da$ , caractéristiques de la compression à chaud de la phase  $\beta$ . Par ailleurs, quelques grains dont l'orientation ne correspond pas aux composantes de texture de compression sont observés aux joints de grains  $\beta^1$  (en gris fig.19a).



**Figure 19:**  
a) Cartographie EBSD d'un échantillon déformé de  $\epsilon=-1,4$  à  $1000^\circ\text{C}$  - échantillon D,  
b) Code de couleur  
c) Figures de pôles correspondantes

Lors de la déformation en  $\alpha/\beta$ , les phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  ont subi des rotations cristallines. Analysons à présent la conséquence de ces rotations cristallines sur les relations d'orientations locales entre les phases  $\beta$  et  $\alpha_p$  qui étaient en relation de Burgers avant déformation. Dans la zone

<sup>1</sup> Une vérification manuelle de l'orientation de certains grains  $\beta$  à partir des orientations  $\alpha_s$  et de la microstructure confirme l'orientation de ces grains.

rouge (fig. 18b,c), la coïncidence entre les orientations  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$  indique qu'à haute température, la phase  $\alpha_p$  était localement en relation de Burgers avec la matrice  $\beta$ . Cela signifie que dans certains cas particuliers, cette relation est conservée malgré les rotations cristallines subies par les deux phases lors de la déformation plastique. Par contre dans d'autres zones, la déformation plastique ne les a pas préservées. Parfois, seul le parallélisme des plans  $\{110\}_\beta // \{00.2\}_{\alpha_p}$  est maintenu. Le maintien de la relation de Burgers entre les lamelles  $\alpha_p$  et la phase  $\beta$ , influence la sélection de variantes lors de la transformation de phase. En effet, on conforte à l'aide de cette analyse EBSD, que dans ce cas, les variantes  $\alpha_s$  minimisant les désorientations avec les lamelles  $\alpha_p$  sont favorisées lors de la transformation de la phase (mécanisme de sélection de variantes déjà observé pour la billette et décrit au chapitre V).

Sur la carte (fig.19a) (comme sur d'autres cartes acquises et non présentées), on observe des domaines cristallographiques aplatis dans lesquels la phase  $\beta$  présente des orientations dispersées autour d'une composante unique. Ces domaines mesurent environ 1mm de long et 200 $\mu$ m d'épaisseur. Malgré le faible nombre de zones analysées en EBSD, il semble que leur taille soit plus petite que celle des grains  $\beta$  présents avant déformation (ces derniers avaient un diamètre équivalent d'environ 1mm). Par ailleurs, en comparant les figures 18b et 19a, on remarque que dans un même domaine cristallographique  $\beta$ , il n'existe qu'une orientation  $\alpha_p$  majoritaire. Or dans la microstructure  $\alpha$  initiale, on observait en général au moins 2 à 4 grosses colonies accompagnées d'autres plus petites dans un ancien grain  $\beta$ . Cela soulève donc quelques interrogations quand à l'origine des domaines cristallographiques  $\beta$  observés ici.

#### Analyse EBSD d'un état de déformation intermédiaire :

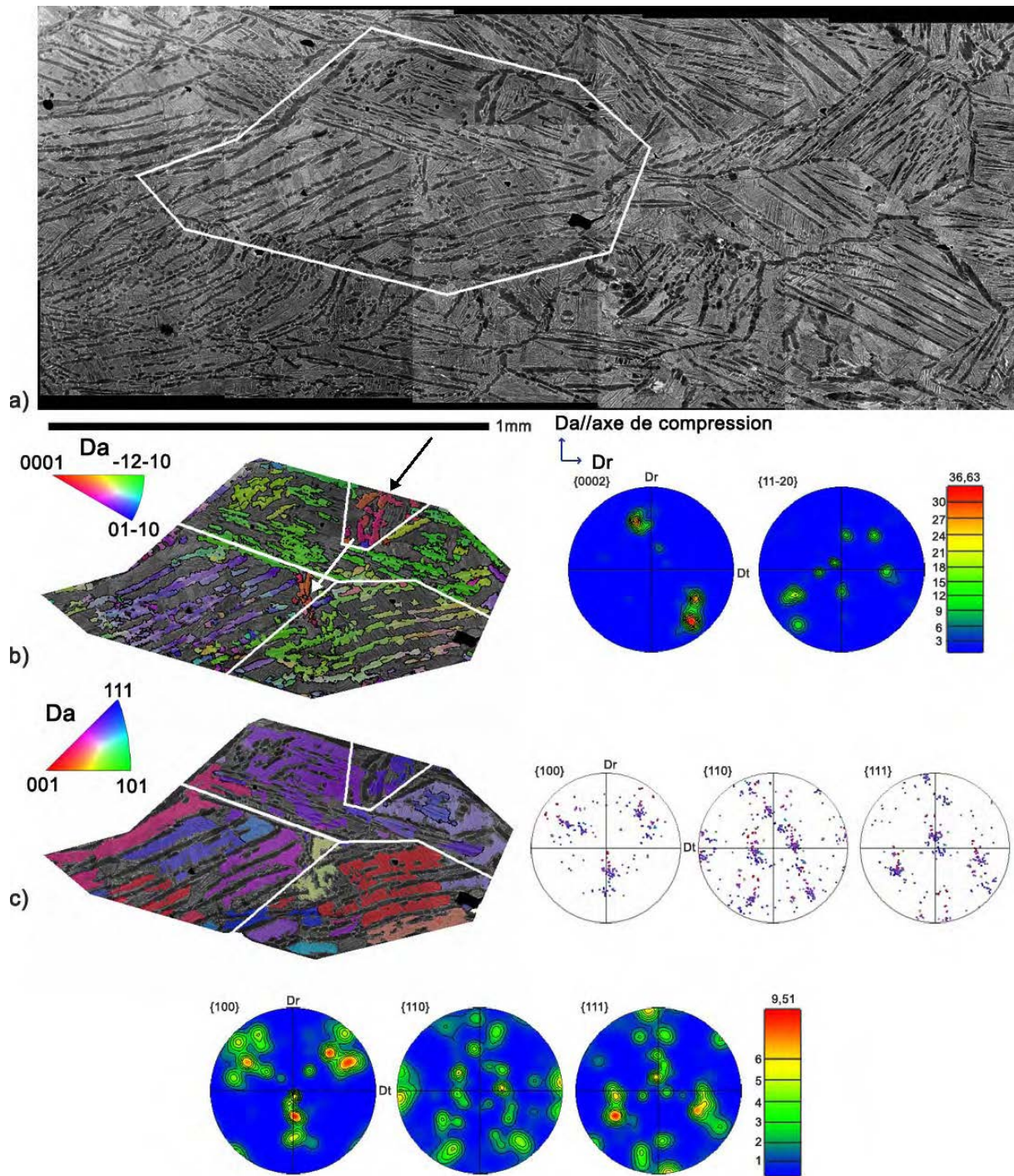
Pour étudier en détail la genèse de ces domaines  $\beta$ , différentes cartes EBSD ont été acquises sur des échantillons moins déformés de manière à observer un état intermédiaire de déformation. Nous présentons ici le résultat obtenu sur un échantillon déformé (échantillon M -  $\epsilon=-1$ ). La figure 20a représente la microstructure de la zone analysée (à l'aide de l'imagerie BSE). On y reconnaît facilement le contour des ex-grains  $\beta$  avant déformation grâce aux lamelles  $\alpha_{pGB}$ . Un ex-grain  $\beta$  a été isolé. Les figures 20b et 20c montrent respectivement les cartographies d'orientations  $\alpha_p$  et  $\beta$  superposées à la microstructure et les figures de pôles correspondantes.

Figure 20b, on reconnaît encore plusieurs colonies de lamelles  $\alpha_p$ . Les lamelles  $\alpha_p$  d'une même colonie restent parallèles et de même orientation. Cela signifie qu'elles se déforment de manière identique. Par ailleurs, les lamelles rouges indiquées par des flèches ont subi du plissement. Comme discuté précédemment, leur orientation morphologique correspond à l'axe de compression et le code de couleur utilisé (triangle standard relatif à Da) montre que leur axe  $c$  est orienté suivant Da également.

Sur la figure 20c, on remarque que le grain  $\beta$  initial a commencé à se fractionner en domaines de taille équivalente à celle des colonies de lamelles  $\alpha_p$ , les plus grosses. Cela se traduit sur les figures de pôles, par la présence de plusieurs orientations proches (fig. 20c). Dans les zones où le plissement est observé sur la microtexture  $\alpha_p$ , la phase  $\beta$  présente une orientation différentes de l'orientation  $\beta$  majoritaire. On peut donc en conclure qu'un même ex-grain  $\beta$  se déformera différemment selon l'orientation de la phase  $\alpha_p$  environnante. Ce phénomène conduit à une fragmentation rapide du grain  $\beta$  et produit des domaines cristallographiques  $\beta$  d'orientations différentes mais de taille équivalente aux colonies  $\alpha_p$ . On peut préciser que les



mêmes conclusions ont été tirées de l'analyse d'un échantillon non maintenu en température après déformation.



**Figure 20:** a) Microstructure d'un échantillon déformé de  $\epsilon=-1$  à  $1000^\circ\text{C}$ , l'ex-grain  $\beta$  isolé est entouré, b) cartographie d'orientation des lamelles  $\alpha_p$  superposée à la microstructure et texture correspondante c) cartographie d'orientation  $\beta$  parente superposée à la microstructure et texture correspondante

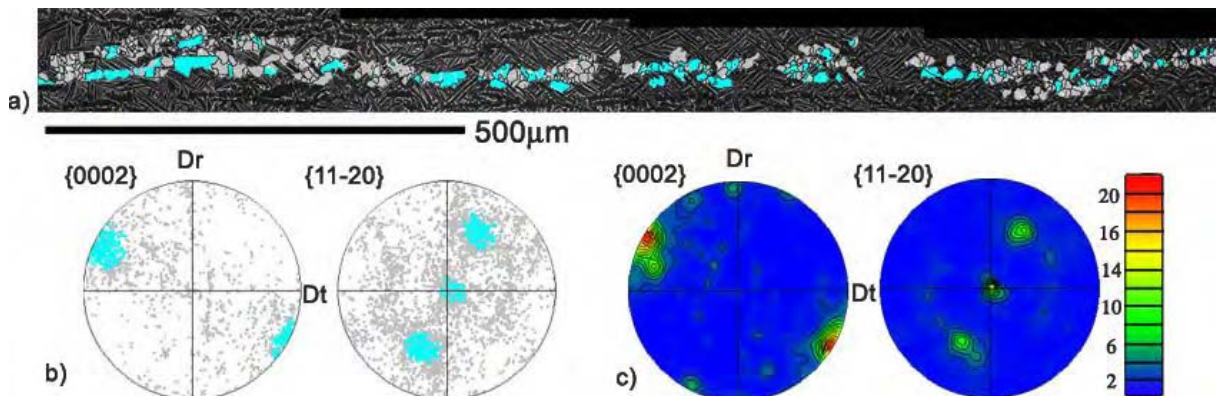
Cette analyse EBSD suggère que les zones  $\alpha_p$  fortement texturées (rouge, fuchsia, vert fig.18b), correspondent à d'anciennes colonies de lamelles  $\alpha_p$  déformées. Lors de la déformation, les lamelles d'une même colonie se déforment et s'orientent toutes vers une même composante de la fibre  $\{11.0\}/Da$ , tout en fractionnant l'orientation  $\beta$  dont elles sont issues. Par ailleurs, du fait de la texture marquée qui se développe lors de la compression, des

colonies  $\alpha_p$  voisines peuvent s'orienter vers une composante de texture proche. Par exemple, la zone "rouge" au cœur de la carte EBSD globale (fig. 17) correspond alors à une succession de colonies  $\alpha_p$  déformées, venant d'ex-grains  $\beta$  identiques ou non et qui développent chacune une orientation de la fibre  $\{11.0\}/Da$  et un pôle  $\{00.2\}/Dt$ .

### VI.3.3. Influence de la formation de globules $\alpha_p$

#### Commencement du processus par formation de sous-joints lors de la déformation :

Sur les cartes EBSD (fig. 18) de l'échantillon D  $\varepsilon=-1.4$ , on observe que des lamelles déformées se fragmentent et que des sous-joints avec des désorientations de plus en plus importantes apparaissent (joints de faible désorientation  $<15^\circ$  en blanc, de forte désorientation en noir). Cela correspond à un mécanisme classique de restauration dynamique qui s'initie dans les zones les plus fortement déformées. Sur la figure 18b, les lamelles  $\alpha_p$  rouges développent très peu de joints de fortes désorientations, ces lamelles se caractérisent par leur axe  $c/Dt$  et le plan  $\{11.0\}$  dans le plan de compression. Le développement de sous-joints est beaucoup plus marqué pour d'autres lamelles  $\alpha_p$  d'orientations différentes (par exemple pour les lamelles colorées en vert). Intéressons-nous à la zone supérieure de la carte EBSD contenant des lamelles  $\alpha_p$  vertes (fig. 18b) et correspondant au domaine cristallographie  $\beta$  coloré en vert (fig. 19a). Cette zone est reprise figure 21a avec un nouveau code de couleur indiqué sur la projection stéréographique des orientations  $\alpha_p$  (fig. 21b). La texture correspondante est présentée sur la figure 21c. Les grains  $\alpha_p$  dont l'orientation est la plus proche de la relation de Burgers avec cette orientation  $\beta$  parente, sont colorés en bleu clair.



**Figure 21: Lamelles  $\alpha_p$  d'un même domaine cristallographique  $\beta$  a) microstructure, b) Projection stéréographique des orientations  $\alpha_p$  et code de couleur, c) Figures de pôles  $\alpha_p$**

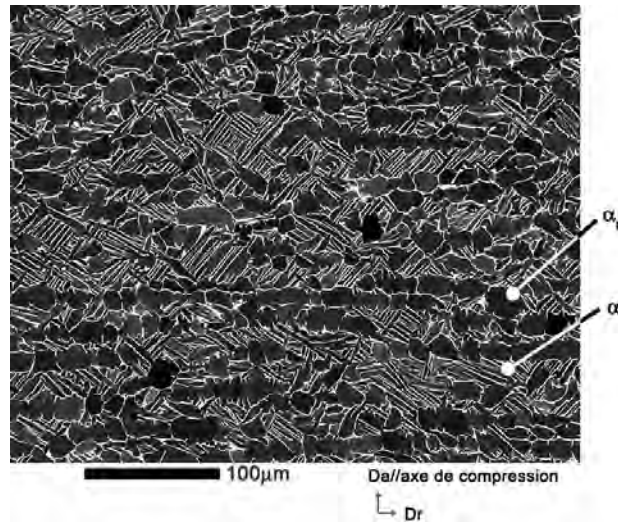
Ces volumes bleus clairs correspondent aux fragments de lamelles les plus allongées. On peut considérer qu'ils sont la trace des lamelles déformées, avant formation de sous-joints. Lorsqu'on s'intéresse aux autres fragments de lamelles (en gris fig. 21b), on observe que leurs orientations se dispersent autour de l'orientation en bleu. Les axes  $c$  correspondants sont dans des directions radiales voisines, ce qui indique la présence de nouvelles orientations. Cependant, l'orientation majoritaire reste l'orientation des lamelles allongées.

#### Formation de globules $\alpha_p$ lors d'un maintien à la température de déformation

Analysons à présent la microstructure et la texture locale d'un échantillon ayant subi la même déformation mais suivie d'un maintien d'une heure à  $1000^\circ\text{C}$ . L'analyse microstructurale (fig. 22) montre que ce maintien de l'échantillon déformé, favorise la conversion des lamelles déformées en globules  $\alpha_p$ . Le fractionnement des lamelles, par formation de sous-joints

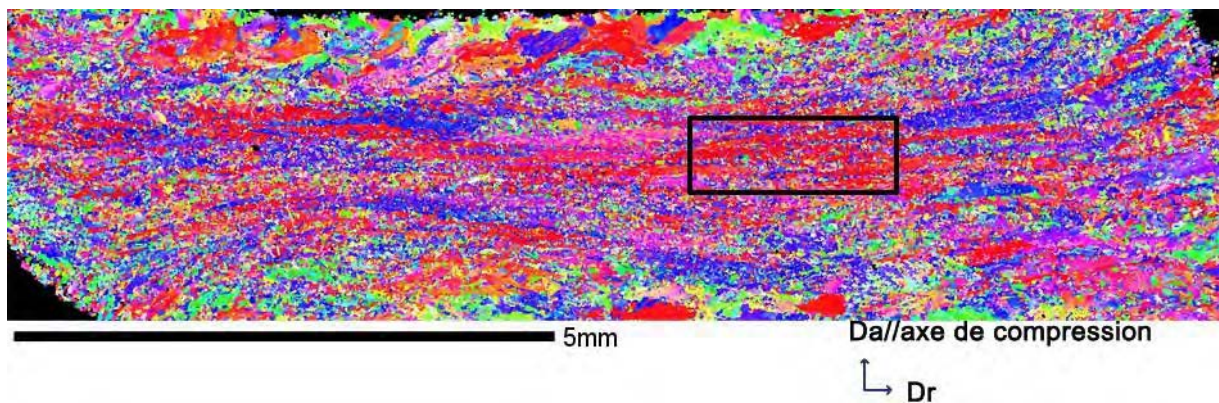


s'accroît. La présence d'un liseré blanc montre la diffusion de la phase  $\beta$  dans les sous-joints, ce qui conduit à la formation de grains  $\alpha_p$  équiaxes. Cependant, la déformation par compression de  $\epsilon=-1,4$  suivie d'un maintien d'une heure à  $1000^\circ\text{C}$  n'a pas permis de produire une microstructure bimodale identique à celle de la billette. Des compressions supplémentaires avec des recuits intermédiaires sont nécessaires afin d'homogénéiser la microstructure.



**Figure 22: microstructure BSE d'un échantillon (M) maintenu une heure après déformation  $\epsilon=-1,4$**

L'analyse de texture globale d'un échantillon (M,  $\epsilon=-1,4$ ) (fig. 23) montre que des zones fortement texturées, semblables à celles observées après déformation à la même température (fig. 17) sont toujours présentes. L'initiation de la conversion des lamelles déformées en globules  $\alpha_p$  (globularisation) n'a pas permis d'homogénéiser significativement la microtexture.



**Figure 23: Cartographie d'orientations d'un échantillon M maintenu une heure après déformation  $\epsilon=-1,4$ .**

Pour analyser l'évolution des textures locales induites par la transformation des lamelles en globules, une carte EBSD avec une résolution plus importante a été réalisée dans la zone encadrée figure 23. La figure 24 présente la microstructure de la zone analysée (fig. 24a) et la microtexture de la phase  $\alpha_p$  (fig. 24b) avec les figures de pôles associées (fig. 24c). On note de fortes différences dans l'avancement du processus d'évolution des lamelles en globules, en fonction de l'orientation des lamelles et probablement de leur environnement proche. C'est sans doute lié à des accumulations variées de dislocations dans les lamelles lors de la



déformation plastique qui se traduisent lors du maintien en température par une formation hétérogène des globules. En particulier, certaines lamelles  $\alpha_p$  colorées en rouge, présentant peu de sous-joints à l'issue de la déformation à chaud, forment très peu de globules.

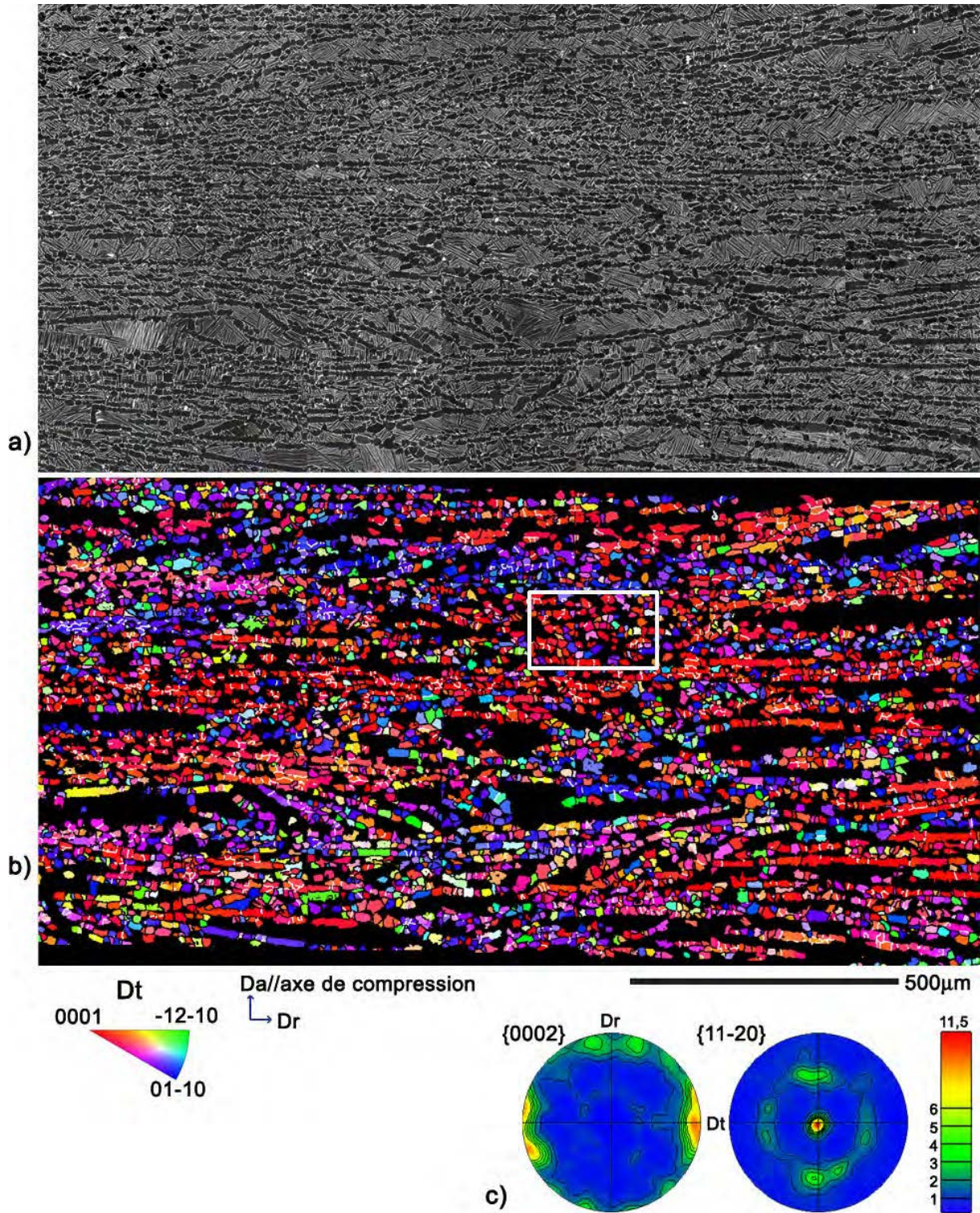


Figure 24: a) Microstructure de la zone encadrée sur la figure 23, b) Cartographie d'orientations  $\alpha_p$ , c) Figures de pôles correspondantes



Une zone majoritairement globulaire (cadre blanc fig. 24) est présentée sur la figure 25. Localement on observe de nouvelles orientations, phénomène déjà observé après déformation (fig. 21). Cependant la majorité des globules est concentrée autour d'une même orientation. Il semble donc que la formation de globules conduit à la dispersion des orientations autour d'une orientation majoritaire (trace de l'orientation de la lamelle déformée). Par conséquent, les globules  $\alpha_p$  issus d'une même colonie conservent la trace de l'orientation des colonies  $\alpha_p$  dont ils sont originaires.

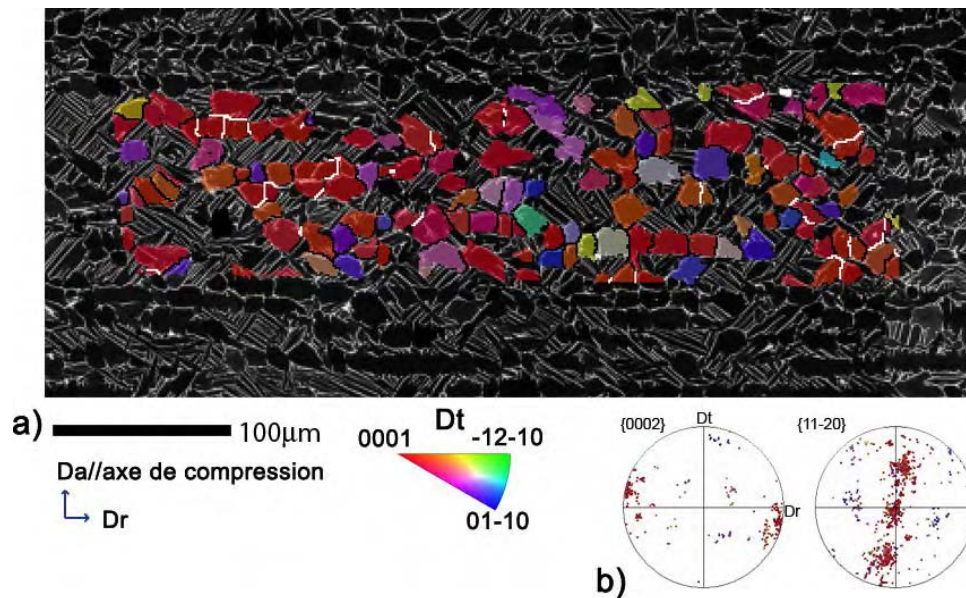


Figure 25: a) Cartographie d'orientations d'une zone majoritairement globulaire extraite de la figure 24, b) Projection stéréographique des orientations  $\alpha_p$  correspondantes.

#### VI.3.4. Discussion

Dans les premiers stades de la déformation dans le domaine  $\alpha_p/\beta$ , les grains  $\beta$  s'aplatissent et se fragmentent en domaines de taille équivalente à celle des colonies  $\alpha_p$  les plus grosses. Parallèlement, les lamelles  $\alpha_p$  s'alignent progressivement dans une direction perpendiculaire à l'axe de compression.

##### Evolution de la microstructure et de la texture des lamelles $\alpha_p$ :

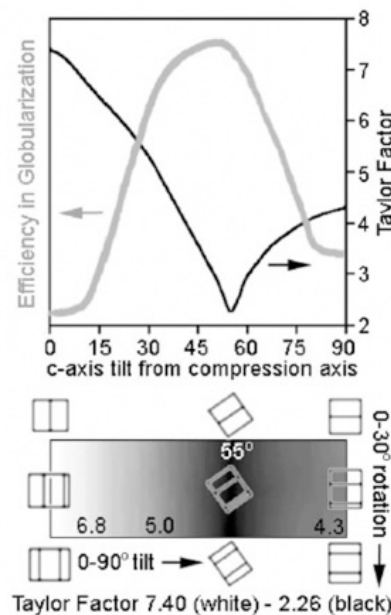
Avant déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$ , les lamelles  $\alpha_p$  avaient soit un axe  $c$  et un plan  $\{10.0\}$  perpendiculaire à  $D_a$ , soit un axe  $c//D_a$  (fig. 3b). Même si, La déformation de ces lamelles peut être très hétérogène, en fonction de leur orientation morphologique et surtout cristallographique, celles-ci s'alignent perpendiculairement à l'axe de compression. Elles subissent des rotations cristallines qui amènent leur plan  $\{11.0\}$  dans le plan de compression (et qui dispersent probablement les axes  $c$  vers différentes positions radiales). Par contre, les lamelles orientées morphologiquement dans l'axe de compression et ayant un axe  $c$  dans cette même direction sont déformées par plissement car les systèmes de glissement basal et prismatique ne peuvent être théoriquement activés.

Des modélisations de Taylor non présentées ici montrent que cette modification de texture peut être le résultat d'un glissement plastique sur les systèmes prismatiques  $\{10-10\}\langle 11-20\rangle$ . Le développement d'une telle texture conduit localement à la formation de zones  $\alpha_p$  fortement

texturées, comportant des colonies lamellaires de composantes de texture proches et appartenant à la fibre  $\{11.0\}$ //Da.

Par ailleurs, le changement des lamelles en globules qui commence lors de la déformation à chaud et s'amplifie lors d'un maintien à la température de déformation, ne permet pas de créer suffisamment de nouvelles orientations. Ce processus contribue essentiellement à disperser les orientations autour des orientations initiales des colonies déformées. Il ne permet donc pas de réduire les fortes textures locales.

D'une façon générale, la déformation et par conséquent la fragmentation des lamelles  $\alpha_p$  peut être très hétérogène [Bieler-02]. La modification des lamelles  $\alpha_p$  en globules est en fait directement liée à l'orientation initiale de l'axe  $c$  des lamelles par rapport à l'axe de compression (fig. 26). Par exemple, Bieler a observé que la déformation des colonies qui ont leur axe  $c$  parallèle à la direction de compression est difficile car les systèmes prismatique et basal ne peuvent être activés. Dans ces régions, du plissement est observé et les globules apparaissent dans les "plis" (ou kink) des lamelles. Par contre, un fort taux de formation de globules est observé là où les glissements basal et prismatique peuvent être activés, c'est à dire pour les colonies qui ont leur axe  $c$  à  $15-75^\circ$  de la direction de compression. Ces différences locales de comportement expliquent les différences locales d'intensité de texture et de morphologie de la phase  $\alpha_p$  dans les zones texturées.



**Figure 26:** Taux d'avancement de la transformation de lamelles en globules en fonction de l'orientation de l'axe  $c$  des lamelles  $\alpha_p$  - relation avec le facteur de Taylor calculé avec des rapports de scissions critiques de 0,7, 1 et 3 pour les systèmes de glissement prismatique  $\langle a \rangle$ , basal  $\langle a \rangle$  et pyramidal  $\langle c+a \rangle$  respectivement (d'après [Bieler-98]).

#### Evolution de la microstructure et de la texture des grains $\beta$ :

Lors de la déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$ , les grains  $\beta$  se fragmentent rapidement même pour un taux de déformation faible et forment des domaines cristallographiques de taille équivalente à celle des colonies de lamelles  $\alpha_p$ . Chaque fragment  $\beta$  rejoint des orientations différentes en fonction de l'orientation de la colonie  $\alpha_p$  environnante. Pour des déformations plus importantes avec un maintien en température, ces nouveaux domaines cristallographiques

$\beta$  développent des sous-joints, pouvant ultérieurement conduire à des grains  $\beta$  équiaxes de taille réduite.

Concernant les évolutions de texture, la phase  $\beta$  développe après déformation, des orientations correspondant aux deux fibres  $\langle 100 \rangle // Da$  et  $\langle 111 \rangle // Da$ . Cette évolution est identique à celle observée lors des compressions dans le domaine  $\beta$ . Comme discuté dans la section précédente, ce type de texture est obtenu par glissement plastique qui implique les systèmes du type  $\{110\} \langle 111 \rangle$  et  $\{112\} \langle 111 \rangle$ .

L'évolution de texture  $\beta$  dans le domaine  $\alpha/\beta$  nous permet de faire des hypothèses sur l'obtention de la texture  $\beta$  parente de la billette. La billette a subi lors de son élaboration en  $\alpha/\beta$ , une succession de compressions radiales à  $90^\circ$  les unes des autres (fig. 3 Chap. IV). Or nous avons observé à travers cette étude que des compressions à chaud de la phase  $\beta$  conduisaient au développement des deux fibres  $\langle 111 \rangle // Da$  et  $\langle 100 \rangle // Da$ . La texture  $\beta$  de la zone A étudiée au chapitre IV.3 (rappelée fig. 27a) comporte un pôle  $\langle 111 \rangle$  de plus forte intensité que les autres. Cet axe pourrait alors correspondre à un ancien axe de compression (noté AAC pour Ancien Axe de Compression). La texture  $\beta$  de la billette, projetée avec cet axe au centre des figures de pôles (fig. 27b), présente deux fibres partielles  $\langle 111 \rangle // AAC$  et  $\langle 100 \rangle // AAC$ . On peut alors se demander comment se projetteraient les textures  $\alpha_p$  correspondantes (fig. 27c). La figure 27d présente les textures  $\alpha_p$  projetées avec AAC au centre. Les deux composantes  $\alpha_p$  majoritaires sont alors à environ  $15^\circ$  de AAC. Cette texture est caractéristique de la déformation de la phase  $\alpha$  dans le domaine  $\alpha/\beta$  (proche  $\alpha$ ) où la déformation a tendance à rapprocher les axes  $c$  de la direction de compression par activation des systèmes de glissement basal [Lütjering-98]. Ce résultat pourrait suggérer que la billette a été déformée dans le domaine  $\alpha/\beta$  (proche  $\alpha$ ) puis portée à plus haute température pour obtenir la fraction de phase  $\alpha_p$  requise.

#### *Evolution de la relation d'orientation entre les deux phases :*

Nous avons constaté, dans certains cas, que la phase  $\beta$  et la phase  $\alpha_p$  sont liées localement par la relation d'orientation de Burgers, et ce, malgré la rotation cristalline subie par les deux phases. En fait, la relation de Burgers (1), implique un parallélisme entre plans denses et directions denses.

$$\begin{aligned} & (110)_{CC} // (0001)_{HC} \\ & [\bar{1}1\bar{1}]_{CC} // [2\bar{1}\bar{1}0]_{HC} \\ & (\bar{1}12)_{CC} // (01\bar{1}0)_{HC} \end{aligned} \quad (1)$$

Avant déformation, les phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  sont en relation de Burgers. De ce fait, au cours de la déformation, la phase  $\beta$  peut en théorie activer les systèmes de glissement  $\{110\} \langle 111 \rangle$  et  $\{112\} \langle 111 \rangle$  et simultanément la phase  $\alpha_p$  les systèmes glissement  $\{0001\} \langle 2-1-10 \rangle$  et  $\{01-10\} \langle 2-1-10 \rangle$  qui expriment aussi la relation d'orientation de Burgers. Lorsque c'est le cas, il y a de fortes opportunités pour que la relation d'orientation soit maintenue lors de la déformation. Cependant, le nombre de systèmes de glissement étant beaucoup plus important pour la phase  $\beta$ , il est également possible que les deux phases se déforment en activant des systèmes de glissement non impliqués dans la relation de Burgers, ce qui pourrait supprimer le couplage cristallographique stricte de Burgers entre les phases  $\alpha_p$  et  $\beta$ . Après déformation, la microstructure est composée de régions contenant localement une orientation  $\beta$  et une orientation  $\alpha_p$  majoritaire. Lorsque la relation de Burgers est conservée localement, une forte

sélection de variantes est observée et les colonies  $\alpha_s$  qui apparaissent aux interfaces  $\alpha_p/\beta$  ont systématiquement la même orientation que les grains  $\alpha_p$ .

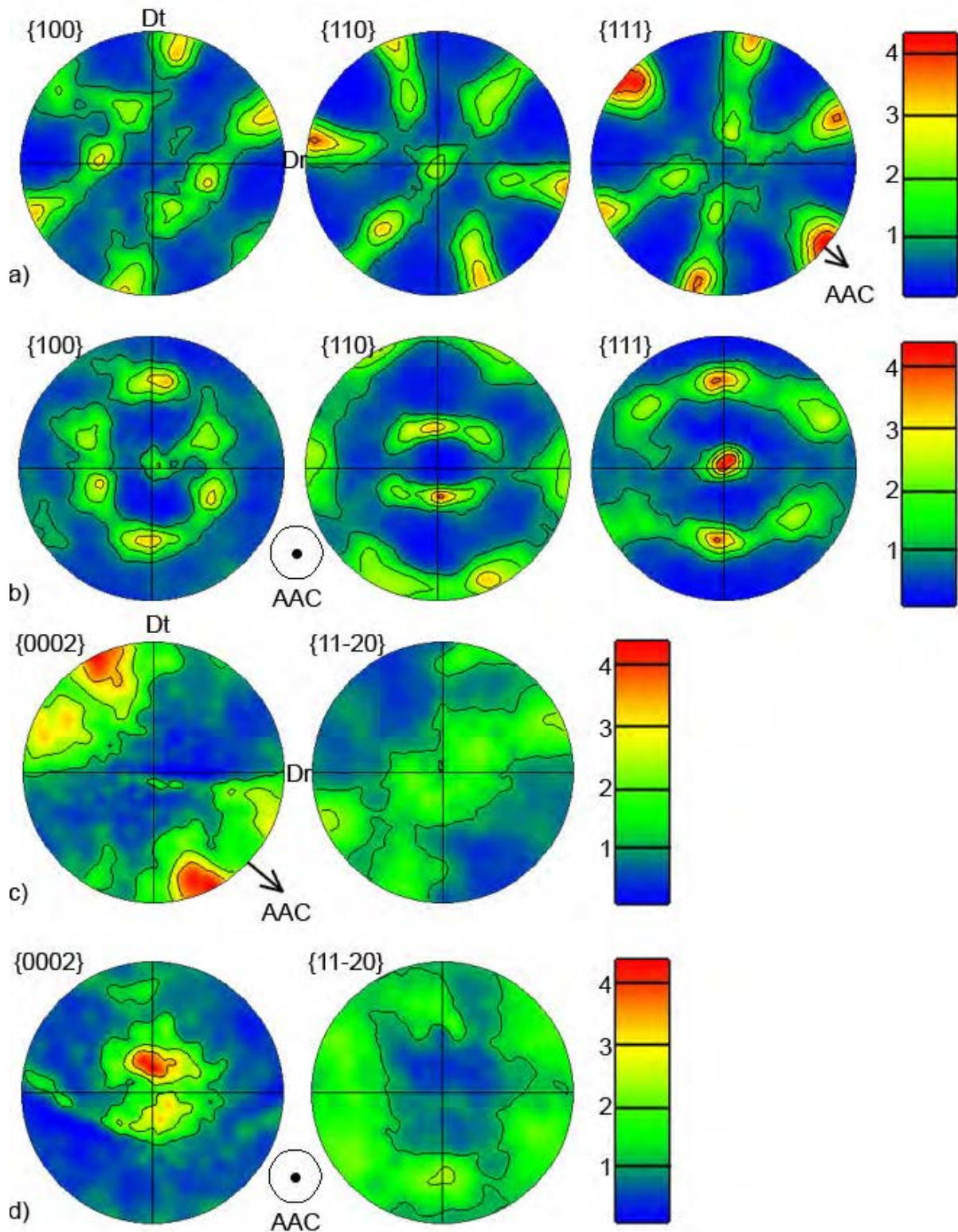


Figure 27: Figures de pôles de la texture  $\alpha_p$  et  $\beta$  parente - zone A de la billette (chapitre IV.3)

- a) Figures de pôles  $\beta$  avec  $D_a$  au centre
- b) Figures de pôles  $\beta$  projetées avec AAC au centre
- c) Figures de pôles  $\alpha_p$  avec  $D_a$  au centre
- d) Figures de pôles  $\alpha_p$  avec AAC au centre



## VI.4. Application à l'optimisation des textures locales de pièces industrielles

### VI.4.1. Origine des macrozones dans la billette

Nous avons vu au chapitre IV que les hétérogénéités de texture  $\alpha$  présentes dans la billette sont dues à la contribution des deux populations de grains qui constituent la microstructure bimodale. En effet, les macrozones correspondent à des régions où les grains  $\alpha_p$  ont une composante de texture unique mais fortement dispersée et les colonies  $\alpha_s$  ont plusieurs composantes de texture dont une majoritaire qui coïncide avec l'orientation des grains  $\alpha_p$ .

Dans la première partie de ce chapitre, les résultats des essais de compression dans le domaine  $\alpha/\beta$  réalisés sur des échantillons présentant une microstructure  $\alpha$  lamellaire (semblable à celle héritée de la forge en  $\beta$ ) ont été présentés. Le développement d'hétérogénéités de texture locale lors de la compression, a pu être mis en évidence et a été analysé en détail. Une analogie peut être faite entre ces résultats et le développement des macrozones dans la billette. Par conséquent, les points suivants peuvent être soulevés :

- ***La forte texture des grains  $\alpha_p$***  est obtenue après la déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$ , d'une structure initialement lamellaire constituée de grosses colonies, les plus grosses pouvant être héritées par sélection de variantes de différents ex-grains  $\beta$  (§V.2.2). Lors de la déformation, ***les lamelles d'une même colonie se déforment et leurs orientations cristallographiques convergent vers une orientation caractéristique de la déformation imposée***. En même temps, la phase  $\beta$  dans le voisinage de ces lamelles se fragmente en plusieurs domaines d'orientations propres. De la sorte, les deux phases  $\alpha$  et  $\beta$  développent chacune ***des textures très marquées*** comme le montre notamment le paragraphe VI.3.4. ***Ainsi les zones fortement texturées en  $\alpha_p$  correspondent alors à un ensemble de colonies  $\alpha_p$ , ayant initialement des orientations différentes et qui sous l'effet de la déformation peuvent rallier des orientations proches***. Comme discuté au paragraphe VI.3.1, ***ces colonies  $\alpha_p$  peuvent provenir d'ex-grains  $\beta$  identiques ou non***.

On peut aussi rappeler (§VI.3.3) que la conversion progressive des lamelles en globules conduit à la dispersion des orientations de ces dernières autour de la composante majoritaire des colonies  $\alpha_p$  déformées et crée peu de nouvelles orientations. La formation de globules  $\alpha_p$  ne permet donc pas réduire significativement la forte texture locale de la phase  $\alpha_p$  dans une macrozone. Cela se vérifie sur la billette qui présente effectivement des grains  $\alpha_p$  majoritairement équiaxes avec des orientations fortement dispersées autour d'une orientation unique.

- ***La texture locale de la phase  $\beta$  au sein d'une macrozone*** présente les mêmes composantes de texture que la texture globale de la billette. Les fortes hétérogénéités de texture de la phase  $\alpha_p$  ne sont pas associées à de fortes hétérogénéités de texture de la phase  $\beta$ . A travers les essais de compression en  $\alpha/\beta$ , dans une zone dans laquelle les lamelles  $\alpha_p$  ont une orientation majoritaire, la phase  $\beta$  parente présente différentes composantes de la texture de compression à chaud (fig. 18d-19c).

- Toutefois, *au sein d'une macrozone, on rencontre différents agglomérats de grains  $\beta$*  présentant chacun une composante donnée de la texture  $\beta$  de la billette. Des observations similaires ont été faites à l'issue des essais de compression dans le domaine  $\alpha/\beta$ . C'est le résultat de la fragmentation des gros grains  $\beta$  présents avant déformation. Ces domaines  $\beta$  fragmentés développent des sous-joints lors des déformations et maintiens à haute température successifs. Ceux-ci peuvent ultérieurement conduire à des grains  $\beta$  équiaxes de taille réduite et d'orientations cristallographiques proches.
- *La texture marquée de la phase  $\alpha_s$  est héritée d'un mécanisme de sélection de variantes lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha_s$ , en présence des grains  $\alpha_p$ .* Les essais de compression en  $\alpha/\beta$  ont confirmé que dans certains cas, la phase  $\beta$  et la phase  $\alpha_p$  conservent localement une relation d'orientation de Burgers malgré la rotation subie par les deux phases. Lorsque la relation de Burgers est conservée localement, une forte sélection de variantes est observée et les colonies  $\alpha_s$  qui apparaissent aux interfaces  $\alpha_p/\beta$  ont systématiquement la même orientation que les grains  $\alpha_p$ . Cela explique pourquoi la texture  $\alpha_s$ , tout en présentant différentes composantes, possède une composante majoritaire proche de l'orientation unique fortement dispersée des grains  $\alpha_p$ .

#### VI.4.2. Influence d'un changement de direction de compression

Les étapes de forge successives dans des directions radiales à  $90^\circ$  les unes des autres et qui permettent d'étirer un lingot pour le transformer en billette, conduisent à de fortes textures locales caractéristiques de la compression. Ainsi, le produit semi fini qui est utilisé dans la fabrication de roues à aubes présente une texture initiale avec les axes  $c$  préférentiellement orientés dans une direction radiale.

Au cours du cycle de fabrication, les billettes sont déformées par matriçage. Cette déformation supplémentaire permet de donner à la billette une forme et des dimensions proches de celles de la pièce finale. Un chemin de déformation mieux adapté pourrait sans doute permettre de diminuer l'intensité des hétérogénéités de texture et d'optimiser la texture pour une application donnée. C'est l'idée que nous retenons, soutenue par les différentes analyses réalisées au cours de ce travail.

Pour illustrer cette possibilité, des essais complémentaires de compression selon la direction axiale de la billette ont été réalisés. Le changement de direction de l'axe de compression par rapport aux axes de forges initiaux de la billette, peut produire des modifications de texture qu'il est intéressant d'analyser afin d'améliorer le procédé de fabrication de pièces en titane.

Différents essais de compressions (fig. 28) ont été effectués à la température de  $1000^\circ\text{C}$  à partir d'échantillons directement prélevés dans la billette. On obtient ainsi à haute température, une microstructure formée de 30% de grains  $\alpha_p$ .

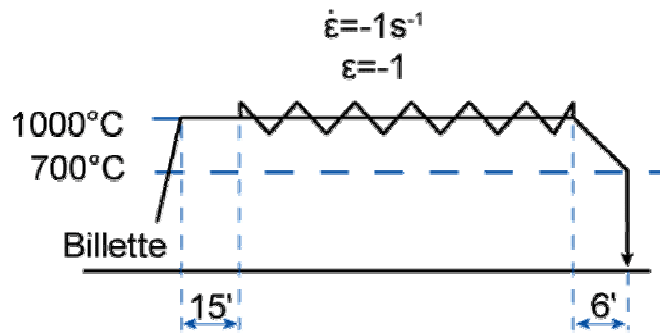
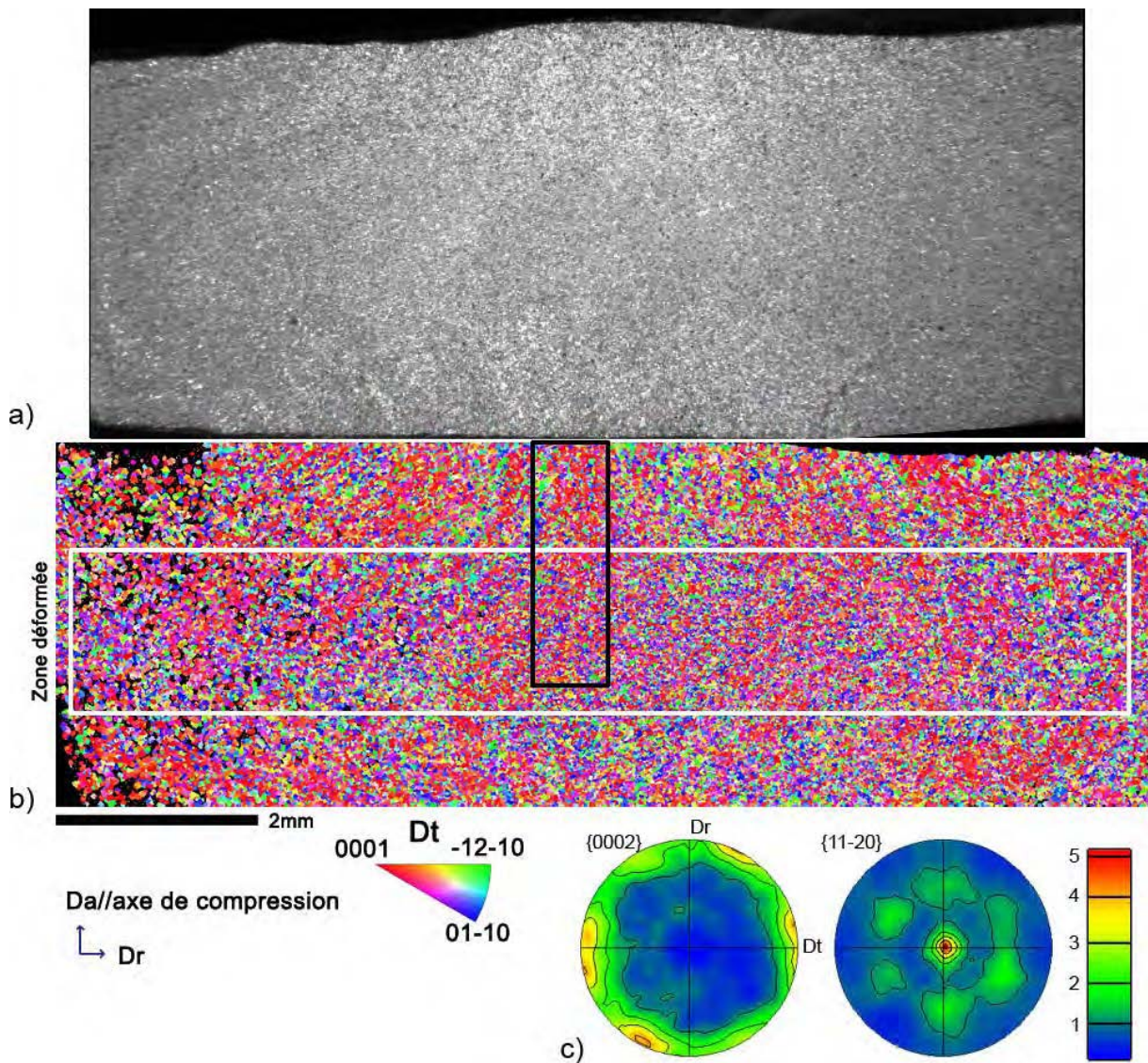


Figure 28: Essais de compression additionnels réalisés à partir de la billette

La macrographie et l'analyse EBSD d'un échantillon caractéristique de cette compression est présentée sur les figures 29a et 29b respectivement. Sur la figure 29b, les pixels sont colorés selon le code de couleur indiqué dans le triangle standard relatif à  $Dt$ . La texture de la région centrale encadrée en blanc sur la carte est présentée sur la figure 29c.



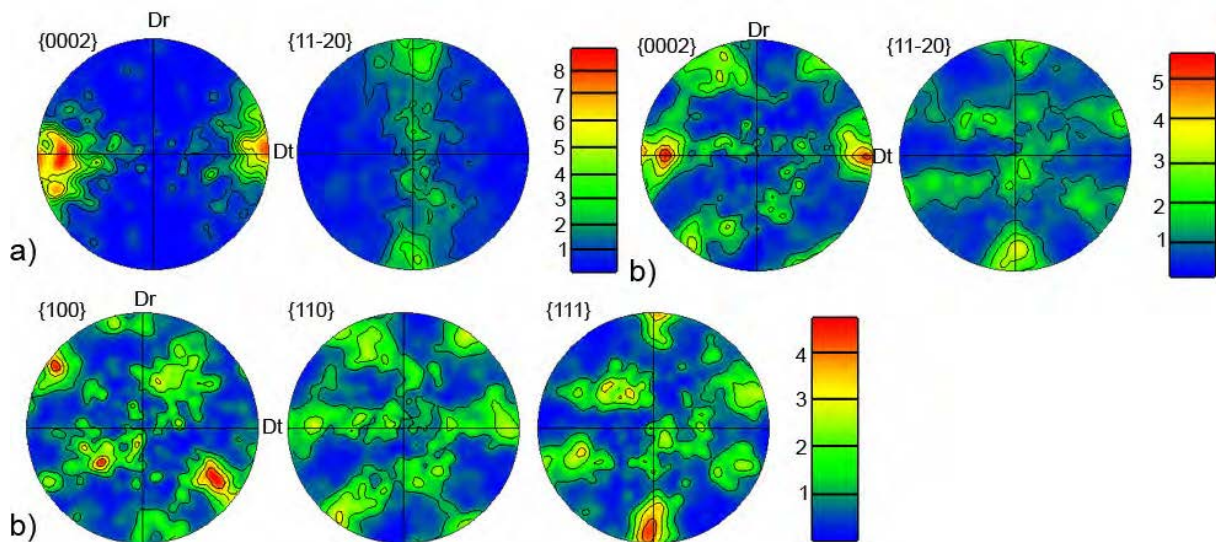


**Figure 29: a) Macrographie d'un échantillon déformé à 1000°C, b) Cartographie d'orientations d'un échantillon déformé à 1000°C, c) Texture de la zone déformée, encadrée en blanc**

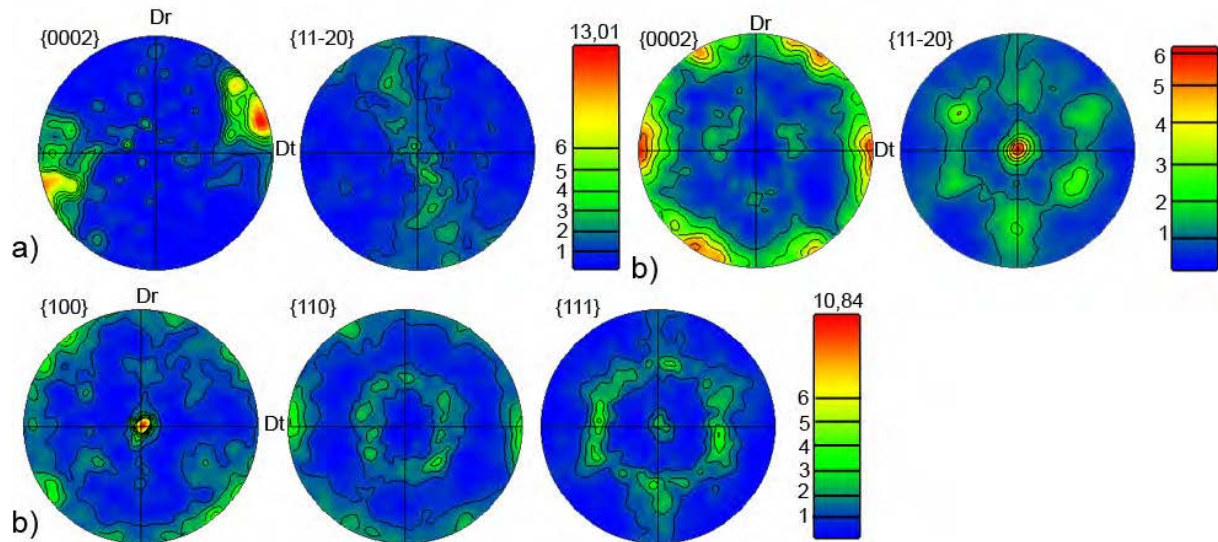
Sur les figures 29a et 29b, la microstructure est relativement homogène. On reconnaît légèrement la structure en bande des macrozones. Celles-ci étaient orientées selon  $D_a$  avant compression additionnelle et suivent maintenant l'écoulement de la matière lors de la déformation (effet tonneau). La microtexture de la zone déformée est relativement homogène (fig. 29b) et correspond à une fibre partielle  $\langle 11-20 \rangle // D_a$  avec une répartition plus homogène des axes  $c$  dans les différentes directions radiales (fig. 29c).

Pour analyser l'évolution de texture en fonction du taux de déformation, une acquisition EBSD de la zone encadrée en noir (fig. 29b) a été effectuée. De cette manière, nous avons pu caractériser l'évolution de la texture locale en fonction du taux de déformation. Deux zones particulières ont été analysées :

- La partie proche du bord supérieur de la carte qui correspond à une zone faiblement déformée, et certainement proche de la texture originale. Les figures 30a, 30b et 30c présentent les textures  $\alpha_p$ ,  $\alpha_s$ , et  $\beta$  respectivement.
- La partie centrale qui correspond au taux de déformation maximal. Les figures 31a, 31b et 31c présentent les textures  $\alpha_p$ ,  $\alpha_s$ , et  $\beta$  respectivement.



**Figure 30: Textures locales de la zone peu déformée de l'échantillon de compression (proche du bord supérieur). a) Figures de pôles  $\alpha_p$ , b) Figures de pôles  $\alpha_s$ , c) Figures de pôles  $\beta$ .**



**Figure 31: Textures locales de la zone déformée de l'échantillon de compression (cœur de l'échantillon). a) Figures de pôles  $\alpha_p$ , b) Figures de pôles  $\alpha_s$ , c) Figures de pôles  $\beta$ .**

Les textures locales des différentes phases (fig. 30a, 30b, 30c) de la zone faiblement déformée sont assez proches des textures rencontrées dans une macrozone (fig. 18-20-21 Chap. IV). Les composantes majoritaires des textures  $\alpha_p$  et  $\alpha_s$  coïncident comme dans la billette. Nous avons montré au chapitre V, que ce phénomène était lié à la présence de grains  $\alpha_p$  localement en relation de Burgers avec les grains  $\beta$  adjacents qui lors de la transformation favorisent les variantes  $\alpha_s$  de même orientation que les grains  $\alpha_p$ .

Les textures de la zone déformée ont changées. La texture de la phase  $\alpha_p$  (fig. 31a) n'évolue pas beaucoup, les axes  $c$  restent concentrés dans une direction radiale mais ont légèrement tourné autour de  $D_a$ . Cette modification de la texture  $\alpha_p$  est différente de celle observée lors de la compression d'échantillons initialement lamellaires. Cela peut être lié à la différence de morphologie initiale des grains  $\alpha_p$ . Il est possible que des grains  $\alpha_p$  équiaxes participent moins à l'accommodation de la déformation plastique qu'une structure initialement lamellaire.

La texture  $\beta$  évolue vers les deux fibres  $\langle 100 \rangle // D_a$  et  $\langle 111 \rangle // D_a$  (fig. 31c).

La texture  $\alpha_s$  héritée (fig. 31b) de la phase  $\beta$  (fig. 31c) comprend différentes composantes de texture de même intensité. Cette différence de texture avec la zone peu déformée s'explique par les orientations locales des phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  qui ne sont plus aussi fortement liées par les relations de Burgers et ainsi limitent la sélection de variantes lors du refroidissement.

Un changement de direction de compression permet donc l'obtention de pièces plus homogènes en texture, mais ne modifie pas significativement les orientations locales des grains  $\alpha_p$  qui conservent majoritairement leurs axes  $c$  dans une direction radiale.

Il est important de noter que cette dernière étude a été conduite sur un nombre réduit d'échantillons et que compte tenu des disparités de répartition des hétérogénéités de texture observées dans la billette, il serait intéressant de confirmer ces résultats par une série d'essais à une échelle semi industrielle (sur des échantillons de plus grande taille). Ceci permettrait de mieux juger de la diminution de l'intensité des macrozones après une compression suivant la direction axiale de la billette.



## Chapitre VII. Conclusions et Perspectives

### VII.1. Conclusions

Les billettes d'IMI 834 de microstructure bimodale sont utilisées dans l'industrie aéronautique pour la fabrication de roues à aubes de compresseurs haute pression dans des turboréacteurs d'avion. Elles présentent cependant de fortes hétérogénéités de texture qui ne sont pas totalement supprimées lors de la fabrication de pièces industrielles et qui réduisent significativement les propriétés en fatigue des pièces finales.

Dans ce travail, nous avons étudié ces hétérogénéités de texture et nous avons essayé de comprendre leur développement au cours de l'élaboration de la billette.

Les textures locales de la billette ont d'abord été déterminées à l'aide de cartographies EBSD de tailles millimétriques et parfois centimétriques sur une billette prélevée au hasard d'un lot de fabrication. Ces cartographies ont révélé des zones très allongées dans la direction axiale, dans lesquelles la phase  $\alpha$  présente une forte texture. Dans certains travaux publiés, ces zones, appelées 'macrozones', avaient été reliées, du fait de leur taille et de leur forme, à la trace de grains  $\beta$  présents lors des premières étapes de forge de la billette, sans prendre en compte la nature bimodale de la microstructure.

Nous avons alors entrepris une analyse détaillée de ces zones, en nous intéressant respectivement aux grains  $\alpha_p$  primaires de morphologie équiaxes et aux colonies de lamelles  $\alpha_s$  (dites secondaires). En effet, chaque type de grains de même structure cristalline, possède sa propre histoire thermomécanique qui détermine sa texture locale. Par ailleurs, il nous a semblé avantageux de déterminer la texture et la microstructure de la phase  $\beta$  à haute température, conduisant à la phase  $\alpha_s$ . Pour mener à bien ces analyses, nous avons développé des méthodes originales pour analyser les cartographies EBSD :

- Un premier développement permet d'identifier automatiquement l'orientation des deux types de grains sur une carte EBSD. Il consiste à associer la carte EBSD avec l'image BSE de la zone cartographiée. La différence de contraste entre les grains  $\alpha_p$  et les colonies  $\alpha_s$  en imagerie BSE est utilisée pour reconnaître le type ( $\alpha_p$  ou  $\alpha_s$ ) des grains reconstruits à partir des données de la carte EBSD. Cette méthode s'est révélée particulièrement adaptée à la caractérisation des macrozones de la billette et a permis d'étudier les orientations locales des deux types de grains de manière indépendante.
- La microtexture de la phase  $\beta$  parente a été obtenue par une méthode basée sur les relations d'orientations cristallographiques qui lient la phase  $\alpha_s$  à la phase  $\beta$ . Cette dernière permet de reconstruire automatiquement les cartographies d'orientations de la phase  $\beta$  à partir d'une cartographie  $\alpha_s$  héritée. Une analyse réalisée sur un alliage de titane  $\beta$  a permis de tester l'efficacité de la méthode. L'orientation des grains  $\beta$  est calculée avec une erreur inférieure à  $2^\circ$  sur un état  $\beta$  recristallisé et le contour des grains  $\beta$  ainsi restitué, est dans la majorité des cas, fidèle au contour réel. Cette méthode nous a permis de caractériser les orientations cristallographiques de la phase  $\beta$  parente qu'il est impossible d'obtenir directement à température ambiante.

Ces outils conjointement à des analyses d'images nous ont permis de montrer les résultats suivants :

- Dans une macrozone :
  - les grains  $\alpha_p$  s'orientent autour d'une même composante de texture mais avec une forte dispersion.
  - Les colonies  $\alpha_s$  présentent plusieurs composantes de texture dont une composante majoritaire qui coïncide avec l'orientation des grains  $\alpha_p$ .
  - La texture de la phase  $\beta$  parente des colonies  $\alpha_s$  est peu marquée mais forme localement des agglomérats de grains d'orientations proches. Cependant la taille de ces agglomérats est d'un ordre de grandeur inférieure à celle des macrozones.
- D'une macrozone à une autre, la composante texture  $\alpha_p$  et la composante  $\alpha_s$  majoritaire change radicalement et la morphologie des grains  $\alpha_p$  varie légèrement.
- La caractérisation de la billette par macrographie a révélé la présence de régions claires ou foncées qui coïncident avec ces macrozones.

Puis pour comprendre le développement des hétérogénéités de texture qui se développent au cours du procédé d'élaboration, nous avons réalisé différents essais de compression uniaxiale dans les domaines  $\beta$  et  $\alpha/\beta$ . Ces essais nous ont permis d'initier la formation d'une structure bimodale à partir d'une structure lamellaire. Une structure hétérogène présentant des similarités avec celles des macrozones a ainsi été produite.

L'analyse des échantillons déformés nous a permis de décrire les mécanismes de déformation actifs et de suivre les évolutions de textures locales, en particulier des phases  $\alpha_p$  et  $\beta$ .

De cette étude particulière, nous pouvons proposer une explication possible au développement des macrozones :

- Les zones fortement texturées en  $\alpha_p$  correspondent à une succession de colonies lamellaires  $\alpha_p$ , pouvant initialement avoir des orientations différentes (héritées ou non de grains  $\beta$  identiques) et qui sous l'effet de la déformation convergent vers des orientations proches.
- La conversion progressive des lamelles  $\alpha_p$  en globules conduit à la dispersion des orientations autour de la composante majoritaire des lamelles déformées.
- La microtexture de la phase  $\beta$  consiste en différents agglomérats de grains d'orientations proches. Chaque agglomérat possède une composante de texture propre. En fait, lors des premiers stades de la déformation plastique en  $\alpha/\beta$ , les grains  $\beta$  se fractionnent en domaines cristallographiques de taille équivalente à celle des lamelles les plus larges. Pour des déformations plus importantes, et lors de maintiens en température, ces domaines forment des sous-joints, pouvant conduire ultérieurement à des grains  $\beta$  équiaxes, mais conservant l'orientation majoritaire du domaine fragmenté. Par conséquent des agglomérats de grains  $\beta$  sont conservés dans la microtexture  $\beta$ .
- La forte texture des colonies  $\alpha_s$  est héritée de la texture  $\beta$  parente par un mécanisme de sélection de variantes influencé par la microtexture  $\alpha_p/\beta$ . En effet, les variantes qui forment des interfaces  $\alpha_p/\alpha_s$  ou  $\alpha_s/\alpha_s$  particulières, sont favorisées et contribuent à

l'augmentation du nombre de colonies ayant des orientations proches de celles des grains  $\alpha_p$ . Ce mécanisme est possible lorsque les deux phases  $\alpha_p/\beta$  conservent malgré la déformation à chaud des relations proches des relations de Burgers. Par ailleurs, par modélisation, nous avons montré également une implication possible de l'anisotropie élastique de la phase  $\alpha_p$  dans la sélection des variantes.

## ***VII.2. Perspectives***

Les travaux que nous avons menés ont permis une meilleure compréhension de la genèse des hétérogénéités de texture et de leur développement. Ces travaux incluant notamment des essais de déformation axiaux additionnels ainsi que des résultats de la littérature nous confortent dans l'idée qu'il est sans doute possible par modifications du procédé industriel de réduire les hétérogénéités de texture dans les pièces industrielles, donc les macrozones.

Pour limiter la formation de macrozones dans les pièces industrielles, il est sans doute possible d'agir à deux stades de l'élaboration. La première modification serait celle du procédé de transformation du lingot en billette. Cela reste difficile à discuter à ce stade, puisque nous n'avons pas eu accès au procédé industriel conduisant à l'élaboration de la billette. Par ailleurs, dans l'étape de matriçage qui permet d'obtenir les pièces dans lesquelles les roues à aubes sont usinées, différents paramètres peuvent également être changés. En effet, nous avons montré qu'un changement de direction d'application de la déformation pouvait conduire à un découplage cristallographique local des phases  $\alpha_p$  et  $\beta$  plus effectif. Même si après déformation, les pôles  $\{0002\}$  de la phase  $\alpha_p$  restent concentrés dans une direction radiale, cette déformation additionnelle a pour effet de limiter la contribution de la phase  $\alpha_s$  à la formation des hétérogénéités de texture.

## *Bibliographie*

- [AIA-97] Aerospace Industries Association Rotor Integrity Sub-Committee, 38th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC SDM Conference, 1997, 2543
- [Allen-90] T. Allen, Particle Size Measurement, 5th edition, Chapman and Hall, New York, 1990.
- [Aphelion] APHELION Software. Copyright ADCIS S.A. and A.A. Imaging,
- [Bache-03] M. R. Bache, International Journal of Fatigue, 25, 2003, p. 1079
- [Bache-97] M. R. Bache, M. Cope, H. M. Davies, W. J. Evans, G. Harrison, International Journal of Fatigue, 19, 1997, p. 83
- [Barrett-52] C. S. Barrett, The structure of metals, 2nd edn. New York (Mc Graw-Hill), 1952
- [Battacharya-03] D. Battacharya, G. B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer, H.L. Fraser, Acta Materialia, 51, 2003, p. 4679
- [Bieler-02] T. R. Bieler, S. L. Semiatin International Journal of Plasticity, 18, 2002, p. 1165
- [Boas-35] W. Boas, E. Schmid, Kristallplastizität mit besonderer Berücksichtigung der Metall, Springer Verlag, 1935
- [Bridier-05] F. Bridier, P. Villechaise, J. Mendez, 2005' Xi'an International Titanium Conference, in press
- [Brun-95] M. Brun, G. Shachanova, 8th World Conference on Titanium, 1995, p. 2421
- [Brun-98] M. Brun, N. Anoshkin, G. Shachanova, Materials Science and Engineering A, 243, 1998, p. 77
- [Bunge-82] H. J. Bunge, Texture Analysis in Material Sciences, ed. DGM, 1982
- [Burgers-34] W. G. Burgers, Physica 1, 1934, p. 561,
- [Chaussy-94] F. Chaussy, J. H. Driver, Revue Française de métallurgie, 1994, p. 57
- [Come-91] N. Come-Dingremont, Thèse de Doctorat, Institut Polytechnique de Lorraine, 1991
- [Chaze-94] A. M. Chaze, F. Montheillet, Revue Française de métallurgie, 8, 1994, p. 41
- [Combres-94] Y. Combres, B. Champin, Revue Française de métallurgie, Septembre, 1994, p. 78
- [Combres-95] Y. Combres, B. Champin, Techniques de l'Ingénieur, M-1-305, 1995, p.1
- [Coster-89] M. Coster, J. L. Chermant, Précis d'analyse d'images, eds CNRS, 1989, p.408
- [Delfosse-03] J. Delfosse, C. Rey, N. Späth, 10th World Conference on Titanium, 2003 p. 1315
- [Delfosse-05] J. Delfosse, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris, 2005
- [Diz-92a] J. Diz, Thèse de doctorat, Université de Metz, 1992
- [Diz-92b] J. Diz, M. Humbert, Journal of Applied Crystallography, 25, 1992, p. 756
- [Dunst-96] D. Dunst, H. Mecking, Zeitschrift für Metallkunde, 87, 1996, p. 498
- [Dye-05] D. Dye, Presentation given at the University of Cambridge, 2005
- [Esslinger-03] J. Esslinger, Titanium in Aero Engines, MTU Aero Engines, 2003
- [FAA-00] Federal Aviation Administration Report ref DOT/FAA/AR-00/64, 2000
- [Farkas-94] D. Farkas, Metallurgical and Material Transaction A, 25A, 1994, p. 1337
- [Fecht-90] H. J. Fecht, Acta Metallurgica and Materialia, 38, 1990, p. 1927
- [Fisher-64] E. S. Fischer, C. J. Renken, Physical Review, 135, 1964, p. 482
- [Fujii-88] H. Fujii, H. G. Suzuki, 6th World Conference on Titanium, 1988, p. 1489



- [Furuhara-01] T. Furuhashi, T. Maki, *Materials Science and Engineering A*, 312, 2001, p. 145
- [Germain-03] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, M. Jahazi, 10th World Conference on Titanium, 2003, p. 1291
- [Germain-05a] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, A. Hazotte, P. Bocher, M. Jahazi, *Materials Characterization*, 54, 2005, p. 216
- [Germain-05b] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, M. Jahazi, *Acta Materialia* 53, 2005, p. 3535
- [Gey-00] N. Gey, M. Humbert, H. Moustahfid, *Scripta Materialia*, 42, 2000, p. 525
- [Gey-03] N. Gey, M. Humbert, *Journal of Materials Science*, 38, 2003 p. 1289
- [Glavicic-03a] M. G. Glavicic, P. A. Kobryn, T. R. Bieler, S. L. Semiatin, *Materials Science and Engineering A*, 346, 2003, p. 50
- [Glavicic-03b] M. G. Glavicic, P. A. Kobryn, T. R. Bieler, S. L. Semiatin *Materials Science and Engineering A*, 351, 2003, p. 258
- [Glavicic-03c] M. G. Glavicic, P. A. Kobryn, F. Spadafora, S. L. Semiatin, *Materials Science and Engineering A*, 346, 2003 p. 8
- [Gottstein-99] G. Gottstein, L. S. Shvindlerman, *Grain Boundary Migration in Metals*, CRC Press, 1999
- [Hess-49] J.B. Hess, C.S., *Trans. AIME*, 185, 1949, p.599
- [Howe-97] J. M. Howe, *Interfaces in Materials*, Wiley-Interscience, 1997
- [Humbert-90] M. Humbert, F. Wagner, M. J. Philippe, C. Esling, *ICTOM 9, Textures and Microstructures Special Issue*, 1990, p. 443
- [Humbert-91] M. Humbert, J. Diz, *Journal of Applied Crystallography*, 24, 1991, p. 978
- [Humbert-92] M. Humbert, F. Wagner, C. Esling, *Journal of Applied Crystallography*, 25, 1992, p. 724
- [Humbert-94] M. Humbert, H. Moustahfid, F. Wagner, M. J. Philippe, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 30, 1994, p. 377
- [Humbert-95] M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid, C. Esling, *Journal of Applied Crystallography*, 28, 1995, p.571
- [Humbert-96] M. Humbert, N. Gey, J. Muller, C. Esling, *Journal of Applied Crystallography*, 29, 1996, p. 662
- [Humbert-00] M. Humbert, N. Gey, C. Esling, *Journal of Applied Crystallography*, 33, 2000, p. 206
- [Humbert-03] M. Humbert, N. Gey, *Acta Materialia*, 51, 2003, p.4783
- [Humbert-05] M. Humbert, N. Gey, L. Germain, *ICOTOM 14 - Materials Science Forum*, Vol 495-497, p1111
- [Humphreys-01] F. J; Humphreys, *Journal of Materials Science*, 36, 2001, 2833
- [Jackson-02] M. Jackson, R. J. Dashwood, L. Christodoulou, H. M. Flower, *Journal of light Metals*, 2; 2002, p. 185
- [Lebensohn-97] R. A. Lebensohn, G. R. Canova, *Acta Materialia*, 45, 1997, p. 3687
- [LeBiavant-00] K. Le Biavant Guerrier, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris, 2000
- [LeBiavant-02] K. Le Biavant, S. Pommier, C. Prioul, *Fatigue Fracture Engng Mater Struct*, 25, 2002, 527
- [Lütjering-98] G. Lütjering, *Materials Science and Engineering A*, 243, 1998, p. 32
- [McDarmaid-85] D. S. McDarmaid, A. W. Bowen, P. G. Partridge, *Journal of Materials Science*, 20, 1985, p. 1976
- [Mitchell-98] A. Mitchell, *Materials Science and Engineering A*, 243, 1998, p.257
- [Moustahfid-97] H. Moustahfid, N. Gey, M. Humbert, M.J. Philippe, *Metallurgical and Materials transaction A*, 28A, 1997, p. 51
- [Mura-91] T. Mura, *Micromechanics of defects in solids*. Dordrecht: Kluwer,1991

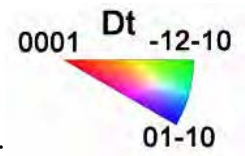
- [Neal-85] D. F. Neal, Titanium 1984 : Science and Technology, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde 1985, p. 2419
- [Neal-88] D. F. Neal, 6th World Conference on Titanium, 1988, p. 253
- [NTSB-90] National Transportation Safety Board, Accident Report, AAR-90/06, 1990
- [NTSB-00] National Transportation Safety Board, Safety Recommendation, A-00-104, 2000
- [Orowan-42] E. Orowan, Nature, 149, 1942, p. 463
- [Partridge-67] P. G. Partridge, Metallurgical reviews, 118, 1967, p. 169
- [Pokorny-94] J. Pokorny, A. Pokorny, Techniques de l'Ingénieur, M90, 1994, p. 1
- [Pommier -02] S. Pommier, Fatigue Fracture Engng Mater Struct, 25, 2002, 331
- [Randle-92] V. Randle, Microtexture Determination and its Applications, eds. The Institute of Materials
- [Rambaud-88] J. B. Rambaud, Techniques de l'Ingénieur, M 620, 1988, p. 1
- [Schwarzer-93] R. A. Schwarzer, Review of Texture and Microstructure, 20, 1993, p. 7
- [Semiatin-96] S. L. Semiatin, J. C. Soper, I. M. Sukonnik, Acta Materialia, 44, 1996, p. 1979
- [Semiatin-99] S. L. Semiatin, V. Seetharaman, I. Weiss, Materials Science and Engineering A, 263, 1999, p. 257
- [Semiatin-01] S. L. Semiatin, T. R. Bieler, Metallurgical and Material Transaction A, 32A, 2001 p. 1787
- [Singh-97] A. K. Singh, Ramachandra C. Journal of Materials Science, 32, 1997 p. 229
- [Smith-53] C. S. Smith, Transaction ASM, 45, 1953, p. 533
- [Stanford-04] N. Stanford, P. Bate, Acta Materialia, 52, 2004, p. 5215
- [Suri-99] S. Suri, G. B. Viswanathan, T. Neeraj, D. -H. Hou, M. J. Mills, Acta Materialia, 47, 1999, p. 1019
- [Thermocalc] Thermo-Calc Software, N. Saunders, Ti-Database
- [Timet-00] Timet Datasheets, www.timet.com, 2000
- [Toth-93] L. S. Toth, Rate Sensitive Taylor Software, University of Metz, 1993
- [Weiss-86] I. Weiss, F. H. Froes, D. Eylon, G. E. Welsch, Metallurgical Transaction A, 17A, 1986, p. 1935
- [Vogel-04] S. C. Vogel, C. Hartig, L. Lutterotti, C. T. Necker, R. B. Von Dreele, H.-R. Wenk, D. J. Williams, International conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals 2, 2004, Oral Communication.
- [Wanjara-05] P. Wanjara, M. Jahazi, H. Monajati, S. Yue, J. P. Immarigeon, Materials Science and Engineering A, 396, 2005, p. 50
- [Weiss-99] I. Weiss, S. L. Semiatin, Materials Science and Engineering A, 263, 1999, p. 243
- [Woodfield-95] A. P. Woodfield, M. D. Gorman, J. A. Sutliff, R. R. Corderman, 8th World Conference on Titanium, 1995, p. 1116

## *Annexe A. Comparaison Macrographie- Hétérogénéités d'orientations suite à la compression en $\alpha/\beta$*

Au cours de cette étude, la plupart des échantillons traités thermo-mécaniquement ont également été attaqués en vue d'une analyse macrographique. Cette annexe met en parallèle ces analyses macrographiques avec les acquisitions EBSD correspondantes (analyse d'une section longitudinale des éprouvettes Da – verticale).

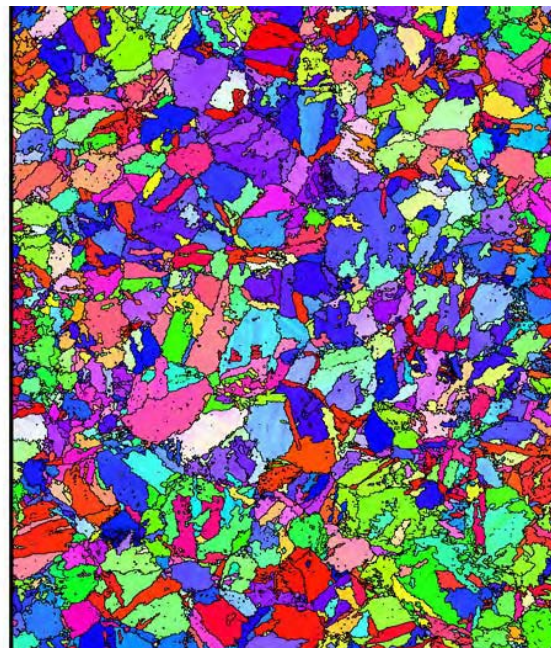
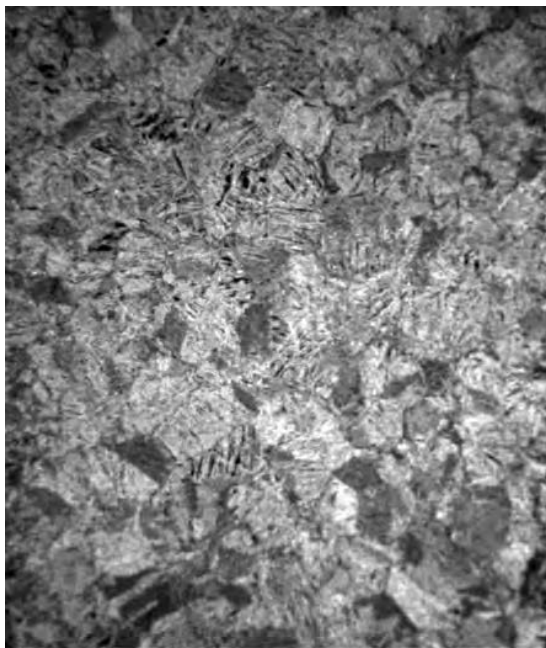
### Chaque figure comprend :

- (a) : la macrographie,
- (b) : la cartographie EBSD correspondante
- (c) : le procédé thermomécanique correspondant.



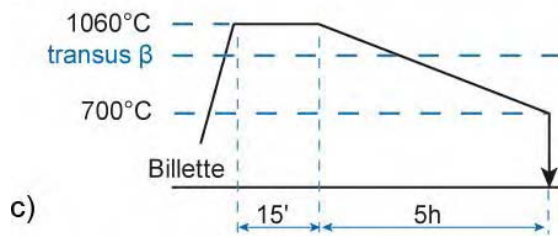
Code de couleur pour l'ensemble des cartographies d'orientations :

### Echantillon TT1 :



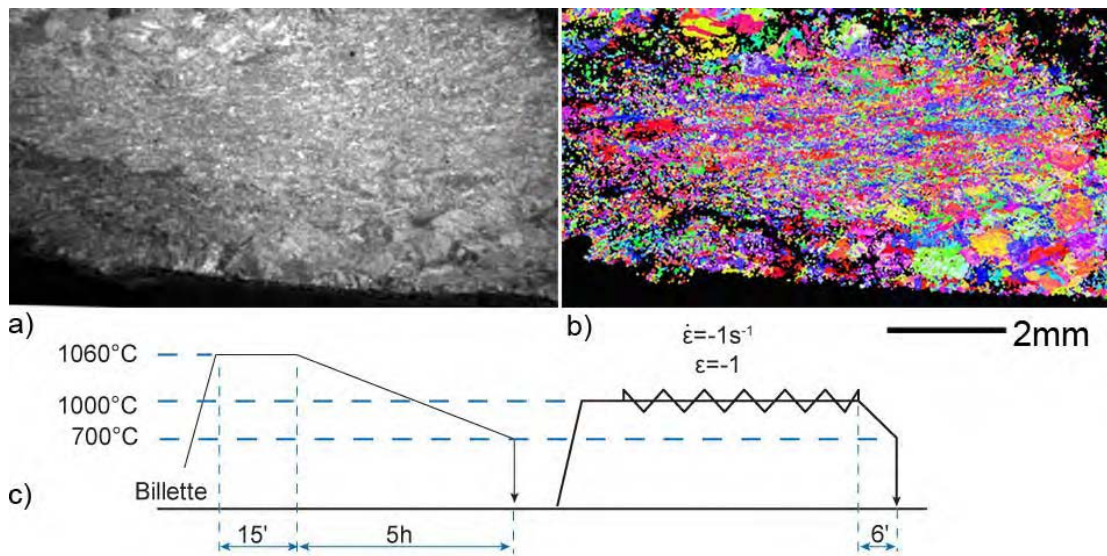
a)

b)  2mm

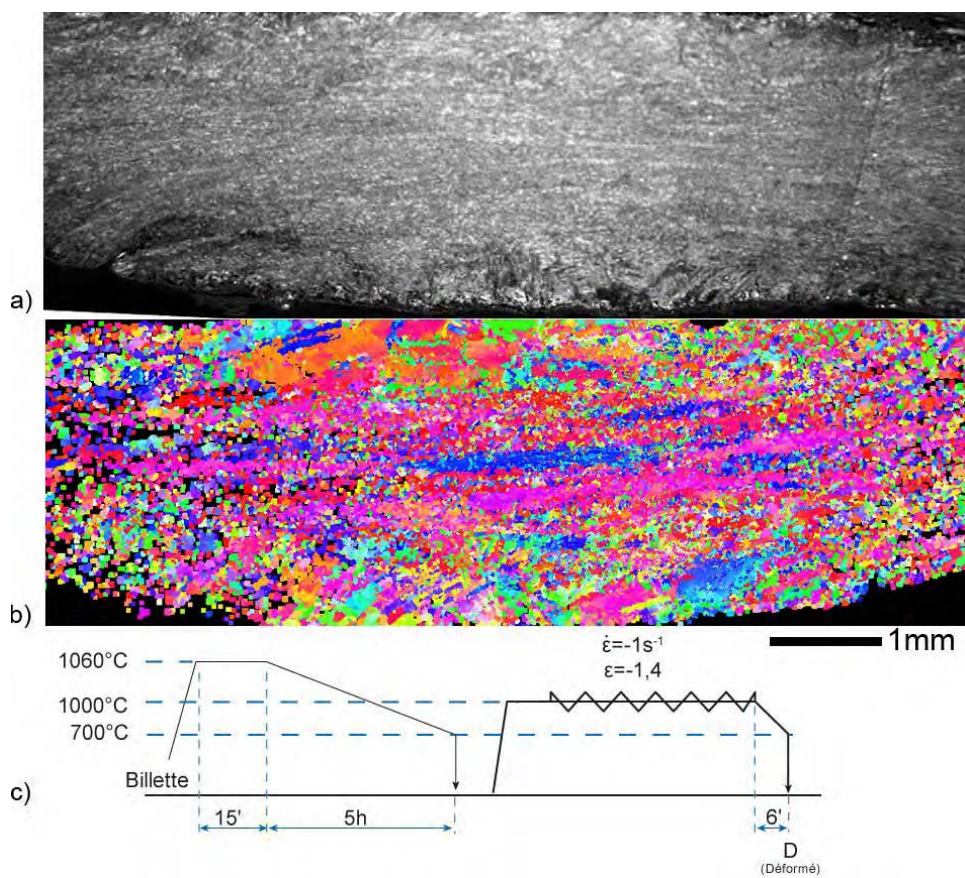




**Echantillon TT1 déformé en  $\alpha/\beta$  -  $\epsilon=-1$  :**

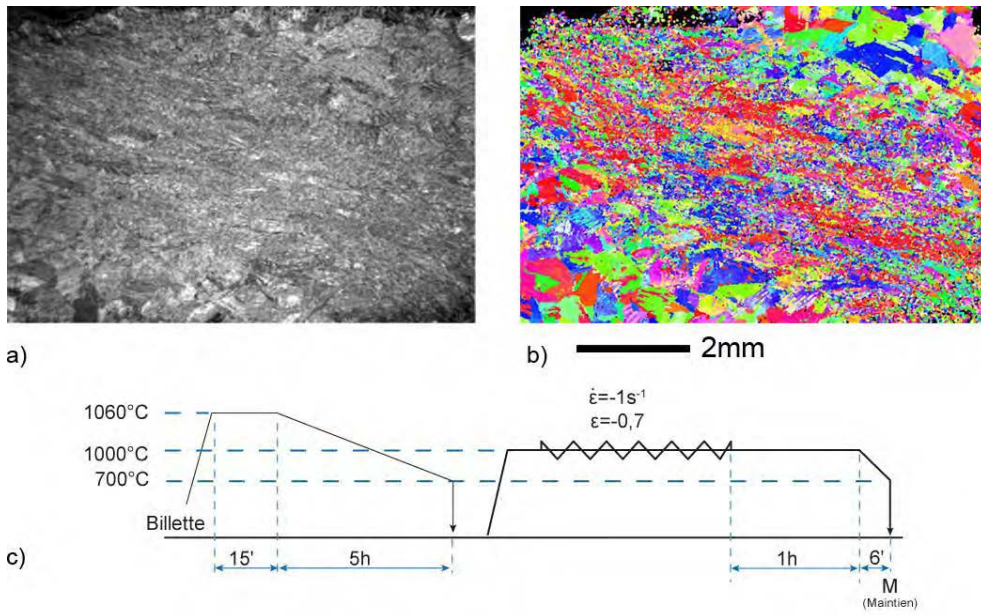


**Echantillon TT1 déformé en  $\alpha/\beta$  -  $\epsilon=-1.4$  :**

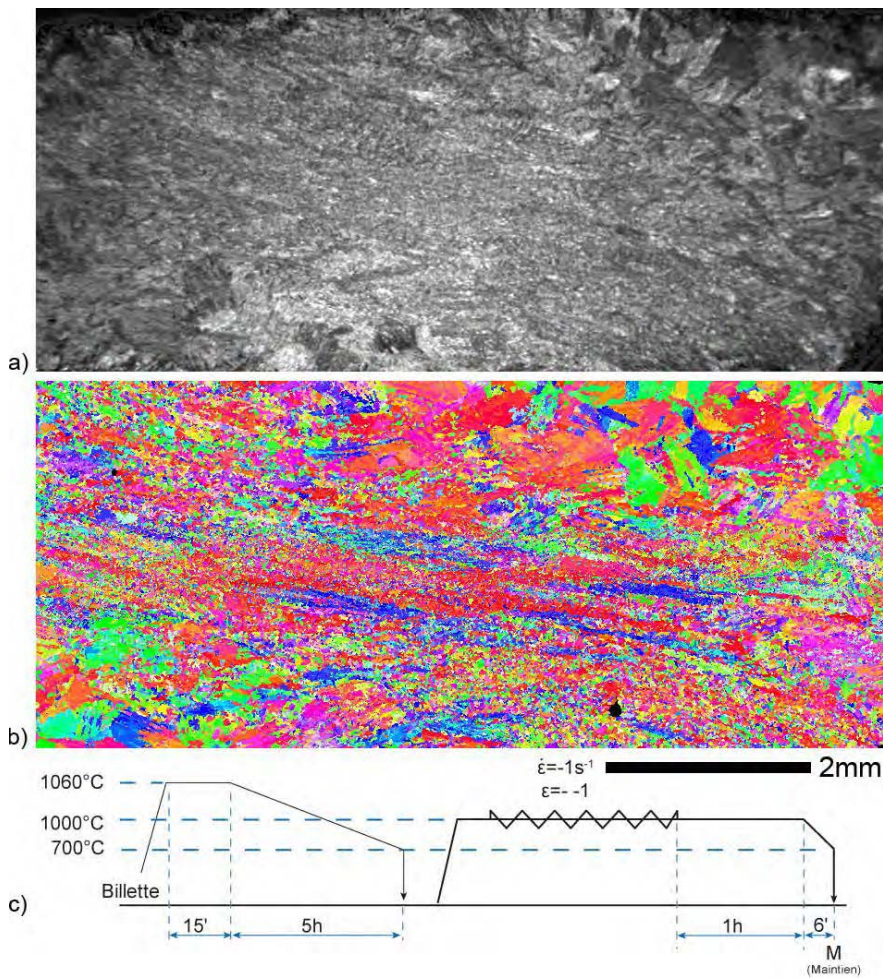


Données EBSD déjà exploitées au chap.VI (fig. 17, 18, 19)

**Echantillon TT1 déformé en  $\alpha/\beta$  -  $\epsilon=-0.7$  + un maintien d'une heure à 1000°C:**



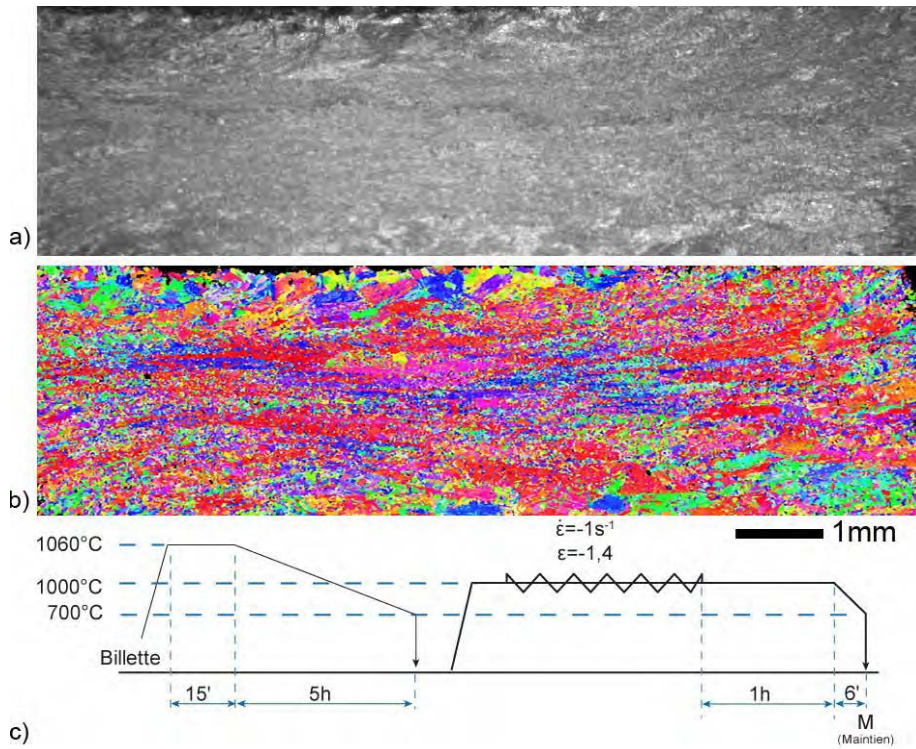
**Echantillon TT1 déformé en  $\alpha/\beta$  -  $\epsilon=-1$  + un maintien d'une heure à 1000°C:**



Données EBSD déjà exploitées au chap.VI (fig. 20)

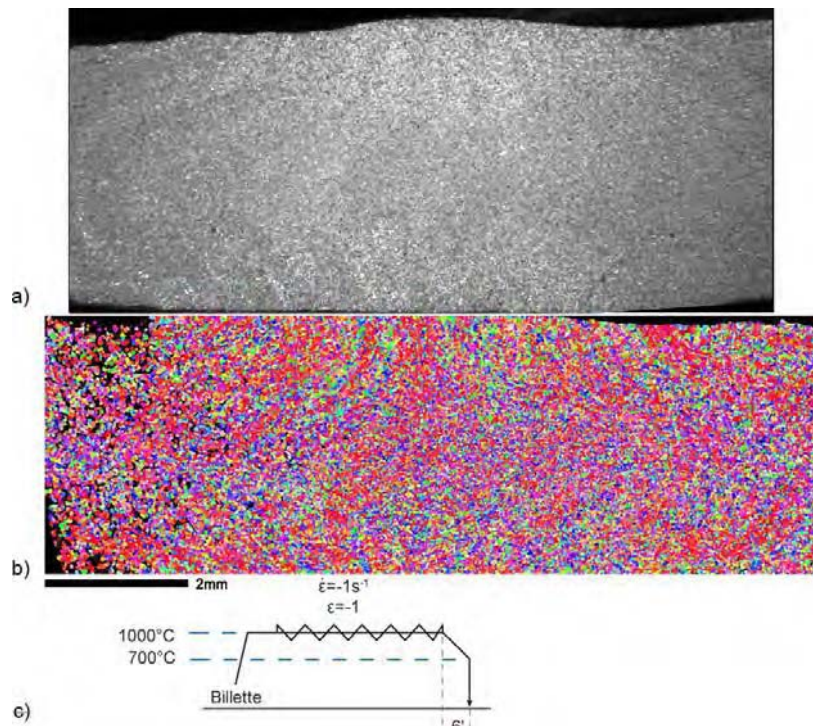


**Echantillon TT1 déformé en  $\alpha/\beta$  -  $\epsilon=-1.4$  + un maintien d'une heure à 1000°C:**



Données EBSD déjà exploitées au chap.VI (fig. 23)

**Echantillon issu de la billette déformé en  $\alpha/\beta$  -  $\epsilon=-1$ :**



Données EBSD déjà exploitées au chap.VI (fig. 29-30)