



HAL
open science

Étude expérimentale et calcul des cinétiques de transformation de phase d'alliages de titane -métastables en fonction des traitements thermomécaniques

Emmanuelle Laude

► **To cite this version:**

Emmanuelle Laude. Étude expérimentale et calcul des cinétiques de transformation de phase d'alliages de titane -métastables en fonction des traitements thermomécaniques. Matière Condensée [cond-mat]. Institut National Polytechnique de Lorraine, 1997. Français. NNT : 1997INPL096N . tel-01751100

HAL Id: tel-01751100

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751100>

Submitted on 29 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



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

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.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

98 INPL 096N
7

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

THESE

ETUDE EXPERIMENTALE ET CALCUL DES CINETIQUES DE
TRANSFORMATION DE PHASE D'ALLIAGES DE TITANE
 β -METASTABLES EN FONCTION DES TRAITEMENTS
THERMOMECHANIQUES

présentée à

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : Science et Ingénierie des Matériaux

par

Emmanuelle LAUDE

soutenue publiquement le 3 octobre 1997 devant la Commission d' examen

Jury :

Messieurs

A. Simon

J. Driver

J. Y. Guédou

Madame

E. Gautier

J. Bechet

T. Bretheau

B. Champin

J. F. Uginet

Président

Rapporteur

Rapporteur

Directeur de thèse



D 136 003968 0

Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy - St. Etienne

13600 39680

94 IN PLOSEN

(M) 1997 LAUDE, E.

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

THESE

**ETUDE EXPERIMENTALE ET CALCUL DES CINETIQUES DE
TRANSFORMATION DE PHASE D'ALLIAGES DE TITANE
 β -METASTABLES EN FONCTION DES TRAITEMENTS
THERMOMECHANIQUES**

présentée à

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

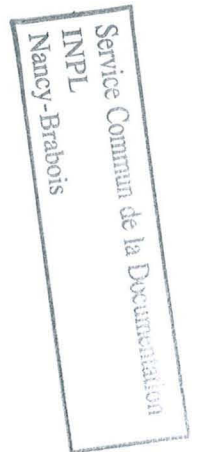
Spécialité : Science et Ingénierie des Matériaux

par

Emmanuelle LAUDE

soutenue publiquement le 3 octobre 1997 devant la Commission d' examen

Jury :	Messieurs	A. Simon	Président
		J. Driver	Rapporteur
		J. Y. Guédou	Rapporteur
	Madame	E. Gautier	Directeur de thèse
	Messieurs	J. Bechet	
		T. Bretheau	
		B. Champin	
		J. F. Uginet	



A mes parents

A mes grand-parents

à Hervé

AVANT-PROPOS

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques (UMR 7584) de l'École des Mines de Nancy.

Mes remerciements sont tout d'abord adressés aux partenaires industriels et universitaires, du Groupement de Recherche Titane (GDR Titane) pour l'aide constante et les échanges constructifs qui ont contribué au bon déroulement de ce travail.

Je remercie la Société Fortech pour sa contribution à cette étude, ainsi que Monsieur J. F. Uginet, Responsable du Département Métallurgie à FORTECH / AIRFORGE à Pamiers, pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Je remercie Monsieur A. Simon, Directeur du Laboratoire, pour l'intérêt constant qu'il a porté à ce travail, et pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Je remercie Monsieur J. Driver, Directeur de Recherches à l'École des Mines de Saint-Etienne, et Monsieur J. Y. Guédou, Adjoint au Chef du Département Matériaux et Procédés à la SNECMA, qui ont eu la gentillesse d'accepter de faire partie de mon jury de thèse et d'en être les rapporteurs.

Je remercie Messieurs J. Bechet, T. Bretheau, et B. Champin qui ont accepté d'examiner ce travail et de se joindre à ce jury.

Je remercie plus particulièrement Madame E. Gautier, Directeur de Recherches au CNRS, qui a suivi cette étude. Sa rigueur scientifique, ainsi que ses critiques pertinentes m'ont permis de progresser et contribuent largement à la bonne réalisation de ce travail.

J'exprime également mes sincères remerciements à Madame S. Denis, Directeur de Recherches au CNRS pour l'aide constante et sa disponibilité. Ses enseignements ont permis de mener à bien la deuxième partie de ce travail qui concernait la modélisation des transformations de phase dans les alliages de titane.

Je tiens également à remercier Denis Delannoy et Riccardo Sanguinetti pour leurs conseils et les nombreuses heures de discussion qu'ils nous ont accordées. Denis et Riccardo, qui ont fait partie de l'équipe de Recherche animée par Madame E. Gautier, ont étudié les transformations de phase sans déformation préalable dans les alliages de titane et leurs travaux constituent une "pierre" indispensable à la réalisation de cette étude.

Je tiens également à remercier les chercheurs, techniciens et thésards du Laboratoire, et plus particulièrement Madame J. Omé et Messieurs B. Colleret, A. Fuchs, J. P. Sartheaux et P. Archambault pour leur aide et leur soutien amical tout au long de ces années.

Enfin, j'exprime toute ma reconnaissance à Messieurs M. Lany, H. Husson et P. Poirot de l'Atelier Fer de l'École des Mines de Nancy pour la gentillesse et la promptitude de chacun à m'aider, contribuant ainsi au bon déroulement de ce travail.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION	6
I. ALLIAGES ET METHODES D'ANALYSE	9
I.1 Alliages de titane et éléments d'alliage	9
I.2 Alliages étudiés	12
I.2.1 L'alliage β -Cez	12
I.2.2 L'alliage 10.2.3	13
I.3 Traitements thermiques et thermomécaniques	14
I.3.1 Echantillons	14
I.3.2 Cycles thermiques et thermomécaniques réalisés	15
I.4 Analyse microstructurale	20
I.4.1 Préparation des échantillons	20
I.4.2 Observation des microstructures	21
I.5 Méthodes de suivi des cinétiques de transformations de phase	21
I.5.1 Suivi en continu de la cinétique de transformation de phase	22
I.5.2 Examen de séries d'échantillons à l'issue de maintiens interrompus	27
I.6 Analyse de la composition chimique locale	30

II. ETUDE DES TRANSFORMATIONS ISOTHERMES SANS DEFORMATION À PARTIR DU DOMAINE β DE L'ALLIAGE β-CEZ	31
II.1 Synthèse bibliographique des transformations de phase $\beta \rightarrow \alpha+\beta$ de l'alliage β-Cez	32
II.2 Cinétiques de transformation de phase sous conditions isothermes	36
II.2.1 Cinétiques globales expérimentales	36
II.2.1.1 Cinétiques de variation de la résistivité électrique	36
II.2.1.2 Comparaison des variations de résistivité électrique avec les variations du taux de phase α mesurés RX	39
II.2.1.3 Comparaison des variations de la résistivité électrique avec les variations du taux de β transformée déterminé par analyse d'images	42
II.2.1.4 Comparaison des deux méthodes discontinues	43
II.2.1.5 Comparaison des résultats issus des cinétiques de variation de la résistivité électrique avec les résultats de B. Cormier [5] et S.Bein [4]	44
II.2.2 Exploitation des cinétiques de transformation de phase isotherme	47
II.2.2.1 Description des cinétiques de transformation de phase isotherme	47
II.2.2.2 Evolution en fonction de la température des taux de phase α à l'équilibre	51
II.3 Etude microstructurale	53
II.3.1 Etude microstructurale qualitative	54
II.3.2 Etude microstructurale quantitative	62
II.3.2.1 Caractérisation de la phase α_{GB}	62
II.3.2.2 Caractérisation de la phase α_{WI}	63
II.3.3 Détermination de la composition chimique locale	65

II.4 Analyse des résultats	67
II.5 Conclusions de l'étude expérimentale des transformations isothermes sans déformation	74
III. ETUDE DE L'INFLUENCE D'UNE DEFORMATION SUR LA TRANSFORMATION DE PHASE $\beta \rightarrow \alpha$	75
III.1 Transformations de phase sous conditions isothermes	75
III.1.1 Influence de la déformation sur la précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$)	76
III.1.1.1 Cinétiques de transformation de phase	76
III.1.1.2 Analyse structurale	82
III.1.2 Influence de la déformation sur la précipitation des phases α_{WI}	90
III.1.2.1 Cinétiques de transformation de phase	90
III.1.2.2 Analyse structurale	93
III.1.3 Synthèse de l'étude de l'influence d'une déformation sur la cinétique de transformation de phase en régime isotherme	101
III.2 Transformations de phase en régime anisotherme	102
III.2.1 Influence de la déformation sur la précipitation de la phase α	102
III.2.2 Influence de la déformation sur les évolutions microstructurales	103
III.2.2.1 Etude microstructurale qualitative	104
III.2.2.2 Etude microstructurale quantitative	107
III.2.3 Synthèse de l'étude de l'influence d'une déformation au cours d'une transformation de phase anisotherme	110
III.3 Discussion	111
III.4 Conclusion partielle de l'étude	115

IV. MODÉLISATION DE LA CINÉTIQUE DE TRANSFORMATION DE PHASE SOUS CONDITIONS ANISOTHERMES	116
IV.1 Modélisation de la cinétique de transformation isotherme	117
IV.2 Modélisation de la cinétique de transformation anisotherme	121
IV.2.1 Hypothèses du modèle	121
IV.2.2 Présentation générale du modèle	121
IV.2.3 Données d'entrée	123
IV.2.4 Description du module de calcul de l'avancement de la transformation	123
IV.2.4.1 Calcul d'incubation	124
IV.2.4.2 Calcul de la progression de la transformation	125
IV.3 Détermination des données d'entrée	130
IV.3.1 Traitement des données cinétiques isothermes	130
IV.3.1.1 Alliage β -Cez	134
IV.3.1.2 Alliage 10.2.3	135
IV.3.2 Validité des données d'entrée	137
IV.3.2.1 Simulation sous conditions isothermes	137
IV.3.2.2 Simulation sous conditions anisothermes	139
IV.4 Conclusion partielle	142
V. CINÉTIQUE DE TRANSFORMATION DE PHASE SOUS CONDITIONS ANISOTHERMES	143
V.1 Simulation de la cinétique de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu	143
V.1.1 Alliage β -Cez	146
V.1.1.1 Cinétiques anisothermes simulées	146

V.1.1.2 Taux des différentes phases formées à 200°C	150
V.1.1.3 Diagrammes TRC	152
V.1.2 Alliage 10.2.3	155
V.1.2.1 Cinétiques anisothermes calculées	155
V.1.2.2 Taux des différentes phases formées	160
V.1.2.3 Diagrammes TRC	161
V.2 Analyse et discussion du modèle de calcul	164
V.2.1 Comparaison expérience-simulation	164
V.2.1.1 Alliage β -cez	165
V.2.1.2 Alliage 10.2.3.	175
V.2.2 Discussion des différents résultats issus du calcul	179
VI CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES	182
ANNEXES	
I Simulateur thermomecanique DITHEM	184
II Diffraction des rayons x	189
III Analyse de la composition chimique locale	192
IV Mesure des taux de phase et des parametres de maille par diffraction des rayons X	200
V Cinétique de transformation de phase sous conditions anisothermes	210
TABLE DES ILLUSTRATIONS	226
BIBLIOGRAPHIE	236

INTRODUCTION

Objectifs

L'objectif de ce travail consiste en l'étude expérimentale et la modélisation des transformations de phase dans les alliages de titane, et plus particulièrement de l'alliage β -Cez [1]. Il s'agit notamment de comprendre la formation des microstructures atteintes au cours de ces traitements et d'en prévoir leur cinétique de transformation. Cette démarche est essentielle puisque les propriétés finales des alliages sont conditionnées par les microstructures obtenues après plusieurs séquences de traitements thermomécaniques, à savoir une mise en solution dans le domaine β , suivie d'une mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$, et enfin d'un vieillissement.

Les transformations isothermes ou anisothermes, sans déformation préalable et après mise en solution dans le domaine β , ont été largement étudiées par C. Angelier [2, 3], S. Bein [4], B. Cormier [5], D. Delannoy [6] et Lhermitte [7]. Ces travaux ont permis de déterminer les mécanismes de précipitation intervenant au cours de traitements isothermes ou anisothermes. Par ailleurs, l'étude comparée des transformations isothermes ou anisothermes de trois alliages (6.2.4.6, β -Cez et 10.2.3), réalisée par S.Bein [4], a mis en évidence le rôle joué par les éléments d'addition intervenant dans la composition de ces alliages. Les travaux de R. Sanguinetti [8] ont montré que les morphologies finales obtenues après une deuxième mise en solution dans le domaine ($\alpha+\beta$) dépendent des conditions de traitements préalables. En particulier, elles sont fortement affectées par un refroidissement à partir du domaine β suivi d'un chauffage depuis la température ambiante jusqu'à celle de mise en solution dans le domaine biphasé ($\alpha+\beta$).

Dans le cadre de ce travail, les transformations de phase isothermes ainsi que celles apparaissant au cours d'un refroidissement à partir du domaine β ont été étudiées en analysant plus spécifiquement les cinétiques et les microstructures obtenues. De plus, un modèle de calcul de la cinétique de transformation de phase a été développé afin de prévoir la microstructure au cours d'un traitement thermique isotherme ou anisotherme. Le calcul a été appliqué à deux alliages, le β -Cez et 10.2.3.

Par ailleurs, lors de cycles de traitements menés dans un cadre industriel, l'alliage est souvent déformé pendant ou après la mise en solution en phase β . Les premiers travaux, réalisés en laboratoire, ont illustré de manière qualitative l'influence d'une faible déformation sur la transformation de phase ($\beta \rightarrow \alpha$) en conditions isothermes. F. Chaussy [9] a également analysé les mécanismes de déformation de la phase β et la précipitation succédant à cette déformation. Cette étude a été réalisée dans les cas de transformations isothermes pour des gammes étendues de vitesse et de taux de déformation, et plus particulièrement pour des déformations de grande amplitude.

Dans le cadre de notre étude, l'influence de la déformation à chaud sur la transformation de phase ($\beta \rightarrow \alpha$) a été étudiée qualitativement et quantitativement pour des conditions de transformation isotherme ou anisotherme dans le cas de déformations de faible amplitude.

Ce travail s'inscrit dans le cadre plus large des activités du Groupement de Recherche Titane (GDR Titane) [10] intitulé "Relations-structures-propriétés" des alliages de titane transformés à partir du domaine β ". L'objectif du GDR Titane concernait l'étude des relations existant entre les traitements, les structures et les propriétés des alliages au cours des différentes séquences de traitement thermique conduisant à l'obtention des microstructures.

Sur ce thème, différentes études ont été entreprises par les différents partenaires universitaires suivant deux axes complémentaires de travail : les relations entre propriétés mécaniques et microstructures d'une part, les relations entre traitements thermomécaniques et microstructures d'autre part. Notre étude a été centrée sur le deuxième axe de travail en étudiant plus particulièrement l'influence des traitements thermomécaniques sur les évolutions microstructurales au cours des transformations de phase apparaissant lors de ces traitements.

Les laboratoires universitaires qui sont intervenus sont les suivants : le Département de Matériaux de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, le Laboratoire de Métallurgie Structurale (LMS) d'Orsay, le Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques (LSG2M) de l'Ecole des Mines de Nancy, le Laboratoire de Métallurgie du CNAM à Paris, le Laboratoire de Mécanique et Physique des Matériaux de l'ENSMA de Poitiers et le Laboratoire de Génie Mécanique des Matériaux et Structures de l'Université de Technologie de Compiègne. Le GDR Titane associe à ces partenaires universitaires, un consortium d'entreprises qui ont financé l'ensemble des travaux réalisés dans ce contexte : CNRS, MRES, DRET-DGA, AEROSPATIALE, AUBERT ET DUVAL, CEZUS, FORTECH DIVISION AIRFORGE PAMIERS, SEP, SNECMA et TURBOMECA. Cette structure a permis un échange constructif et interactif entre les différents partenaires industriels et universitaires.

Présentation de l'étude

Ce travail représente donc une contribution à l'étude générale des relations entre traitements thermomécaniques et microstructures. Il s'articule autour de deux thèmes principaux :

- i) d'une part l'étude expérimentale des transformations de phase ($\beta \rightarrow \alpha$) de l'alliage β -Cez avec et sans déformation,
- ii) d'autre part la modélisation de la cinétique de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu, réalisée à partir du logiciel "Phase RC" initialement conçu pour la prévision des cinétiques de transformation de phase des aciers.

Ce mémoire est articulé autour de cinq chapitres. Le **premier chapitre** est consacré à la présentation des deux alliages de titane étudiés, le β -Cez et le 10.2.3, ainsi qu'à la description des méthodes expérimentales utilisées et des principales techniques expérimentales d'analyse mises en oeuvre au cours de cette étude.

Le **deuxième chapitre** porte sur l'étude des transformations isothermes de l'alliage β -Cez après mise en solution dans le domaine β sans déformation préalable. L'objectif est donc ici de comprendre la formation des microstructures atteintes au cours de ces traitements et de déterminer leur mécanisme de formation afin de prévoir leur cinétique de transformation de phase.

Dans le **troisième chapitre**, nous avons caractérisé l'effet d'une déformation plastique, tant sur la cinétique globale que sur les microstructures obtenues, pour des conditions de déformation et de transformation isothermes ou anisothermes.

Le **quatrième chapitre** est consacré à la description détaillée du modèle de calcul de la cinétique de transformation de phase et de ses hypothèses, ainsi qu'à la détermination des données d'entrée.

Dans le **cinquième chapitre**, nous présentons l'ensemble des résultats numériques de simulation, qui sont ensuite confrontés à un ensemble de résultats expérimentaux obtenus lors de transformations anisothermes sans déformation.

Les conclusions générales de l'étude réalisée dans ce travail, ainsi que les perspectives concernant la modélisation des cinétiques des transformations de phase, sont enfin reprises dans le **sixième et dernier chapitre**.

I. ALLIAGES ET MÉTHODES D'ANALYSE

Le premier objectif de ce chapitre est de rappeler les caractéristiques principales du titane et de ses alliages. Après nous être intéressés plus particulièrement aux différents éléments et types d'alliages, nous présentons les deux alliages de titane abordés dans cette étude, le β -Cez et le 10.2.3.

Le deuxième objectif est de décrire l'ensemble des méthodes expérimentales mises en oeuvre pour réaliser cette étude. Nous présentons principalement le simulateur thermomécanique sur lequel les essais ont été réalisés ainsi que les principales techniques expérimentales d'analyse.

I.1 Alliages de titane et éléments d'alliage

Le titane pur [11, 12] présente à température ambiante une structure hexagonale, dite α , qui est stable jusqu'à 882°C. A cette température, le titane pur subit une transformation allotropique. Au-dessus de cette température, aussi appelée transus β , la structure devient cubique centrée et est appelée β . Les éléments d'alliage ont pour effet de stabiliser l'une ou l'autre de ces phases en faisant apparaître un domaine biphasé ($\alpha+\beta$) et en modifiant la température de transus, ainsi que les cinétiques de changement de phase [13, 14, 15].

- **Les éléments alphagènes** sont les éléments interstitiels O, N, B, C et l'élément substitutionnel Al, qui agrandissent le domaine d'existence de la phase α en élevant la température de transus.
- **Les éléments d'addition bétagènes** stabilisent la phase β en diminuant la température de transus. Nous distinguons deux types d'éléments bétagènes : d'une part les éléments isomorphes (Mo, V, Nb et Ta) qui forment une solution solide avec le titane et d'autre part les éléments eutectoïdes interstitiel (H) ou substitutionnels (Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W, Co, Ag, Au et Si) qui peuvent, suivant leur teneur, donner des composés eutectoïdes avec le Titane.
- **Les éléments neutres** tels Sn, Zr, Hf et Ga n'ont pas de solubilité préférentielle dans l'une ou l'autre de ces deux phases, et donc pas ou peu d'influence sur la température de transus. Ils provoquent essentiellement un durcissement de la solution solide.

Il existe de ce fait cinq types d'alliages de titane qui sont classés suivant la nature des phases prédominantes à température ambiante dans l'état d'utilisation [12]. Ces alliages peuvent être repérés sur un diagramme pseudo-binaire en fonction de la température et du pourcentage d'éléments bétagènes [15]. Ce schéma est présenté figure I.1.

- **Les alliages α** ont une composition telle que la phase β ne peut être retenue à température ambiante. Ces alliages ne sont donc pas sensibles aux traitements thermiques.
- **Les alliages pseudo- α** contiennent essentiellement des stabilisants alphagènes, en tolérant cependant une faible concentration d'éléments bétagènes. Dans ces alliages, une faible quantité de phase β peut être retenue sous forme métastable à température ambiante si un enrichissement se produit dans le domaine $(\alpha+\beta)$ au cours du refroidissement depuis le domaine β [12].
- **Les alliages $(\alpha+\beta)$** qui sont les plus couramment utilisés ont des concentrations en stabilisants alphagènes et bétagènes suffisantes pour produire jusqu'à température ambiante un domaine $(\alpha+\beta)$. La phase β peut se décomposer, soit partiellement en phase α pendant le refroidissement, soit en une martensite par trempe. Ces alliages présentent l'avantage d'offrir une plus grande diversité de microstructures que les autres alliages, ainsi qu'une large plage de températures d'utilisation.
- **Les alliages pseudo- β** ont une teneur en éléments bétagènes suffisamment élevée pour abaisser considérablement la température de transus β . Ils sont appelés *pseudo- β* car la température M_s de formation de la martensite est inférieure à la température ambiante. Une phase métastable β peut être retenue à température ambiante. De plus, la cinétique de germination et de croissance de la phase α est fortement ralentie, étant données les faibles températures de précipitation de ces alliages.

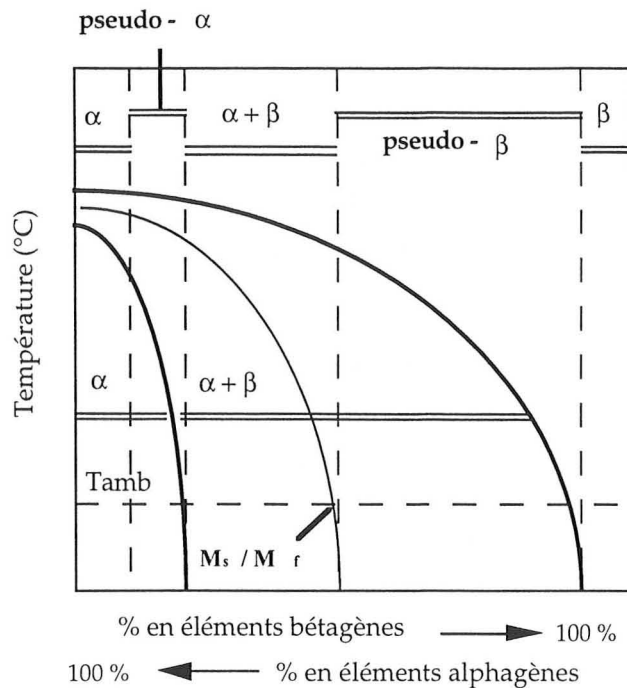


Figure I.1 : Représentation Schématique du diagramme pseudo-binaire d'alliages de titane.

Selon la nature des éléments d'addition (alphagènes ou bétagènes), les différents alliages peuvent être comparés suivant leur équivalent Al ou Mo, notés respectivement Al_{eq} ou Mo_{eq} [19]. Al_{eq} représente la teneur en aluminium qui est équivalente à la somme pondérée des quantités d'éléments α -gènes présents dans l'alliage, tandis que Mo_{eq} représente la teneur en molybdène qui est équivalente à la somme pondérée des quantités d'éléments β -gènes. Les valeurs d'équivalence sont données par les relations suivantes :

- Al_{eq} (% massique) = $Al + Sn/3 + Zr/6 + 10 O_2$
- Mo_{eq} (% massique) = $Mo + V/1,5 + Cr/0,6 + Fe/0,35 + Cu/1,3 + Nb/3,6$

Les phases α et β sont donc les phases rencontrées dans le titane pur et dans les alliages à base de titane [13]. Les paramètres de maille de la phase α hexagonale du titane pur sont, à température ambiante : $a_\alpha = 2,95 \text{ \AA}$ et $c_\alpha = 4,68 \text{ \AA}$. La phase haute température β est cubique centrée de paramètre $a_\beta = 3,28 \text{ \AA}$.

Dans le cas des alliages de titane, ces paramètres varient en fonction de la teneur en éléments d'addition : les paramètres de la phase α évoluent peu, tandis que le paramètre de la phase β est très sensible aux variations de composition chimique [3].

I.2 Alliages étudiés

Les deux alliages étudiés sont l'alliage β -Cez [1] et l'alliage de titane 10.2.3 [16, 17]. L'étude expérimentale s'est portée sur le comportement du β -Cez lors de traitements thermomécaniques, puisque l'un des objectifs principaux était de comprendre l'influence d'une déformation préalable sur la transformation de phase de l'alliage étudié.

L'approche comparative expérimentale des transformations de phase lors d'un refroidissement, a été menée au CNAM sur trois alliages, le β -Cez, le 10.2.3 et le 6.2.4.6 dans le cadre de traitements thermiques simples [4]. Le calcul de la cinétique de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu est appliqué à deux alliages, le β -Cez et le 10.2.3.

I.2.1 L'alliage β -Cez

Cet alliage [1] a été développé, dans le cadre d'un programme de recherche initié en 1983 par la société CEZUS en collaboration avec la SNECMA. Cet alliage est destiné à la fabrication de pales et de disques de compresseurs utilisés dans les moteurs d'avion. L'objectif de la mise au point de cet alliage était de développer un produit présentant de bonnes propriétés mécaniques, telles que la résistance mécanique en traction, la ténacité, une bonne résistance au fluage jusqu'à 450°C, et une bonne déformabilité.

Sa composition pondérale nominale est la suivante : 82%Ti-5%Al-2%Sn-4%Zr-4%Mo-2%Cr-1%Fe. Le molybdène et le chrome sont deux éléments β -stabilisateurs qui confèrent à l'alliage une bonne trempabilité pour le premier, et une bonne stabilité thermique de la phase β pour le second. L'aluminium augmente la résistance mécanique à chaud tout en diminuant la densité. Le zirconium et l'étain améliorent la résistance au fluage et à la traction. La température de transus est proche de 890°C et la masse volumique de cet alliage est voisine de 4,65 g/cm³

L'alliage β -Cez utilisé dans cette étude nous a été fourni par la société CEZUS. Il a été livré sous forme de barres cylindriques laminées provenant de la coulée 201111. L'analyse chimique relative au matériau prélevé en tête, au milieu et en pied du lingot brut de coulée, a été réalisée par CEZUS. Les teneurs des différents éléments sont données dans le tableau I.1. La température de transus déterminée par CEZUS par analyse thermique différentielle est d'environ 878°C. D. Delannoy [6] et S. Bein [4] ont déterminé par des mesures de résistivité électrique, une température de transus égale à 890°C.

Position dans le lingot (coulée 201111)	Al %	Sn %	Zr %	Mo %	Cr %	Fe %	O ppm	C ppm	H ppm	N ppm
Tête	4,89	2,02	4,13	4,11	1,87	0,82	1055	52	-	59
Milieu T	4,87	1,99	4,3	4,01	1,94	0,9	990	55	-	55
Milieu P	4,89	1,99	4,47	3,95	2,03	0,97	985	55	-	53
Pied	4,93	1,99	4,56	3,9	2,16	1,04	915	61	-	48

Tableau I.1 : Composition chimique de l'alliage β -cez : analyse chimique sur le lingot de la coulée 201111 d'après les mesures réalisées par CEZUS.

I.2.2 L'alliage 10.2.3

Cet alliage est classé dans les alliages de titane β -métastables [16, 17]. Son utilisation est envisagée pour la fabrication de pièces d'hélicoptère. La composition pondérale nominale de cet alliage, élaboré par CEZUS, est la suivante : 85%Ti-10%V-2%Fe-3%Al.

La quantité d'éléments β tagènes tels que le vanadium et le fer, est suffisante pour éviter la transformation martensitique par trempe. L'ajout d'aluminium permet une précipitation fine de phase α . La température de transus de cet alliage a été déterminée par micrographie et résistivimétrie par S. Bein [4]. Les observations microstructurales conduisent à une température de transus égale à 800°C. La température de transus, déterminée par résistivimétrie avec une précision de $\pm 5^\circ\text{C}$, est égale à 805°C.

I.3 Traitements thermiques et thermomécaniques

Les essais thermiques et thermomécaniques ont été réalisés sur un simulateur thermomécanique DITHEM permettant d'appliquer à une éprouvette de traction un cycle thermomécanique contrôlé [18]. Cet appareil est décrit dans l'Annexe I. L'essai est entièrement contrôlé par un ordinateur Macintosh. Le logiciel, réalisé au laboratoire par P. Archambault, permet la gestion de l'essai, la programmation et la régulation du cycle thermomécanique, ainsi que l'acquisition des données. Il est possible d'avoir accès, en cours de traitement, aux mesures simultanées de la température, de la contrainte, de la déformation de l'échantillon et du déplacement du vérin hydraulique.

Un cycle thermomécanique se compose d'une succession de segments représentatifs de chaque étape de l'essai. L'expérimentateur indique pour chaque segment les consignes suivantes :

- la température initiale au début du segment, pour le premier segment uniquement,
- la température finale atteinte à la fin du segment,
- la durée du segment,
- le pas d'acquisition souhaité (valeur minimale de 10 ms),
- le paramètre de régulation mécanique : force, incrément de déplacement du vérin ou de déformation de l'échantillon.

L'expérimentateur indique également à chaque segment les paramètres PID (actions Proportionnelle, Intégrale et Dérivée) de régulation. Ces différents paramètres sont optimisés et mis en mémoire pour chaque segment.

I.3.1 Echantillons

Les éprouvettes de laboratoire sont prélevées parallèlement au sens longitudinal des barres forgées. Les barres cylindriques laminées de β -Cez, provenant de la coulée 201111, ont été découpées en cylindres de 80 mm de longueur environ, puis découpées à nouveau et usinées sous forme d'éprouvettes de traction. Le schéma des éprouvettes de traction est représenté sur la figure I.2. Ces éprouvettes ont été usinées à l'Atelier Fer de l'Ecole des Mines de Nancy. La longueur de la partie utile de l'éprouvette est de 30 mm et le diamètre, de 6 mm. Cette dernière dimension se justifie par la taille élevée des grains pouvant être obtenue après traitements thermiques ou thermomécaniques [19]. Ces éprouvettes

possèdent des têtes creuses permettant le passage de tiges de silice, afin de réaliser une mesure de la déformation d'une longueur la plus proche possible de celle de la zone utile de l'éprouvette de traction (cf. Annexe I).

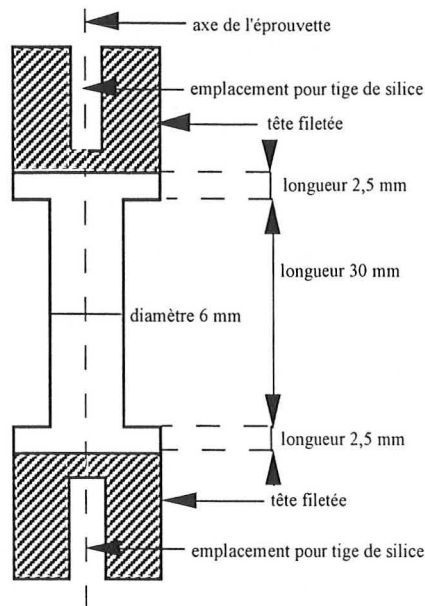


Figure I.2 : Schéma d'une éprouvette de traction.

1.3.2 Cycles thermiques et thermomécaniques réalisés

L'étude expérimentale porte essentiellement sur l'effet d'une déformation plastique de la phase β sur la précipitation ultérieure de la phase α . Nous avons étudié l'influence d'une déformation réalisée à température constante, sur la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$, cette transformation se produisant sous conditions isothermes dans un premier temps, puis sous conditions anisothermes. Différents cycles thermomécaniques ont donc été appliqués [20].

Comme cette étude porte sur l'influence d'une déformation de la phase β sur la cinétique de précipitation de la phase α , la mise en solution de l'alliage se fait toujours en phase β . Pour tous les cycles, la vitesse de chauffage (5°C/s) et la mise en solution à une température supérieure de 30°C à la température de transus (920°C , 30 mn) sont identiques. Les essais ont été réalisés sous vide dans une enceinte maintenue à une pression résiduelle de 10^{-6} bar, ceci afin de limiter au maximum l'oxydation de l'échantillon pendant la durée du traitement.

L'influence d'une déformation plastique a été étudiée en premier lieu dans le cas de transformations sous conditions isothermes. La déformation (taux de déformation ϵ égal à 10% ou 25%) est appliquée à température et vitesse de déformation constantes (vitesse de

déformation $\dot{\epsilon} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$). Les cinétiques de transformations isothermes sont étudiées à 830, 790, 750, 700 et 600°C et la déformation est appliquée soit à 920°C, soit à 830°C ou à 790°C. Les cycles thermomécaniques correspondant à ces essais sont schématiquement présentés sur la figure I.3. On peut distinguer trois types de cycles :

- la déformation est appliquée dans le domaine β , à la température de mise en solution (cycle 1) et l'étude de la transformation de phase se fait à une température inférieure,
- la déformation est appliquée dans le domaine β -métastable à une température supérieure à la température de transformation isotherme (cycle 2),
- la déformation est appliquée à la température de transformation, dès que cette température est atteinte (cycle 3).

Entre la température de mise en solution et celle de transformation isotherme, l'éprouvette de traction est refroidie naturellement, c'est à dire sous vide, quelle que soit la température de transformation isotherme étudiée.

Pour les températures supérieures ou égales à 700°C, ce refroidissement est sensiblement linéaire dans le temps et la vitesse de refroidissement, égale à 5°C/s, est la même pour tous les essais. Par contre, si la température de maintien isotherme étudiée est égale à 600°C, le refroidissement "naturel" n'étant plus suffisant pour assurer une vitesse constante de 5°C/s, la température de maintien est alors atteinte avec une dizaine de secondes de retard par rapport à la durée nécessaire au refroidissement de l'éprouvette à une vitesse constante de 5°C/s.

Cette étude de l'influence d'une déformation plastique a été étendue dans le cas des transformations se produisant sous conditions anisothermes. La déformation (taux de déformation $\dot{\epsilon}$ égal à 25%) est appliquée à température et vitesse de déformation constantes ($\dot{\epsilon} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$), en fin de mise en solution dans le domaine β (920°C).

Les échantillons ainsi déformés, sont ensuite refroidis à vitesse constante jusqu'à la température ambiante. Les cinétiques de transformations anisothermes sont étudiées pour des refroidissements continus de 1°C/s (3600°/h), 600°C/h et 150°C/h. Les cycles thermomécaniques correspondants à ces essais sont schématiquement représentés sur la figure I.4.

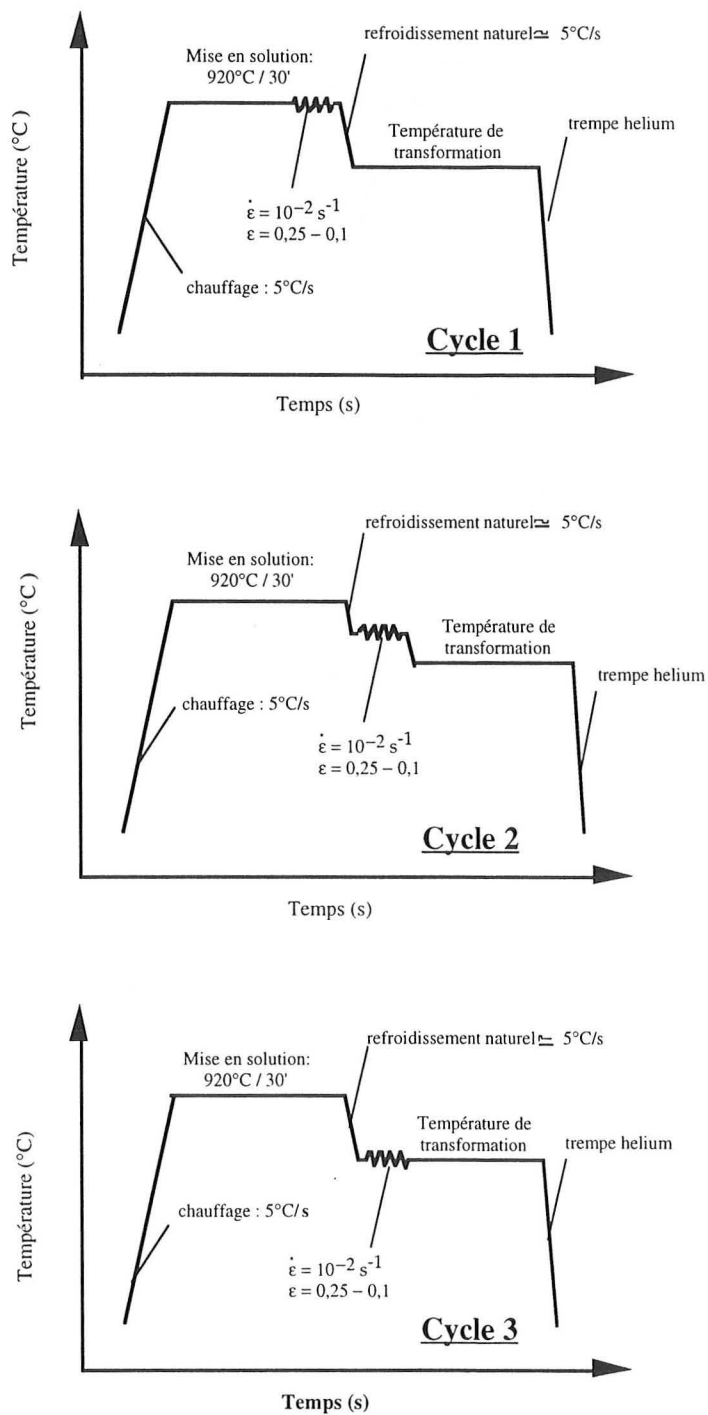
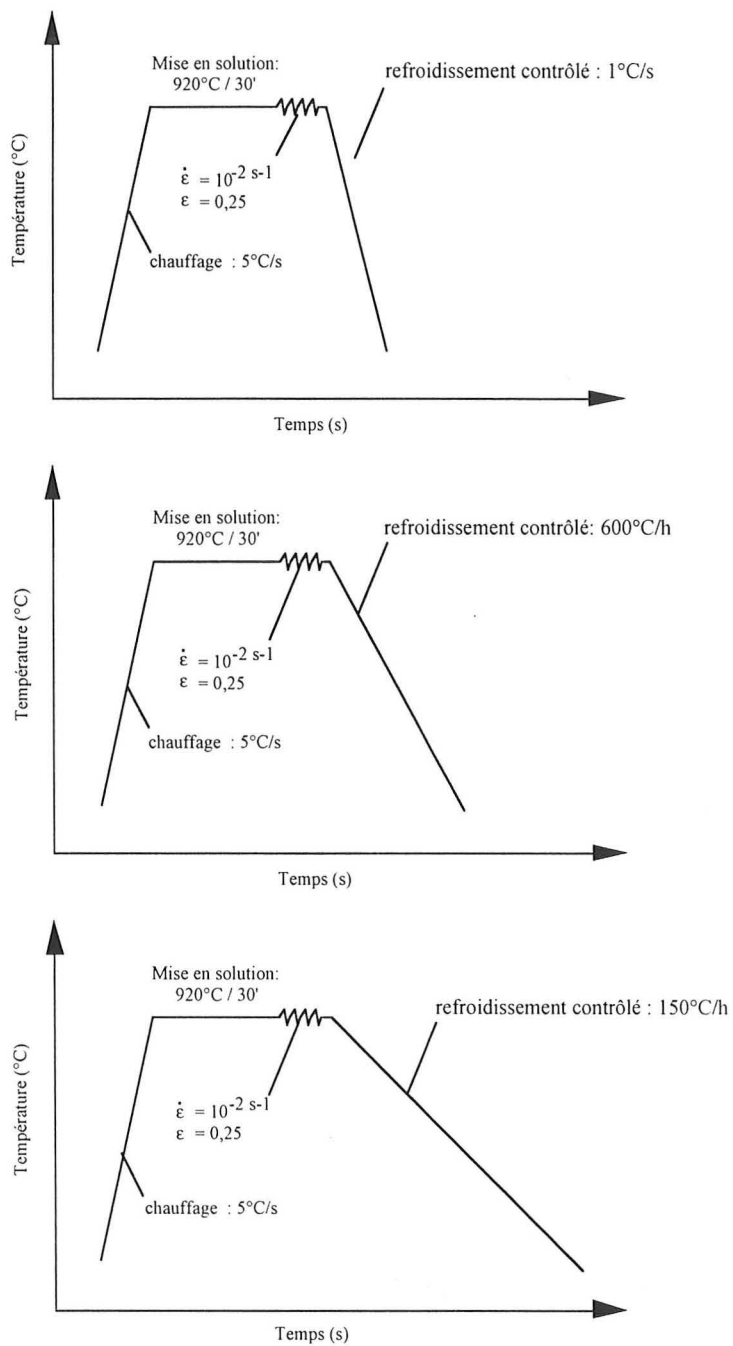


Figure I.3 : Cycles thermomécaniques effectués pour l'étude de l'influence de la déformation sur la transformations de phase $\beta \rightarrow \alpha$ sous conditions isothermes.



Cycle 4

Figure I.4 : Cycles thermomécaniques effectués pour l'étude de l'influence de la déformation sur la transformation de phase b->a sous conditions anisothermes.

Homogénéité de la température durant l'essai

L'homogénéité de température dans la zone utile de l'échantillon, pendant toute la durée du traitement thermique, est une condition indispensable pour atteindre des résultats pertinents, notamment pour les variations de résistivité électrique. Afin de contrôler en continu l'homogénéité de température de l'échantillon, deux thermocouples Pt-Pt Rh 10 % ont été soudés aux extrémités de la partie utile de l'échantillon, de part et d'autre du thermocouple de régulation Pt-Pt Rh 10 % soudé au milieu de la partie utile de l'éprouvette.

L'échantillon étant chauffé par induction, un tube en alumine a été intercalé entre l'inducteur et l'échantillon afin d'améliorer l'homogénéité de température dans l'éprouvette. L'alumine étant un matériau isolant électrique insensible aux courants inductifs, ce tube nous permet d'éviter les pertes thermiques par rayonnement dans le vide et de limiter l'écart maximal entre le centre et les têtes de l'échantillon à plus ou moins 5°C. Par contre, la présence de ce tube intercalé entre l'inducteur et l'échantillon, ne nous permet pas de faire des refroidissements rapides par jets d'hélium entre 920°C (température de mise en solution) et la température de maintien. En effet, les mouvements de convection du gaz de refroidissement à l'intérieur du tube engendrent de trop grands écarts thermiques dans la zone utile de l'éprouvette, et conduisent donc à une non inhomogénéité de la cinétique de transformation de phases.

De plus, la transformation de phase est suivie en continu par des mesures de variations de résistivité électrique pendant toute la durée de la transformation. Par conséquent, une différence de potentiel liée aux écarts de températures peut s'avérer très gênante dans la mesure où elle perturbe la variation de différence de potentiel liée à la transformation, notamment au début de celle-ci. Dans le cas des essais isothermes, le maintien à 920°C pendant 30 minutes est suivi d'un refroidissement naturel de 5°C/s jusqu'à la température de transformation (cycles 1, 2 et 3) ou de déformation (cycle 2), afin d'éviter de trop grands gradients thermiques. Dans le cas des essais anisothermes (cycle 4), le refroidissement contrôlé se fait sans apport de gaz de refroidissement pour les mêmes raisons que celles évoquées précédemment.

Afin de pouvoir mettre en évidence l'effet des déformations plastiques, nous comparons les résultats obtenus pour des échantillons déformés (cycles 1 à 4) avec ceux des échantillons non déformés, tant pour les cinétiques de transformation de phase que pour les microstructures obtenues après traitements isothermes et anisothermes. Ceci est rendu possible dans la mesure où tous les échantillons subissent effectivement le même cycle de traitement thermique.

I.4 Analyse microstructurale

L'analyse microstructurale est réalisée afin d'obtenir des données qualitatives et quantitatives quant à la morphologie des différentes phases en présence dans le matériau, en relation avec les traitements thermiques ou thermomécaniques suivis.

I.4.1 Préparation des échantillons

Après traitement thermique ou thermomécanique, les éprouvettes sont découpées longitudinalement. La préparation des échantillons en vue de l'analyse microstructurale se déroule de la manière suivante :

- **1^{ère} étape :**

tronçonnage sous eau de l'éprouvette à l'aide d'une micro coupeuse STRUERS, la vitesse de rotation du disque étant de 20 tours/min.

- **2^{ème} étape :**

polissage mécanique sous eau et sur papier abrasif jusqu'au grade 1200 (polisseuse automatique Abrapol-2/STRUERS)

- **3^{ème} étape :**

polissage de finition (polisseuse automatique Abrapol-2/STRUERS) à l'OPS (granulométrie 3 μm) sur drap en feutre.

Après polissage sur papier abrasif et finition sur feutre, la microstructure est révélée par une attaque chimique. Le réactif d'attaque employé a la composition chimique suivante :

- 5% H_2O_2 en volume
- 2% HF en volume
- 93% H_2O en volume

Ce réactif d'attaque permet d'obtenir de bons résultats, à la fois en microscopie optique et en microscopie à balayage.

I.4.2 Observation des microstructures

Les échantillons sont observés au microscope optique (POLYVAR-MET) jusqu'à un grossissement x1000 ou au microscope électronique à balayage (MEB) pour les grossissements supérieurs (grossissements x1000 à x12000).

Les observations micrographiques au MEB ont été faites en électrons secondaires et en électrons rétrodiffusés avec effet de numéro atomique (BSEz). Deux appareillages ont été utilisés : la microsonde CAMECA MS 50 au laboratoire et le MEB Hitachi du Service Commun de Microscopie de la Faculté des Sciences à l'Université Henri Poincaré - Nancy I.

I.5 Méthodes de suivi des cinétiques de transformations de phase

Nous présentons dans ce paragraphe les méthodes expérimentales que nous avons utilisées, qui nous permettent d'avoir accès aux cinétiques de transformation de phase. De manière générale, les cinétiques peuvent être suivies, soit par des méthodes discontinues, soit par des méthodes continues.

Les méthodes discontinues telles que la métallographie quantitative, la diffraction des rayons X ou la mesure de certaines propriétés mécaniques telles que la dureté, nécessitent l'examen :

- soit de série d'échantillons maintenus à une température donnée, pendant des durées de maintiens différentes à l'issue desquelles la transformation est interrompue par trempe rapide,
- soit d'un seul échantillon, pour lequel il est possible de réaliser une succession de traitements interrompus pendant la durée de l'analyse.

Chacune de ces méthodes nécessite de pouvoir interrompre à tout moment la transformation par une trempe rapide, figeant ainsi la microstructure atteinte au moment de l'interruption. La deuxième méthodologie n'a pas été utilisée dans ce travail, car les trempes et réchauffages successifs qu'impliquent un telle méthode, peuvent modifier la transformation de phase [21]. Nous avons donc utilisé la première méthode.

Les méthodes continues consistent à observer et évaluer les modifications d'une propriété physique de l'alliage étudié sensible à la transformation de phase, par exemple :

- la mesure des variations de résistivité électrique,
- la mesure des variations de volume (dilatométrie),
- la mesure des variations des propriétés magnétiques.

L'avantage des méthodes continues par rapport aux méthodes discontinues sont :

- l'accès immédiat à une signature continue et globale de la cinétique de la transformation, sans nécessité de l'interrompre,
- la rapidité de mise en oeuvre de la méthode, qui une fois testée et établie, permet d'avoir accès à des données essentielles.

Suivant la propriété étudiée, il peut y avoir une relation directe entre celle-ci et le taux de phase formée. Ceci est souvent le cas de transformations présentant des variations de volume, justifiant ainsi l'utilisation de méthodes thermodilatométriques pour de telles transformations.

Si l'on utilise des méthodes telles que les mesures de variations de résistivité électrique ou thermomagnétiques, la corrélation entre le taux de variation de la propriété mesurée et le taux de phase formée doit être établie, et ceci pour chaque type de transformation de phase rencontrée, comme nous le verrons au Chapitre II.

I.5.1 Suivi en continu de la cinétique de transformation de phase

Dans notre travail, les cinétiques de transformation de phase sont suivies en continu par des mesures de variations de la résistivité électrique [22, 23]. La résistivimétrie est une méthode, basée sur une mesure de la différence de potentiel entre deux bornes distantes de l'échantillon traversé par un courant constant, qui permet de suivre les changements de structure des échantillons.

Il aurait aussi été possible de suivre l'évolution de la transformation de phase par dilatométrie. Mais, dans le cas des alliages de titane, cette technique est peu sensible aux transformations de phase, bien qu'elle ait été employée par S. Bein [4]. La comparaison de ces deux méthodes, réalisée par N. Côme-Dingremont au cours d'essais en refroidissement continu pour l'alliage TA6V, a montré que les mesures de résistivité électrique et de dilatométrie, présentent aux mêmes températures, des anomalies liées aux changements de phase, la résistivimétrie étant cependant beaucoup plus sensible à ces phénomènes.

Cette technique, a aussi été utilisée, pour l'alliage β -Cez, par Delannoy [6] pour l'étude des transformations de phase isothermes $\beta \rightarrow \alpha$, et par R. Sanguinetti [8] pour l'étude des transformations de phases à partir de la phase β -métastable. La pertinence des premiers résultats obtenus au laboratoire pour l'alliage β -Cez [8, 24, 25], a conduit S. Bein [4] à l'utiliser pour l'approche comparative des transformations de phase $\beta \rightarrow \alpha$ des alliages 6.2.4.6, β -Cez et 10.2.3.

Intérêt de la mesure des variations de résistivité électrique

La résistivité électrique est une propriété physique spécifique des matériaux purs ou alliés, qui varie suivant la composition chimique des alliages d'une part, et suivant leur morphologie (granulométrie, défauts) d'autre part. La mesure des variations de cette grandeur spécifique permet de suivre de manière continue les transformations d'ordre physique ou chimique liées à une élévation ou un abaissement de la température des matériaux étudiés.

La résistivité électrique est isotrope dans les cristaux cubiques mais présente une anisotropie marquée dans les cristaux hexagonaux et dans les autres structures non cubiques. Par ailleurs, elle est très sensible à la présence d'éléments en solution ou de phases multiples. En effet, on observe généralement dans le cas d'alliages métalliques, une augmentation de la résistivité au cours d'un cycle de traitement thermique pendant lequel la température est constante. La diminution de la conductivité s'explique par le fait que la mobilité des électrons de conduction est limitée par toute perturbation de la périodicité du réseau cristallin [26] : précipitation de nouvelles phases, dislocations, contraintes, éléments interstitiels, etc. Ces perturbations provoquent généralement une augmentation de la résistivité électrique.

L'intérêt de la mesure de la résistivité au cours d'un traitement thermique réside dans le fait que celle-ci varie avec la température et dépend de la nature des phases présentes dans l'échantillon.

Mise en oeuvre de la méthode de suivi de la transformation par résistivimétrie

La méthode utilisée est une méthode en "quatre points", dont le principe est illustré sur la figure I.5. L'échantillon est traversé par un courant constant. la différence de potentiel (ddp) est mesurée en continu dans une zone centrale de la partie utile de l'échantillon. Lorsqu'un courant d'intensité I traverse le matériau de résistance R , on mesure aux bornes de l'échantillon une différence de potentiel V , donnée par la loi d'Ohm :

$$V = R I \quad (I.1)$$

Les unités utilisées pour V , R et I sont respectivement le Volt (V), l'Ohm (Ω) et l'Ampère (A). Connaissant les dimensions relatives à la zone où s'effectue la mesure de potentiel, on calcule la résistance spécifique ou *résistivité* du matériau :

$$\rho = \frac{R S}{L} \quad (I.2)$$

La résistivité ρ , qui s'exprime en Ωm , caractérise la résistance opposée au passage d'un courant électrique dans le matériau, pour une section S et une longueur L unitaires.

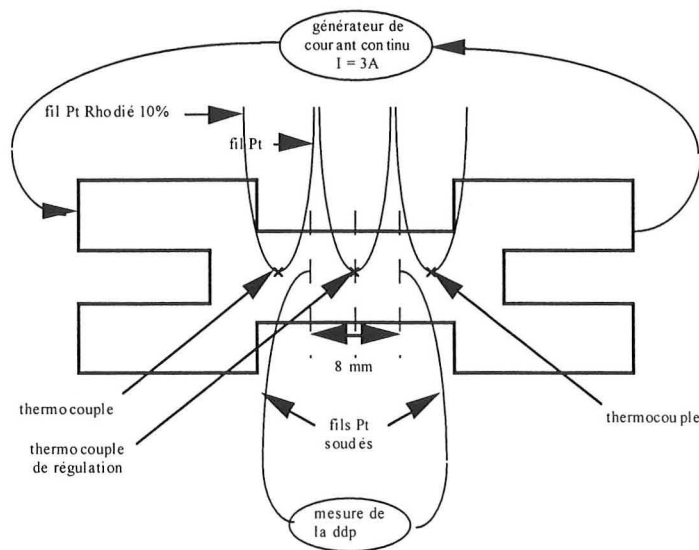


Figure I.5. : Mesure de la résistivité électrique par la méthode des quatre pointes alignées [22].

Dans le cas considéré, la mesure de la ddp est réalisée par des fils de platine soudés dans la zone centrale de la partie utile, la distance séparant les deux bornes étant égale à 8 mm. L'arrivée du courant est assurée au travers des mors de l'éprouvette de traction. L'échantillon est traversé par un courant continu constant, égal à 3 A. Pour l'ensemble des essais réalisés, la température de l'échantillon servant de référence au cycle thermique, est mesurée, via un thermocouple dit *de régulation*, au milieu de la zone utile de l'échantillon. La mesure de la température est également effectuée à proximité des têtes de l'échantillon, afin de pouvoir exclure tout essai pour lequel les écarts de température par rapport à la température de référence seraient trop importants. Une analyse de la méthode de la résistivité électrique est amplement détaillée dans le travail de D. Delannoy [6]. En utilisant

ce type de mesure, les variations en continu des différences de potentiel $\Delta V(t)$ sont enregistrées en fonction du temps et de la température.

Les cinétiques de variations de ddp dues aux changements de phases, sont exploitées de la manière suivante :

- soit V_0 la valeur du potentiel électrique mesurée au début du maintien isotherme à la température de transformation, ou à la fin de la mise en solution dans le cas d'un transformation anisotherme,
- soit V_{fin} la valeur du potentiel électrique mesurée à la fin de la transformation de phase,
- $\Delta V(t) = V(t) - V_0$ est la valeur de la différence de potentiel due au changement de phase à l'instant t de la transformation,
- $\Delta V_{fin} = V_{fin} - V_0$ est la valeur de la différence de potentiel due au changement de phase à la fin de la transformation.

Les courbes de variations de ddp $\Delta V(t)$ sont ensuite transformées en courbes de variations relatives $\Delta V(t)/\Delta V_{fin}$. Ces dernières sont normées de 0 à 100%, de façon à ce que 100% corresponde au taux maximal de phase α pouvant être formée à cette température, et 0 à 0% de cette transformation.

La figure I.6, sur laquelle est présentée une courbe expérimentale de variations de ddp , illustre la manière dont sont exploitées ces courbes.

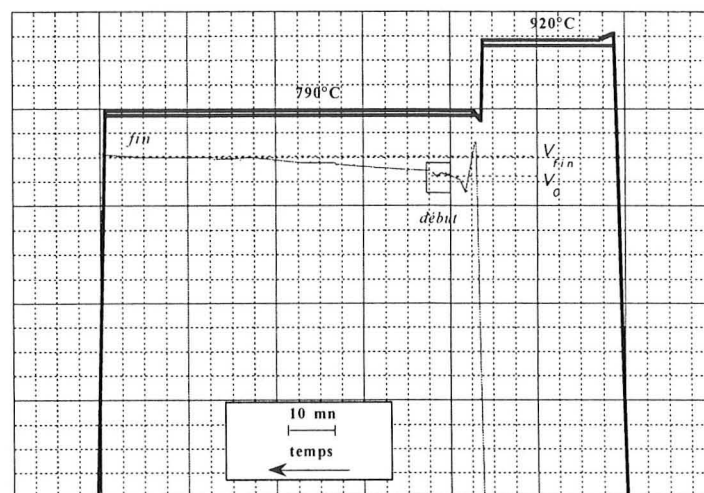


Figure I.6. : Enregistrement de la variation de ddp lors d'un maintien isotherme sans déformation à 790°C.

Pour nos essais, l'intensité du courant I étant constante, les variations relatives de ddp $dV(t)/V(t)$ ainsi que les variations relatives de résistivité électrique $d\rho(t)/\rho(t)$, sont liées par la relation suivante :

$$\frac{dV}{V} = \frac{d\rho}{\rho} + \frac{dS}{S} - \frac{dL}{L} \quad (I.3)$$

Si nous faisons l'hypothèse que la géométrie de la mesure (distance L entre les points de mesure, section S de l'échantillon) ne varie pas au cours de l'essai, la relation (I.4) est alors vérifiée :

$$\frac{dV}{V} = \frac{d\rho}{\rho} \quad (I.4)$$

Nous pouvons alors considérer que les variations relatives de potentiel $dV(t)/V(t) = f(t)$ correspondent effectivement aux variations de résistivité électrique dues aux variations de température et aux changements de phase. Cette hypothèse (L et S constantes) n'est raisonnable que dans la mesure où les variations dimensionnelles de l'échantillon sont effectivement négligeables par rapport aux variations de résistivité dues aux variations de températures et aux changements structuraux. Dans le cas d'essais avec déformation, les variations de l'échantillon au cours de la déformation sont importantes, entraînant une variation de résistivité électrique. Par contre, au cours de la transformation de phase, les variations dimensionnelles sont à nouveau très faibles. Une restauration des défauts peut cependant intervenir, conduisant alors à une variation de la résistivité électrique qui perturbe les variations relatives au changement de phase. Mais il est relativement difficile de tenir compte de cette perturbation. Aussi, nous intéressons nous surtout aux variations relatives de ddp $\Delta V(t)/\Delta V_{fin}$.

I.5.2 Examen de séries d'échantillons à l'issue de maintiens interrompus.

Afin de corréliser les variations de ddp au taux de phase α formée, les taux de transformation d'échantillons partiellement et complètement transformés, ont été déterminés par diffraction des rayons X et métallographie quantitative.

a) Dosages quantitatifs par diffraction des rayons X

La caractérisation des alliages étudiés par diffraction des RX, permet de déterminer la structure cristalline du matériau d'une part, et d'évaluer les taux des différentes phases en présence et les paramètres de maille d'autre part. L'exploitation des résultats est basée sur les travaux de Cormier [5]. Tous les dosages ainsi que les calculs ont été faits au laboratoire par M. Zandona. La méthode de dosage quantitatif utilisée est décrite de manière détaillée dans l'Annexe II.

b) Détermination du taux d'occupation de la phase α par analyse d'images

Le taux de phase β qui s'est transformée (notée $\beta_{\text{transformée}}$), est déterminé par analyse d'images. Les images obtenues par microscopie optique, sont traitées par le logiciel VISILOG, installé sur SUN. La trame utilisée est une trame carrée 512 x 512. Ces mesures ont été réalisées pour les échantillons transformés à 790, 750 et 700°C. La microstructure d'un échantillon partiellement transformé à 750°C, est présentée sur la figure I.7.



Figure I.7 : Microstructure d'un échantillon ayant subi une transformation isotherme à 750°C pendant 36 mn.

Dans le grain, nous distinguons deux zones :

- des colonies de lamelles de α_{WGB} , ces lamelles étant séparées entre elles par de la phase β enrichie (cf. Chapitre II),
- la zone interne du grain non transformée.

Le taux de phase $\beta_{transformée}$, qui est schématisée en gris sur la Figure I.8, est mesuré en sélectionnant les parties grises (joints de grain + colonies). Le taux de phase α formée peut également être déterminé. Nous procédons pour cela de la manière suivante : après avoir mesuré le taux de phase $\beta_{transformée}$ à faible grossissement, le taux de phase α est alors déterminé à plus fort grossissement, à l'intérieur d'une zone constituée de phase $\beta_{transformée}$. Le taux de phase α global est donné par la relation I.5 :

$$\tau(\alpha) = \tau(\beta_{transformée}) \cdot \tau(\alpha \text{ dans } \beta_{transformée}) \quad (I.5)$$

avec :

$\tau(\alpha)$: taux de phase α réel

$\tau(\beta_{transformée})$: taux de phase $\beta_{transformée}$

$\tau(\alpha \text{ dans } \beta_{transformée})$: taux de phase α dans la zone "chimiquement" transformée

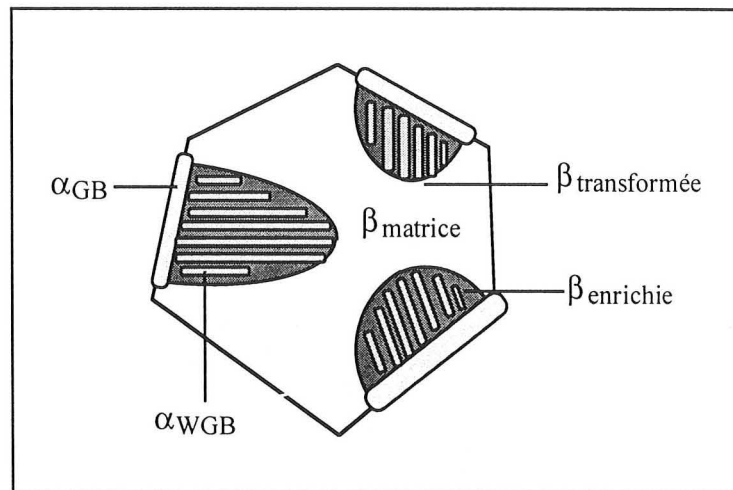


Figure I.8 : Représentation schématique du taux d'occupation de la phase $\beta_{transformée}$ pour des températures de transformation supérieures à 750°C .

Pour toutes ces mesures, le nombre de champs analysés est optimisé. En effet, il est tel que la valeur moyenne de la mesure tend vers une constante.

Limites de la méthode

Les contrastes des microstructures obtenues rendent parfois délicate la sélection seule de la phase formée, surtout si des défauts sont observés sur la surface analysée, ou si les contours des zones à analyser sont difficiles à délimiter. De plus, les mesures sont aussi influencées par l'attaque chimique [27].

Enfin, il est nécessaire de choisir un grossissement optimal (généralement faible) afin de sélectionner uniquement la phase α présente aux joints de grain et les zones de phase β transformée [28].

L'inconvénient de cette méthode réside aussi dans le fait que l'on ajoute les erreurs relatives faites sur chacune des deux mesures successives : erreur sur $\tau(\beta_{transformée})$ puis erreur sur $\tau(\alpha \text{ dans } \beta_{transformée})$. En analyse d'images, les erreurs relatives sont de l'ordre de 5%. Par conséquent, cette méthode ne permet d'obtenir qu'une estimation du taux de phase α .

c) Métallographie quantitative

Nous avons mesuré des paramètres morphologiques tels que l'épaisseur moyenne de la phase α au joint de grain, le nombre de colonies de lamelles par grain ainsi que l'épaisseur moyenne de ces lamelles. Toutes ces mesures ont été réalisées manuellement à partir de photographies MEB pour les mesures d'épaisseur, et à partir d'images obtenues en microscopie optique pour la détermination du nombre de colonies par grain.

Dans chacun des cas, nous adoptons une évaluation statistique classique des populations détectées par les différentes mesures. Nous supposons que ces populations statistiques suivent une loi *log-normale* et il est alors possible d'estimer l'intervalle de confiance à 90% de la moyenne de ces mesures à partir d'une trentaine d'échantillons statistiques.

Pour les mesures d'épaisseur de phase α au joint de grain, nous prenons comme échantillon statistique l'ensemble des valeurs mesurées pour un joint de grain. Les mesures d'épaisseur des lamelles ont été effectuées à différentes distances du joint de grain, conduisant à une valeur moyenne de cette épaisseur par colonie pour une trentaine de colonies analysées. Enfin, pour les mesures du nombre de colonies de lamelles de phase α_{WGB} par grain, différents grossissements ont été employés et l'échantillon statistique correspond ici à l'ensemble des valeurs prises par ce nombre pour un grossissement et une plage d'observation donnés, à partir desquelles une valeur moyenne est calculée.

I.6 Analyse de la composition chimique locale

Les analyses de composition chimique locale ont été réalisées avec une microsonde CAMECA MS 50. La préparation métallographique des échantillons est identique à celle réalisée pour les observations microstructurales. Elle s'achève également par un polissage de finition sur feutre. L'analyse chimique quantitative nécessitant des échantillons dont la surface est rigoureusement plane, aucune attaque chimique n'a donc été réalisée avant ces analyses.

Le titre massique de l'élément analysé est alors calculé à l'aide d'un logiciel (programme PAP) utilisant les intensités des raies émises par l'échantillon lui-même et celles émises par un témoin connu de cet échantillon. En fait, ce processus revient à sélectionner une raie de longueur d'onde bien déterminée suivant une réflexion sélective de Bragg. En effet, les photons X émergent de l'échantillon sous l'angle θ et à la longueur d'onde λ . Les composantes du spectre X satisfaisant la loi de Bragg.

II. ETUDE DES TRANSFORMATIONS ISOTHERMES SANS DEFORMATION À PARTIR DU DOMAINE β DE L'ALLIAGE β -CEZ

Ce chapitre est consacré à l'étude des transformations isothermes sans déformation de l'alliage β -Cez, après mise en solution dans le domaine β . L'objectif est donc ici de décrire et de comprendre la formation des microstructures obtenues au cours de ces traitements et d'en prévoir leur cinétique de transformation.

Deux descriptions de la transformation de phases sont possibles suivant que l'on s'intéresse à la **cinétique** (*combien ?*) ou aux **mécanismes** (*comment ?*). La cinétique ne s'intéresse qu'à l'évolution temporelle du volume de phase transformé, cet aspect étant caractérisé par un "taux" de transformation, tandis que l'énergie d'activation répond de la dynamique du *processus*.

Nous présentons tout d'abord une synthèse bibliographique des différents travaux consacrés à l'étude des transformations isothermes sans déformation, et plus particulièrement du β -cez [3, 4, 5].

La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la description **cinétique** des transformations de phases isothermes. Ces cinétiques sont suivies expérimentalement par deux méthodes distinctes (cf. Chapitre I). Nous étudierons dans quelle mesure une corrélation entre les différents paramètres cinétiques, déterminés à l'aide de ces méthodes, peut être établie. Les résultats issus de cette étude expérimentale de la cinétique de transformation de phase seront ensuite exploités en vue de leur modélisation.

La troisième partie de ce chapitre est consacrée à une approche des **mécanismes** des transformations de phases isothermes. Cette description se fait de manière spécifique suivant que l'on s'intéresse à la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} , ou à la formation de la phase α_{WI} . Pour différentes températures de maintien isotherme, des observations microstructurales qualitatives nous permettent de suivre l'évolution au cours du temps des microstructures de la phase α précipitée.

L'analyse quantitative de ces microstructures est réalisée afin d'avoir accès à des paramètres morphologiques tels que l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain, le nombre de colonies de lamelles de phase α_{WGB} par grain ainsi que l'épaisseur moyenne de ces lamelles. Cette étude quantitative nous permet d'analyser de manière plus spécifique l'effet de la température de maintien isotherme sur la formation des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} . L'analyse critique de l'ensemble de ces résultats obtenus au cours de cette étude nous permet de faire des hypothèses quant aux mécanismes de transformation de phase.

II.1 Synthèse bibliographique des transformations de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ de l'alliage β -Cez

Dans l'étude expérimentale des décompositions isothermes de la phase β du β -Cez, réalisée par B. Cormier [5], un premier diagramme TTT a été établi par métallographie, à partir duquel B. Cormier met en évidence trois domaines de transformation :

- le domaine des températures supérieures à 700°C, où la phase β se transforme en une phase α dont la structure s'apparente à une structure de type *Widmanstätten*,
- le domaine des températures comprises entre 700°C et 450°C où la phase α est intragranulaire et sa structure, aciculaire et fine,
- le domaine des températures inférieures à 450°C, qui correspond au domaine de formation de la phase ω , précédant celle de la phase α .

L'étude des transformations anisothermes après mise en solution dans le domaine β , montre que les morphologies obtenues sous conditions isothermes, peuvent se retrouver successivement au cours d'un refroidissement [2, 3, 4].

Une première étude des transformations anisothermes, réalisée par C. Angelier [2, 3] a permis dans un premier temps de vérifier et compléter les résultats obtenus par B. Cormier [5] lors de son étude des transformations isothermes du β -Cez. Le diagramme des transformations en refroidissement continu (diagramme TRC) après mise en solution dans le domaine β , a été établi par dilatométrie et observations micrographiques. C. Angelier distingue pour la phase α trois morphologies distinctes :

- la phase α_{GB} , qui est une phase "haute température" apparaissant au niveau des ex-joints de grains β - β ,
- la phase α_{WGB} , qui est une phase de type *Widmanstätten*, se développant à partir de la phase α_{GB} préexistante, sous forme de colonies de plaquettes parallèles entre elles,
- la phase α_{WM} , qui est une phase constituée de vanneries intragranulaires apparaissant à des températures plus basses que celles des deux phases précédemment citées ; pour cette dernière désignation, C. Angelier [2, 3] précise généralement si la phase α_{WM} apparaît à haute ou basse température. Dans la suite de l'étude, cette phase est appelée α_{WI} .

Par ailleurs, l'étude comparée des transformations isothermes ou anisothermes de trois alliages 6.2.4.6, β -Cez et 10.2.3 réalisée par S.Bein [4], ou encore celle réalisée sur l'alliage Ti17 [29] permet de confirmer la généralité de ces morphologies (α_{GB} , α_{WGB} et α_{WM}), ainsi que la formation de la phase ω à des températures inférieures à 400°C. Cette dernière a également été observée à l'issue d'une trempe par R. Sanguinetti [21]. De plus, M. H. Campagnac et A. Vassel [30] ont observé, pour l'alliage 10.2.3, que la phase α précipite au cours du chauffage à partir de la phase ω , qui est en fait une phase transitoire. M. Lhermitte [7] et R. Sanguinetti [8, 21] signalent également cette séquence de précipitation à partir de la phase β -métastable.

Mécanismes de transformation de phase

Les mécanismes de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ peuvent se décomposer d'après Fujii et Susuki [31] en trois étapes principales, qui sont schématisées sur la figure II.1.

1^{re} étape

Dans le domaine des températures élevées, la phase α précipite préférentiellement sous forme d'un liseré continu, au niveau des joints des anciens grains β . Cette phase est appelée α_{GB} . Les joints de grain sont les sites de germination les plus favorables à haute température. Après germination de α_{GB} aux joints de grains, la croissance de cette phase se fait par diffusion.

Fujii et Suzuki [31] ont montré sur deux alliages $\alpha\beta$ (Ti-6Al-4V et Ti-6Al-6V-2Sn), qu'au voisinage de l'interface α/β , le flux de soluté d'aluminium qui diffuse vers la phase α , est supérieur au flux de soluté de vanadium. Ceci s'explique par une diffusivité de l'aluminium dans la phase β supérieure à celle du vanadium. La concentration de ces éléments dans les phases α et β à l'interface α/β , est fixée par le diagramme de phase.

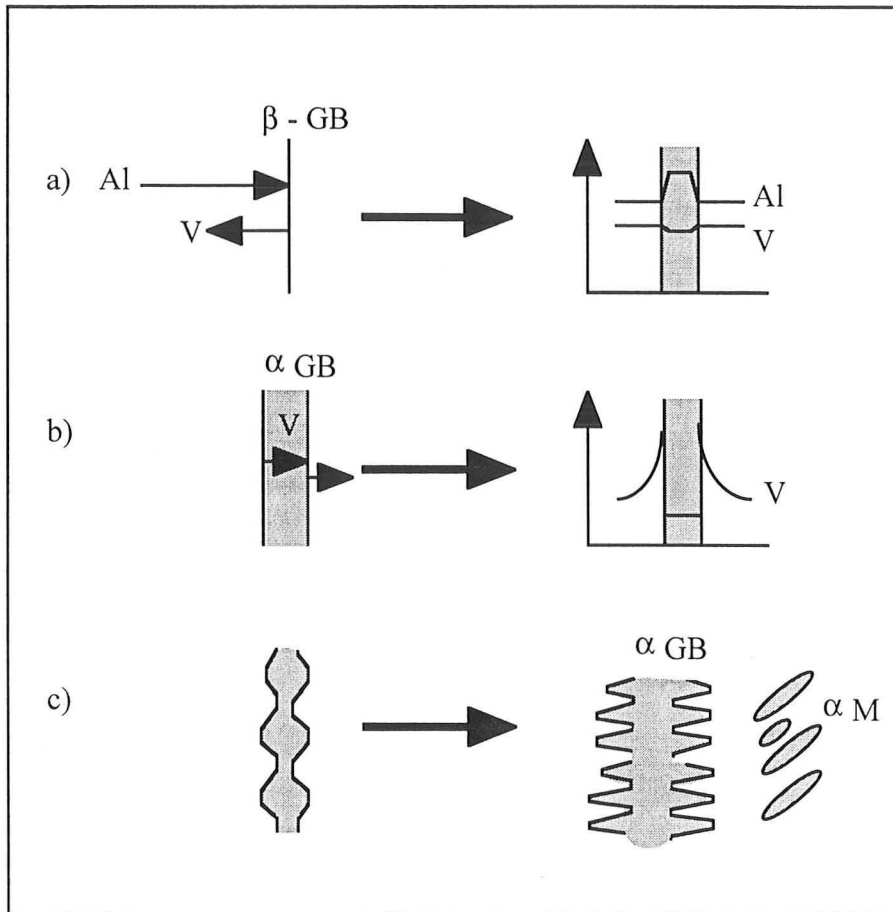


Figure II.1 : Représentation schématique de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans l'alliage Ti-6Al-4V d'après H.Fujii et al [31].

2^{ème} étape

A partir de cette précipitation de phase α_{GB} aux joints de grains, des plaquettes de phase α se développent en colonies qui progressent vers l'intérieur du grain. Cette phase, notée α_W par Fujii et al [31], est appelée α_{WGB} dans le cadre du *GDR Titane* [32]. Des colonies de lamelles (ou plaquettes) se forment en présentant les relations d'orientation cristallographiques de Burgers [33].

L'apparition des premières lamelles de phase α_{WGB} qui se développent à partir de α_{GB} , serait causée, d'après Fujii et al [31], par des fluctuations de la concentration en éléments bétagènes dans β , au niveau de l'interface α/β . A proximité de ces lamelles de phase α , la phase β enrichie en éléments bétagènes est fortement stabilisée, ce qui empêche toute nouvelle croissance de lamelle de phase α en deçà d'une certaine distance qui détermine la distance interlamellaire. A l'extrémité de chacune des lamelles de phase α , il y a diffusion simultanée au travers de la phase β , des éléments bétagènes (B) vers la phase $\beta_{enrichie}$ et des

éléments alphagènes (A) de la phase β interlamellaire (β_{enrichie}) vers la pointe de la lamelle de phase α . La transformation est contrôlée par la vitesse à laquelle les éléments A et B diffusent dans β .

• 3^{ème} étape

Parallèlement à cette transformation de type diffusif, la phase intragranulaire, notée α_{WI} [32], commence à apparaître dans la matrice lorsque la température de transformation diminue. La germination reste cependant hétérogène (germination sur des dislocations par exemple). Les fines aiguilles de phase α_{WI} se forment par un mécanisme displacif et présentent les relations d'orientation de Burgers. Ces aiguilles, aussi appelées "black plates" [4, 34], apparaissent presque immédiatement après le début de la transformation. Bein [4] considère que leur composition chimique au début de la transformation, est identique à celle de la phase β , car la formation de ces aiguilles n'introduit pas de changement immédiat du paramètre de maille de la phase β , ce paramètre ne variant qu'en fin de transformation. D'après S. Bein [4], la précipitation de la phase α_{WI} présente donc à la fois les caractéristiques d'une transformation par cisaillement et d'une transformation par diffusion. De plus, Fujii et Suzuki [31] considèrent que la proportion de phase α_{WI} par rapport à celle de ($\alpha+\beta_{\text{enrichie}}$), dépend de la facilité avec laquelle la diffusion des différents éléments d'alliage peut se faire, en d'autres termes elle dépend de la température.

Enfin, les travaux de Aaron et Aaronson [35], puis ceux de C. Angelier [3], ont montré que les premiers stades de la précipitation de la phase α_{GB} correspondent à la formation de précipités allotriomorphes intergranulaires, qui comportent toujours des relations cristallographiques avec au moins un grain. Les plaquettes de phase α_{WGB} évoluent ensuite à partir de ces précipités, et ne prennent souvent qu'une des orientations cristallographiques potentielles.

II.2 Cinétiques de transformation de phase sous conditions isothermes

Nous nous intéressons ici uniquement à l'aspect **cinétique** des transformations de phase isothermes. Nous présentons dans un premier temps les cinétiques globales expérimentales de transformation de phase obtenues par résistivité électrique, puis nous les comparons, pour certaines températures, aux cinétiques obtenues par des méthodes discontinues (dosages par diffraction des RX et analyse d'images). Les résultats issus des cinétiques globales expérimentales sont ensuite exploités de manière à déterminer les équations d'évolution empiriques décrivant ces transformations.

II.2.1 Cinétiques globales expérimentales

Ces cinétiques sont suivies expérimentalement par deux méthodes distinctes (cf. Chapitre I) :

- la mesure de la variation de la résistivité électrique au cours du temps, d'un échantillon et à une température donnée,
- la détermination du taux de phase α par diffraction des RX et la mesure du taux d'occupation de β transformée par analyse d'images.

II.2.1.1 Cinétiques de variation de la résistivité électrique

Diagramme TTT et domaines de températures

Le diagramme TTT de l'alliage β -Cez a été établi à partir des mesures de résistivité électrique réalisées par D. Delannoy [6, 36]. Ce diagramme, présenté sur la figure II.2, donne le temps de début de variation de résistivité et ceux pour lesquels nous obtenons 10% et 90% de variations de résistivité.

Il présente *a priori* trois "nez" représentatifs des différents domaines de transformations [36, 37]. Ces nez sont centrés autour de températures voisines de 700, 550 et de 415°C respectivement.

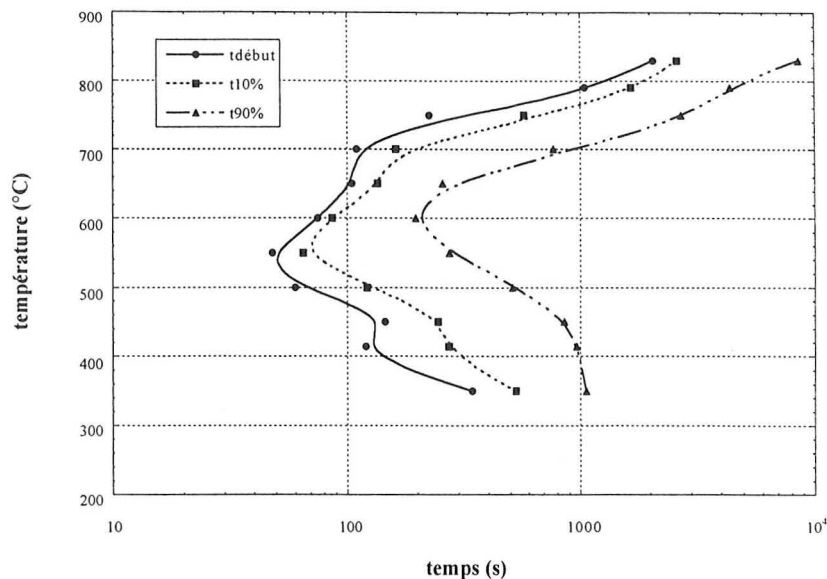


Figure II.2 : Diagramme TTT de l'alliage β-Cez.

Pour des températures supérieures à 700°C, il y aura essentiellement formation des phases α_{GB} et α_{WGB} . A des températures comprises entre 700 et 500°C, il y aura surtout formation de phase α_{WI} . Enfin, le domaine des températures inférieures à 450°C est attribué, d'après les travaux de B. Cormier [5], à la formation préalable de phase ω avant la formation de phase α .

Analyse des cinétiques

A partir des mesures de résistivité électrique réalisées par D. Delannoy [6], nous avons déterminé les cinétiques de variation de la résistivité électrique pour différents maintiens isothermes sans déformation [20, 36]. Nous ne présentons ici que les résultats principaux, l'analyse détaillée ayant été réalisée par D. Delannoy [6].

Sur les figures II.3 et II.4, sont représentées les variations $\Delta V(t)/\Delta V_{fin}$ en fonction du temps pour différentes températures de transformation. La période d'incubation n'est pas reportée sur ces courbes.

Pour le domaine de température compris entre 830 et 600°C (Figure II.3), la cinétique de variations de résistivité est accélérée lorsque la température diminue : à 830°C, la durée globale de la transformation est de 133 mn (8000 s). Cette durée est considérablement diminuée lorsque la température diminue. En effet, à 700°C, 95% de variations de la résistivité sont observées pendant les 17 premières minutes suivant le début de la

précipitation, alors que, pour une même durée (après le début de la précipitation) le taux de variations de résistivité est inférieur à 20% dans le cas d'une transformation à 830°C.

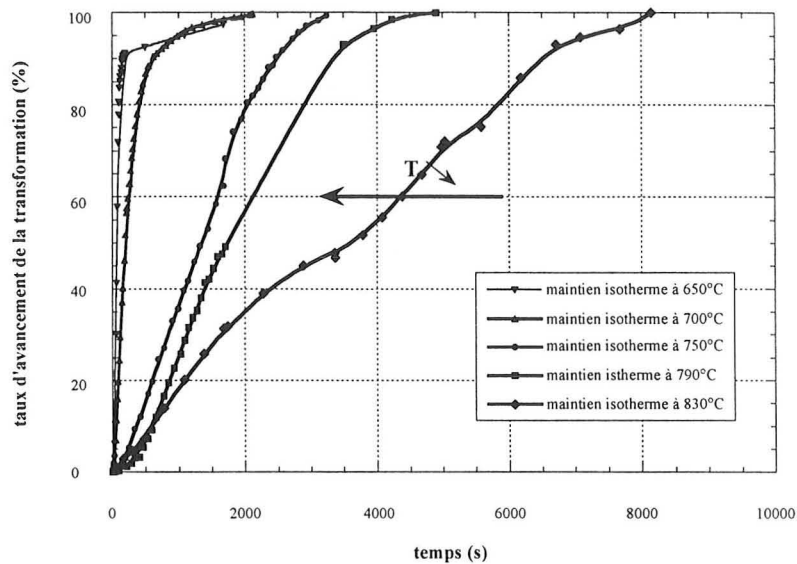


Figure II.3 : Cinétiques de variations de résistivité pour des maintiens isothermes entre 830°C et 650°C.

Sur la figure II.4, sont portées les cinétiques de variations de résistivité pour les températures de maintien variant de 600 à 350°C.

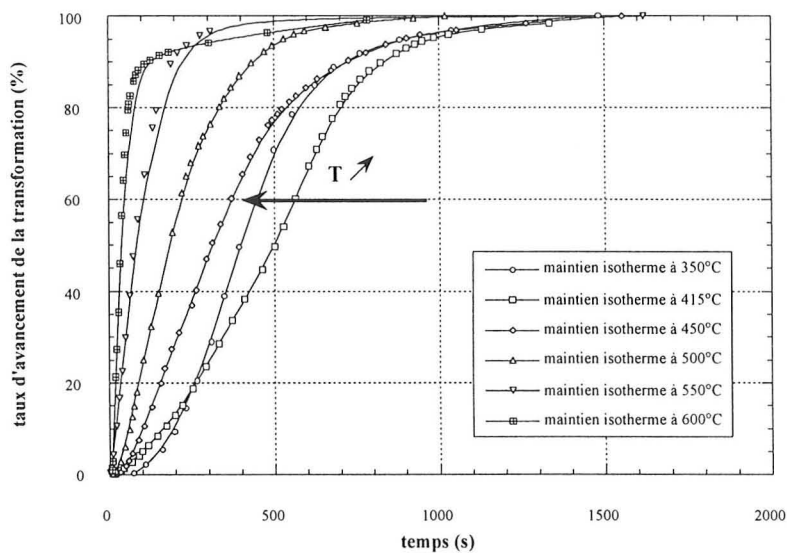


Figure II. 4 : Cinétiques de variations de résistivité pour des maintiens isothermes entre 600°C et 350°C.

Pour les températures comprises entre 600 et 415°C, nous observons un ralentissement de la cinétique de variations de résistivité. En effet, le degré d'avancement de la transformation à 600°C, estimé à partir de la courbe de variations de résistivité, est de 90 % au bout de seulement 2 minutes (temps de début de la transformation non compris), alors que ce degré n'est atteint qu'au bout de 12 minutes pour une transformation à 450°C. Enfin, entre 415°C et 350°C, on observe à nouveau une accélération de la cinétique de variations de résistivité.

II.2.1.2 Comparaison entre les variations de résistivité électrique et les variations de taux de phase α mesurés RX

Les cinétiques d'évolution des taux de phase α mesurés par RX sur des états partiellement ou complètement transformés ont été établies :

- à 790 et 750°C, températures appartenant au domaine de formation des phases α_{GB} et α_{WGB} ,
- à 700 et 600°C, températures appartenant au domaine d'apparition de la phase α_{WI} .

Les cinétiques globales de transformation obtenues par mesure de la résistivité électrique, ont été comparées aux courbes d'évolution des taux de phase α . Pour cela, le taux de variations de résistivité électrique $\Delta V(t)/\Delta V_{fin}$ obtenu précédemment, a été multiplié par le taux de phase α déterminé par diffractométrie des RX pour le temps de maintien le plus élevé.

Sur la figure II.5 sont représentées pour chaque température de transformation étudiée, l'évolution des taux de phase α mesurés par RX et les variations de résistivité correspondantes.

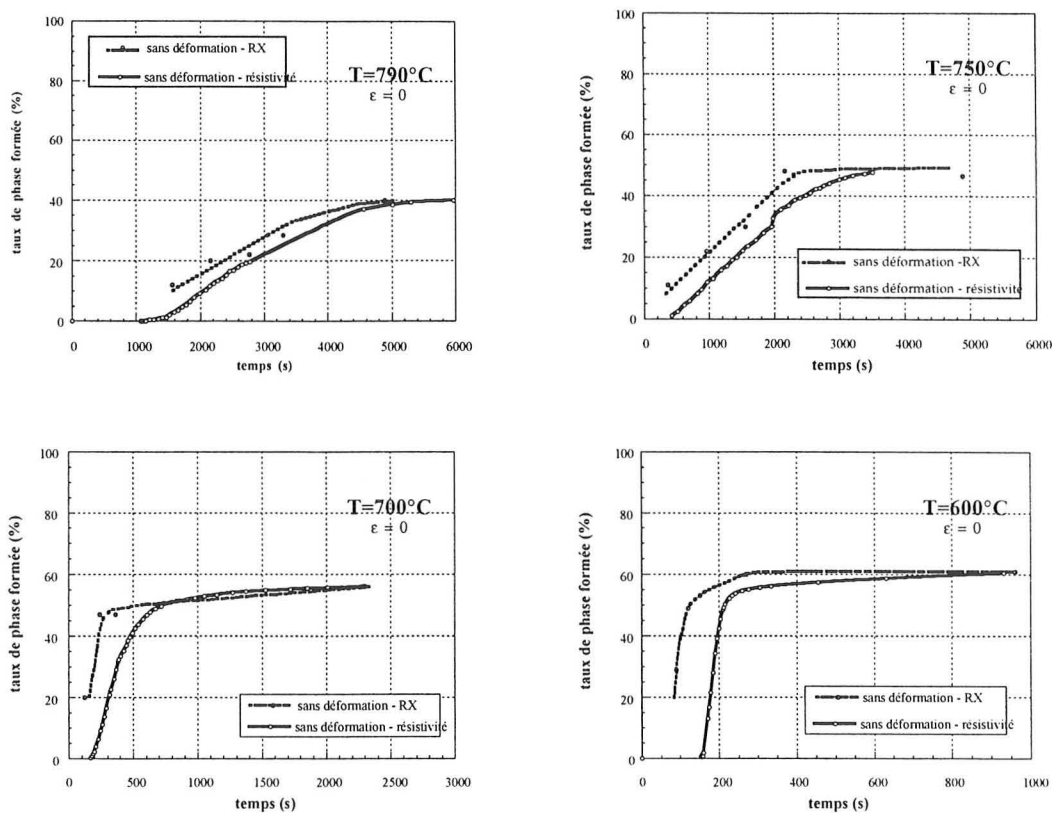


Figure II.5 : Comparaison des variations de résistivité avec l'évolution des taux de phase α en fonction du temps. Influence de la température de transformation.

Cette figure montre que, pour l'ensemble des températures de maintien étudiées ici, le taux de phase α augmente de manière continue avec le temps et cette évolution est voisine de celles des variations de résistivité électrique.

Domaine de formation des phases α_{GB} et α_{WGB}

Pour des températures de transformation élevées telles que 790 ou 750°C, l'évolution des variations du taux de phase α décrit de manière assez satisfaisante la cinétique de variations de résistivité électrique, qui est assez lente. Les variations de résistivité électrique sont cependant légèrement décalées vers des temps de maintien plus longs.

En effet, dans le cas d'une transformation isotherme à 790°C, le taux de phase α mesuré par diffraction RX à l'issue d'un maintien isotherme de 40 minutes (2400 s) est de 20 %, alors que celui prévu par la cinétique de variations de résistivité pour une même durée de transformation, n'est que de 15 %. Un taux de phase α de 20% n'est atteint par la cinétique de variations de la résistivité qu'au bout de 47 minutes de maintien. De même, le taux de phase α mesuré par diffraction des RX à l'issue d'un maintien isotherme de 67 minutes

(4000 s) est de 35 %, alors que ce taux de phase n'est atteint qu'au bout de 75 minutes (4500 s) d'après la courbe de variations de la résistivité électrique. Un décalage de 7 mn semble être observé sur ces courbes.

Dans le cas d'une transformation isotherme à 750°C, le taux de phase α mesuré par diffraction RX à l'issue d'un maintien isotherme de 33 minutes (2000 s) s'élève à 40 %, alors que celui prévu par la cinétique de variations de résistivité pour une même durée de transformation, lui est inférieur de 5 %. Un taux de phase α de 40% n'est atteint par la cinétique de variation de la résistivité qu'au bout de 39 minutes de maintien.

Domaine de formation de la phase α_{WI}

Pour des températures de transformation inférieures telles que 700 ou 600°C, la courbe d'évolution temporelle du taux de phase α au cours du temps, a la même évolution que la courbe de variation de la résistivité. Cependant, les décalages entre ces deux courbes quant aux taux de phases estimés sont plus importants.

En effet, dans le cas d'une transformation isotherme à 700°C, le taux de phase α mesuré par diffraction RX à l'issue d'un maintien isotherme de 2 minutes est de 20 %, alors que la transformation n'a pas encore commencé suivant la courbe de variations de résistivité. De même, le taux de phase α mesuré au bout de 4 minutes de maintien est de 47 %, alors celui prévu par la cinétique de variations de résistivité n'est que de 16 %. Un taux de phase α de 47 % n'est atteint par la cinétique de variation de la résistivité qu'au bout de 10 minutes de maintien, ce qui correspond à un temps de maintien supérieur de 150 % par rapport au temps prévu par la cinétique de transformation de phase.

Ceci est par ailleurs confirmé à 600°C. En effet, le début de précipitation de la phase α , estimé à partir de la courbe de variations de résistivité, est de 150 secondes environ, alors que le taux de phase α évalué par dosage RX est à cet instant égal à 60 %, qui est une valeur très proche du taux de phase α à l'équilibre à cette température (62%). Ce décalage de la cinétique d'évolution des taux de phase α vers des temps nettement plus courts n'est pas observé uniquement aux premiers stades de la transformation, mais aussi pendant pratiquement toute la durée de la transformation. Il est plus marqué à 600°C qu'à 700°C.

II.2.1.3 Comparaison des variations de résistivité électrique avec les variations du taux de β transformée déterminé par analyse d'images

Nous avons déterminé, par analyse d'image, l'évolution en fonction du temps du taux d'occupation de la phase β transformée dans le grain [28]. Sur les figures II.6 et II.7 sont respectivement portées les évolutions en fonction du temps du taux de β transformée ainsi que les cinétiques de variations de résistivité électrique à 750 et 700°C. Chaque cinétique de variations de résistivité est comparée à la cinétique d'évolution du taux de β transformée correspondante.

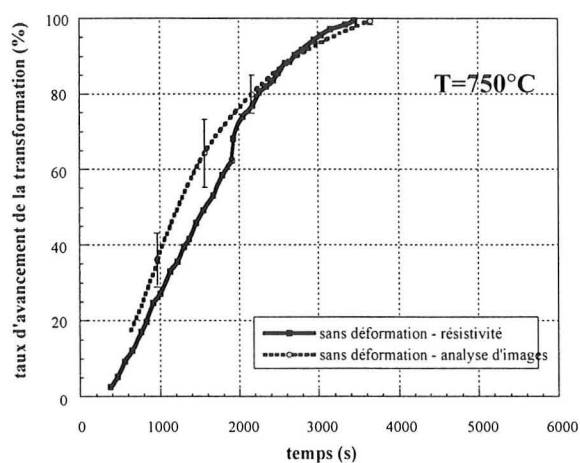


Figure II.6 : Comparaison des variations de résistivité en fonction du temps avec les variations de β transformée à 750°C.

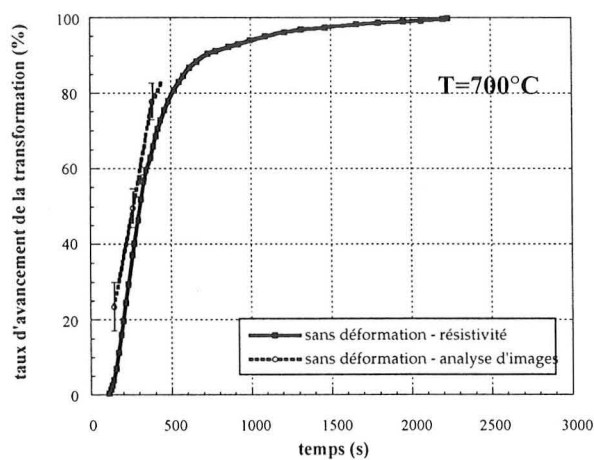


Figure II.7 : Comparaison des variations de résistivité en fonction du temps avec les variations de β transformée à 700°C.

Pour chaque température de transformation étudiée, nous obtenons une bonne corrélation entre taux de phase $\beta_{\text{transformée}}$ et taux de variations de résistivité pour toute la durée de la transformation.

II.2.1.4 Comparaison des deux méthodes discontinues

Sur les figures II.8 et II.9, sont respectivement représentées les courbes de variation en fonction du temps à 750 et 700°C, de la résistivité électrique, du taux de phase α mesuré par RX à l'instant t et rapporté au taux de phase final, et du taux de phase $\beta_{\text{transformée}}$.

Pour une température de transformation égale à 750°C, la cinétique de variation de la résistivité est la plus lente des trois cinétiques, cependant les écarts entre les méthodes utilisées sont relativement faibles. Dans le cas d'une transformation isotherme à 700°C, la corrélation entre le taux d'occupation du grain et le taux de variations de ddp est bonne pour toute la durée de la transformation. Par contre, on observe un décalage de la cinétique d'évolution des taux de phase α vers des temps plus courts non seulement aux premiers stades de la transformation, mais aussi pendant pratiquement toute la durée de la transformation.

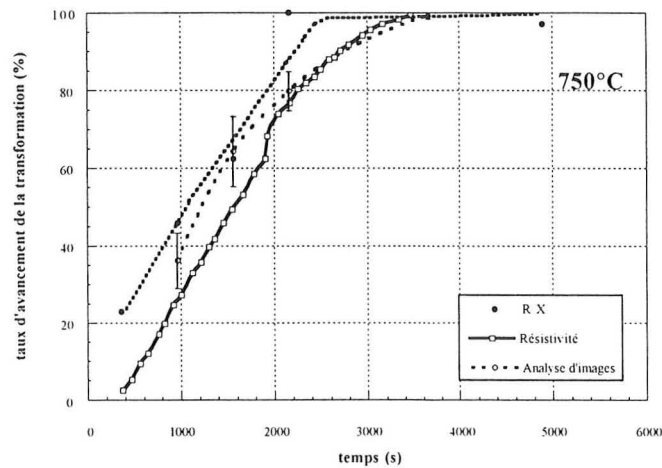


Figure II.8 : Comparaison des variations de résistivité avec les variations du taux de phase α en fonction du temps et celles du taux de $\beta_{\text{transformée}}$ à 750°C.

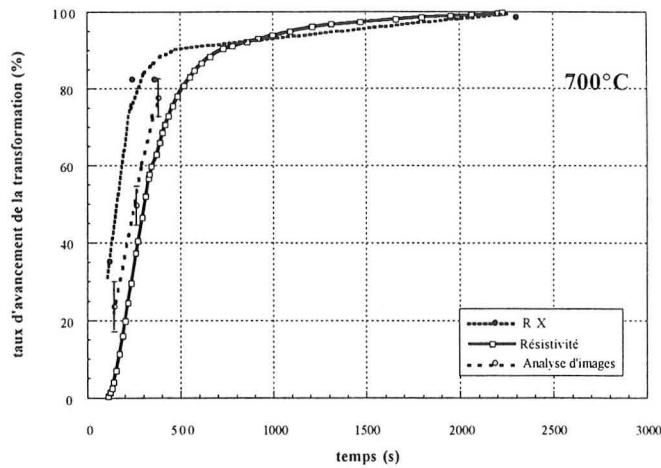


Figure II.9 : Comparaison des variations de résistivité avec les variations du taux de phase α en fonction du temps et celles du taux de β transformée à 700°C.

II.2.1.5 Comparaison des résultats issus des variations de résistivité électrique avec les résultats de B. Cormier [5] et S.Bein [4].

Les travaux de B. Cormier [5] ont permis un premier tracé du diagramme TTT de l'alliage β -Cez à partir d'observations métallographiques. Parallèlement à notre étude, S. Bein [4] a établi, par résistivité électrique, le diagramme TTT et les courbes cinétiques de transformation de phase de ce même alliage. Il est important de signaler que les conditions de mise en solution du CNAM diffèrent légèrement des nôtres : 920°C pendant 15 mn pour S. Bein [4] et 920°C pendant 30 mn dans notre cas. Nous avons comparé, sur la figure II.10, le diagramme TTT établi au laboratoire [6, 36] avec celui établi par S.Bein [4].

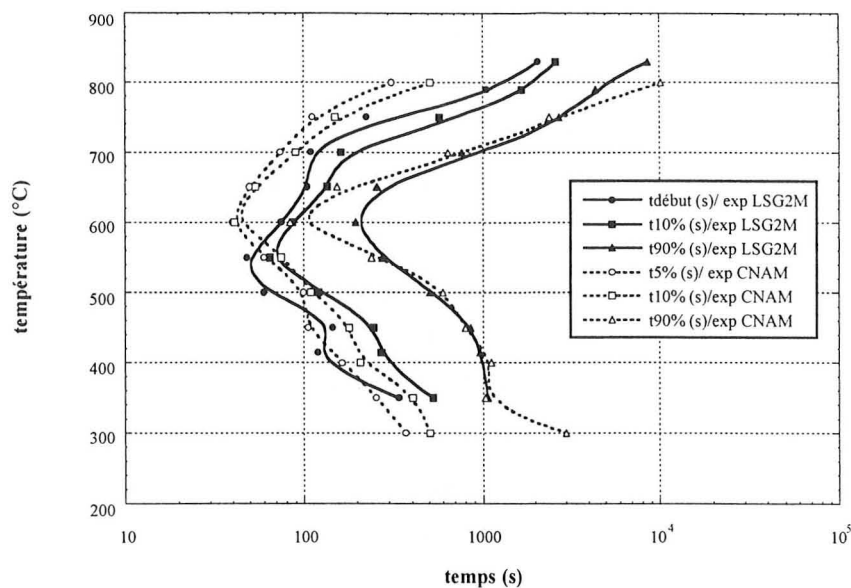


Figure II.10 : Comparaison des diagrammes TTT obtenus au LSG2M et au CNAM, par mesure des variations électriques.

Dans le domaine des températures élevées, les temps de début de précipitation et ceux pour lesquels nous obtenons 10% et 90% de variations de résistivité sont semblables à ceux déterminés par B. Cormier. Par contre, S. Bein obtient des temps nettement plus courts, soit à 750°C, un temps de 5% de variations de résistivité en avance de presque deux minutes par rapport à notre temps de début de transformation.

Les températures autour desquelles sont centrées les deux nez "haute température" (1^{er} et 2^{ème} nez) sont relativement proches l'une de l'autre : elles se situent au voisinage de 700°C dans le cas du diagramme TTT établi au laboratoire, et de 720°C sur le diagramme tracé par S. Bein [4]. Cependant, pour une température de transformation de 700°C, S. Bein définit un temps correspondant à 5% de variations de résistivité en avance de 36 s par rapport à notre temps de début. Ceci est confirmé par B. Cormier [4], qui détermine un temps de début de transformation en avance d'une minute par rapport au nôtre.

Dans le domaine des basses températures (550-350°C), les résultats obtenus au laboratoire et ceux de S. Bein [4] sont voisins : les temps de 10 % et 90 % de variations de résistivité électrique sont très proches. Toutefois, les positions des nez ne sont pas indiquées aux mêmes températures : les deuxième et troisième nez déterminés par S. Bein se situent respectivement 50°C et 35°C au-dessus des nôtres.

Les différences essentielles observées entre le diagramme TTT tracé par S. Bein [4] et le nôtre, se situent à haute température, entre 830 et 600°C, températures pour lesquelles les temps de début et de 10 % de S. Bein sont systématiquement plus faibles que les nôtres. Ces

différences peuvent, en premier lieu, être attribuées aux différentes conditions de mise en solution. En effet, pour S. Bein, la durée de mise en solution plus faible conduit à une taille de grain plus faible. Comme la précipitation à haute température est très liée aux sites de germination hétérogènes que sont les joints de grain, une taille de grain plus faible conduit à une cinétique de transformation plus rapide. De plus, le mode de détermination des temps de début de S. Bein est différent du nôtre, et ceci va fortement influencer les valeurs de temps de début et un peu moins celles correspondant à 10 % de transformation.

Les écarts les plus marqués sont observés à 650 et 600°C. En effet, les temps de début, de 10 et 90 % que nous avons déterminés, sont nettement plus longs que ceux de S. Bein [4]. Les résultats obtenus par RX montrent que les taux de phase α sont plus élevés que ceux déterminés par à partir des variations de résistivité électrique. Nous pouvons donc *a priori* nous interroger sur la pertinence de nos résultats obtenus par résistivité électrique à ces températures. Il est cependant extrêmement intéressant de signaler que S. Bein obtient à 600°C, un taux de phase α mesuré par diffraction des RX égal à 51% après 1 mn de maintien (ce qui correspond à 84 % de phase α pouvant être formée à cette température), alors que le taux de variations de résistivité électrique correspondant est bien plus faible. Ainsi, pour une température de 600°C, il est clair que les cinétiques déterminées par résistivité électrique sont trop lentes, ce qui nous avons confirmé par RX. S'il peut exister une erreur importante sur la valeur du temps de début de précipitation déterminé par résistivité électrique, cette erreur est bien plus faible sur l'ensemble de la cinétique et ne suffit donc plus à expliquer les écarts existant entre les cinétiques de variations de résistivité et celles de variations du taux de phase α mesurées par RX.

Enfin, un dernier point peut être envisagé pour expliquer les différences existant entre nos résultats et ceux obtenus par S. Bein. Nous pouvons aussi considérer l'effet possible de la géométrie des échantillons, c'est à dire l'effet de l'hétérogénéité thermique existant dans l'échantillon au cours de la transformation. En effet, nos échantillons étant plus massifs, ils peuvent présenter des hétérogénéités de température plus importants, pouvant entraîner des variations de cinétiques, ce qui conduirait à un étalement de la cinétique de variations de résistivité. Cependant, le bon accord observé entre les différents résultats expérimentaux à basse température ne vont pas dans ce sens.

II.2.2 Exploitation des cinétiques de transformation de phase isotherme

La description des cinétiques globales isothermes sous forme d'un loi Johnson-Mehl-Avrami [38, 39, 40] sera nécessaire pour le calcul des transformations de phase au cours de refroidissements continus. L'objectif de ce paragraphe consiste à exploiter ces cinétiques globales afin de pouvoir relier par la suite les paramètres descriptifs de ces cinétiques (n , k) aux mécanismes de transformation de phase.

L'étude expérimentale des cinétiques de transformation de phase sous conditions isothermes, nous permet d'analyser ces cinétiques à partir de la méthode des variations de résistivité électrique pour l'ensemble des températures. A 700 et 600°C, nous avons utilisé les résultats obtenus par diffraction des RX car ils nous semblaient plus pertinents.

II.2.2.1 Description des cinétiques de transformation de phase isotherme

La cinétique de transformation de phase présente, pour l'ensemble des températures étudiées, une courbe $y(t) = f(t)$ d'allure sigmoïdale sur un graphique dont les abscisses et les ordonnées sont linéaires. Les équations de type Johnson-Mehl-Avrami [38, 39, 40], décrite par la relation II.1, sont très souvent utilisées pour décrire ces courbes :

$$y(t) = 1 - \exp(-k t^n) \quad (II.1)$$

Dans le cas de transformations pour lesquelles un seul mécanisme gouverne la transformation, les paramètres n et k peuvent être significatifs des mécanismes de croissance, voire de germination et croissance [41]. La description des cinétiques par de telles lois sera utilisée par la suite pour le calcul de la cinétique au cours de refroidissement continu (cf. Chapitre IV).

En premier lieu, il est nécessaire de déterminer les coefficients n et k dans les domaines de température pour lesquels un seul mécanisme de transformation est observé, correspondant soit à la formation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), soit à la formation de la phase α_{WI} .

Domaine des températures supérieures ou égales à 750°C

Dans le domaine des températures supérieures à 750°C, la cinétique globale de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ correspond à la cinétique d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$). Le taux de phase α_{GB} étant faible devant celui de α_{WGB} , cette cinétique représente essentiellement celle de la formation de α_{WGB} ; elle peut être considérée comme "monocinétique".

Le tracé de $\ln[\ln(1/1-y(t))]$ en fonction de $\ln(t-td)$, où t est le temps de maintien à la température considérée et td le temps de début de transformation, conduit, pour 830 et 750°C, aux résultats présentés sur la figure II.11.

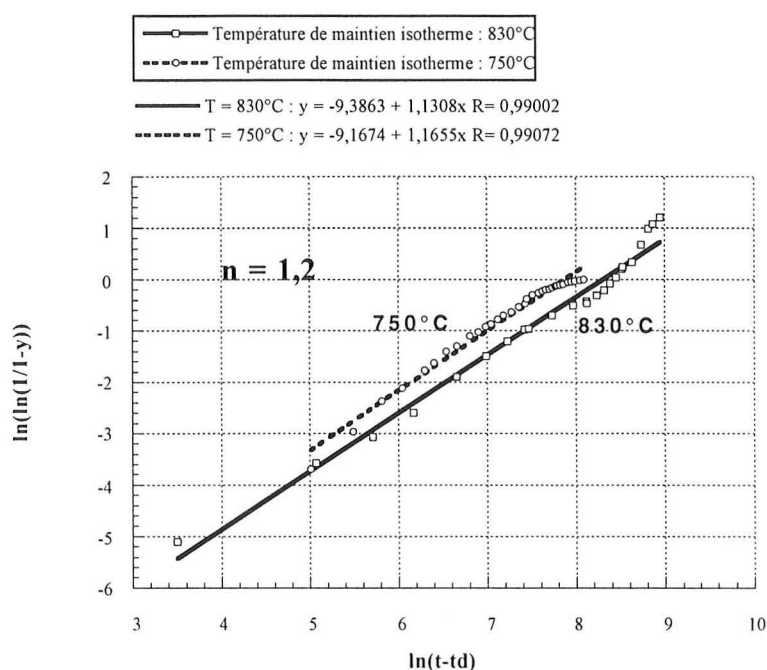


Figure II.11 : Représentation des cinétiques de transformation de phase expérimentales à 830 et 750°C, sous la forme $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-td))$.

Les courbes obtenues présentent des variations linéaires (coefficient de corrélation égal à 0,99) dans un grand domaine de transformation. Les pentes des droites de régression linéaire, déterminées par la *méthode des moindres carrés*, sont respectivement égales à 1,13 dans le cas d'une transformation isotherme à 830°C et à 1,17 dans le cas d'une transformation isotherme à 750°C. On observe un décollement de la courbe $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-td))$ par rapport à la droite de régression pour des taux de transformation supérieurs à 85 % à 830°C, et à 70 % pour une température de 750°C.

Domaines des températures inférieures ou égales à 600°C

Dans le domaine des températures inférieures ou égales à 600°C, les observations microstructurales [6, 36], montrent qu'il n'y a quasiment pas de phase α_{WGB} formée. Si nous considérons que l'épaisseur e de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est de l'ordre de 0,5 μm à 600°C et que le diamètre moyen D d'un grain est de l'ordre de 350 μm [19], la valeur maximale du taux de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) formées est inférieure à 1%¹. Ainsi, la cinétique de transformation de phase correspond-elle ici essentiellement à celle de la phase α_{WI} .

Le tracé des courbes $Y(t) = \ln[\ln(1/1-y(t))]$ en fonction de $\ln(t-td)$ est présenté sur la figure II.12, pour un maintien isotherme réalisé à 600°C.

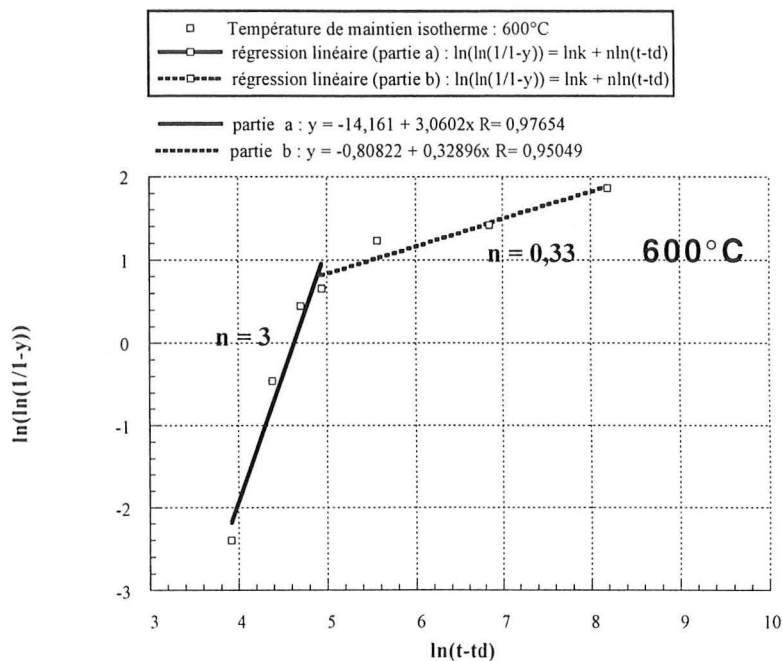


Figure II.12 : Représentation de la cinétique de transformation de phase expérimentale à 600°C sous la forme $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-td))$.

On observe sur cette courbe deux domaines présentant des variations linéaires. Pour des valeurs de $Y(t) = \ln[\ln(1/1-y(t))]$ inférieures ou égales à 0,8 (et correspondant à $y(t) = 90\%$), la pente n de la droite de régression est égale à 3 (coefficient de corrélation égal à 0,98). A partir de $y(t) = 90\%$, la pente de la courbe décroît de manière significative : $n \approx 0,3$.

¹ Calcul rapide de $y(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$

Si l'on fait l'hypothèse que les grains sont de forme sphérique, et que l'épaisseur e de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est uniforme le long du joint de grain mais reste négligeable par rapport au diamètre moyen D du grain, la fraction surfacique y_s de phase α_{GB} peut alors être approchée par la relation (II.2) :

$$y_s = 4e/D \quad (\text{II.2})$$

Pendant pratiquement toute la durée de la transformation (jusqu'à $y(t) = 90\%$), la cinétique expérimentale de transformation de phase $y(t) = f(t)$ obéit à l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (équation II.1) avec un coefficient n égal à 3.

Transformation isotherme à 700°C

Pour des températures de maintien supérieures à 750°C ou inférieures à 600°C, la cinétique globale de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ peut être considérée comme étant "*monocinétique*". La cinétique globale expérimentale correspond à la cinétique d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) à des températures de transformation supérieures à 750°C, et à celle de la phase α_{WI} à 600°C.

Le cas d'une transformation isotherme à 700°C est plus complexe car les phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} apparaissent simultanément. En effet, même si la fraction volumique des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est plus importante que celle de la phase α_{WI} , cette dernière est cependant loin d'être négligeable. Par conséquent, à cette température de transformation (700°C), la cinétique globale de la transformation de phase ne peut être considérée comme étant "*monocinétique*" : elle est dite "*bicinétique*".

Sur la figure II.13 est représentée la courbe $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-td))$ correspondant à un maintien isotherme réalisé à 700°C. De même qu'à 600°C, on observe deux domaines de variations linéaires de la courbe $Y(t) = \ln[\ln(1/1-y(t))]$ limités par la valeur $Y(t) = 0,5$, cette valeur correspondant à une fraction $y(t)$ égale à 80%. La pente n de la première droite de régression est égale à 2,15 (coefficient de corrélation égal à 0,98). A partir de $y(t) = 80\%$, la courbe $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-td))$ s'écarte de cette première droite de régression et la pente de la courbe décroît de manière significative : $n \approx 0,4$.

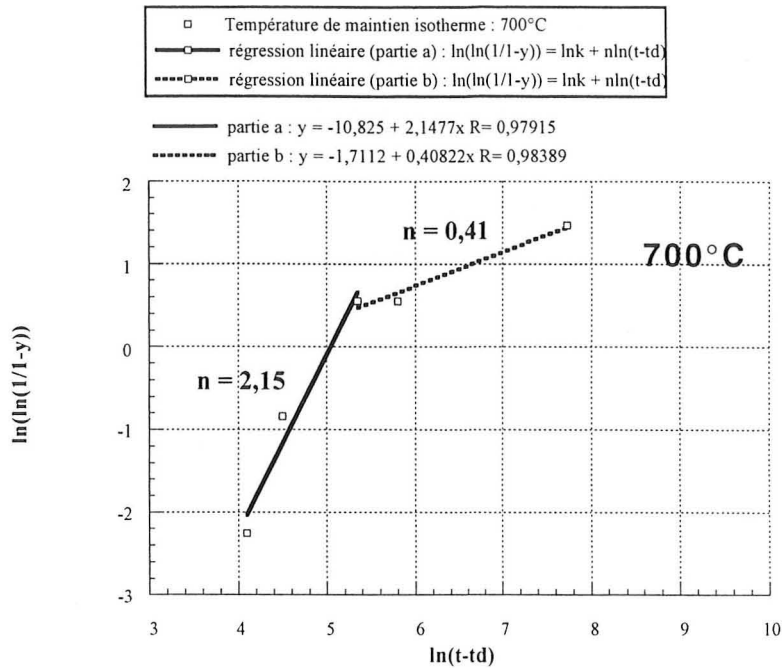


Figure II.13 : Représentation de la cinétique de transformation de phase expérimentale à 700°C sous la forme $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-t_d))$.

II.2.2.2 Evolution en fonction de la température des taux de phase α à l'équilibre

L'évolution du taux de phase α "à l'équilibre" $\tau_{\alpha exp}(T)$ en fonction de la température, et mesuré par diffraction des RX sur des échantillons maintenus jusqu'à la fin de la transformation, est illustrée sur la figure II.14. Le taux de phase α précipitée augmente lorsque la température de transformation diminue. A 830°C, il est compris entre 29 et 30%, il s'élève ensuite jusqu'à atteindre une valeur de 61% à 600°C. Nous avons comparé ces taux de phase expérimentaux $\tau_{\alpha exp}(T)$ aux taux de phase $\tau_{\alpha calc}(T)$, calculés d'après l'expression analytique établie par C. Angelier [3] :

$$\tau_{\alpha calc}(T) = \tau_{\alpha}(20^{\circ}\text{C}) \times [1 - \exp(-0,0093 \times (T_{\beta} - T))] \quad (\text{II.3})$$

T représente la température de transformation, T_{β} est la température de transus de l'alliage, égale à 890°C dans le cas du β -Cez. $\tau_{\alpha}(20^{\circ}\text{C})$ représente le taux de phase α à l'équilibre à 20°C. Il est égal à 67%, qui est la valeur finale maximale du taux $\tau_{\alpha}(T)$ de phase α pouvant être formée lors d'un traitement thermique. Ce taux est déterminé expérimentalement par la mesure du taux de phase α à 20°C après un refroidissement lent de 7°C/h [3].

La comparaison graphique de nos mesures $\tau_{\alpha exp}(T)$ avec les taux de phase $\tau_{\alpha calc}(T)$ calculés, est illustrée sur la figure II.14. Etant donnée la bonne corrélation entre les deux courbes, les résultats de C. Angelier [3] sont confirmés. L'expression analytique (II.11) sera par la suite utilisée et discrétisée dans le modèle de calcul de la cinétique de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu (cf. Chapitre IV) puisqu'elle permet de déterminer le taux maximal de phase α à l'équilibre, pouvant être formée à chaque palier de température atteint lors du refroidissement.

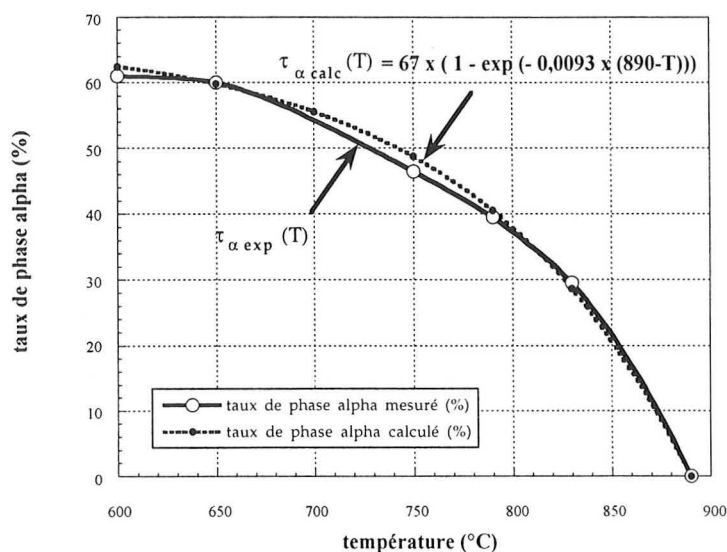


Figure II.14 : Variations du taux de phase α obtenu en fin de maintien isotherme en fonction de la température de transformation (conditions d'équilibre).

II.3 Etude microstructurale

L'évolution de la morphologie des phases α_{GB} et α_{WGB} d'une part, et celle de la phase α_{WI} d'autre part, est étudiée de manière qualitative et quantitative pour différentes températures de maintien isotherme. Les températures et les temps de maintien respectifs sont récapitulés dans le tableau II.1.

Formation des phases α_{GB} et α_{WGB}	
Températures de maintien (°C)	Durée du maintien isotherme
830	170'
790	26', 36', 46', 55', 81'
750	6', 16', 26', 36', 61'
Formation de la phase α_{WI}	
Températures de maintien (°C)	Durée du maintien isotherme
700	2', 4', 6', 36'
600	1'30", 2', 2'30", 4'30", 14'

Tableau II.1 : Tableau récapitulatif des essais isothermes sans déformation réalisés.

Nous présentons dans ce qui suit l'étude microstructurale qualitative des microstructures, puis l'étude quantitative des paramètres caractéristiques des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} et de leur évolution.

II.3.1 Etude microstructurale qualitative

Formation des phases α_{GB} et α_{WGB}

La microstructure obtenue en fin de maintien isotherme à 830°C est illustrée sur la figure II.15. Elle montre la présence de phase α_{GB} ayant précipité au niveau des ex-joints de grains $\beta-\beta$ sous forme de liserés continus plutôt épais. Les joints ne sont pas tous occupés à cette température. On observe également quelques colonies de lamelles ou de plaquettes, dont la croissance s'effectue vers l'intérieur du grain à partir des joints présentant de la phase α_{GB} .

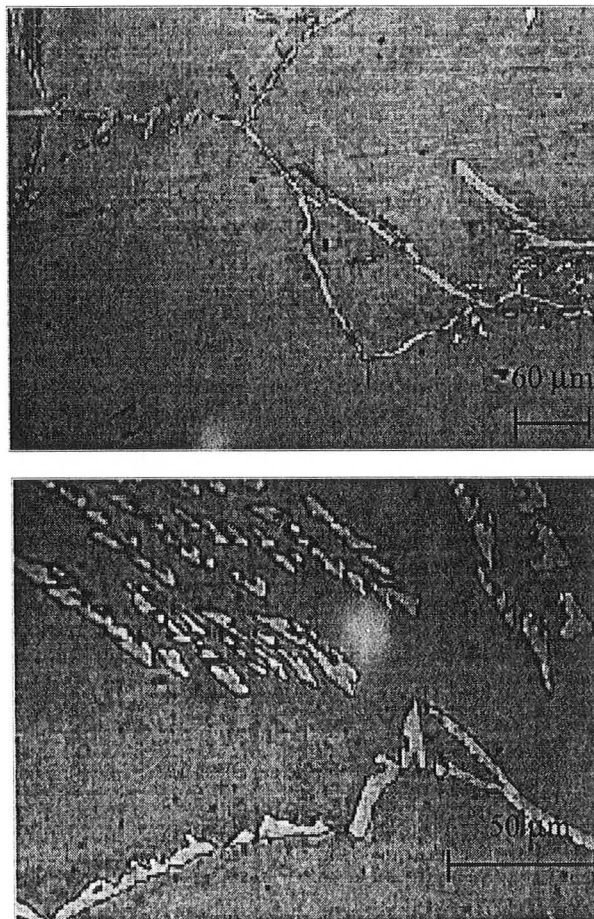


Figure II.15. : Microstructure obtenue en fin de maintien isotherme à 830°C.

L'étude des microstructures obtenues à l'issue de maintiens interrompus nous permet d'étudier et de comparer les évolutions respectives des phases α_{GB} et α_{WGB} à 790°C et 750°C. Ces évolutions sont illustrées par les figures II.16 à II.20.

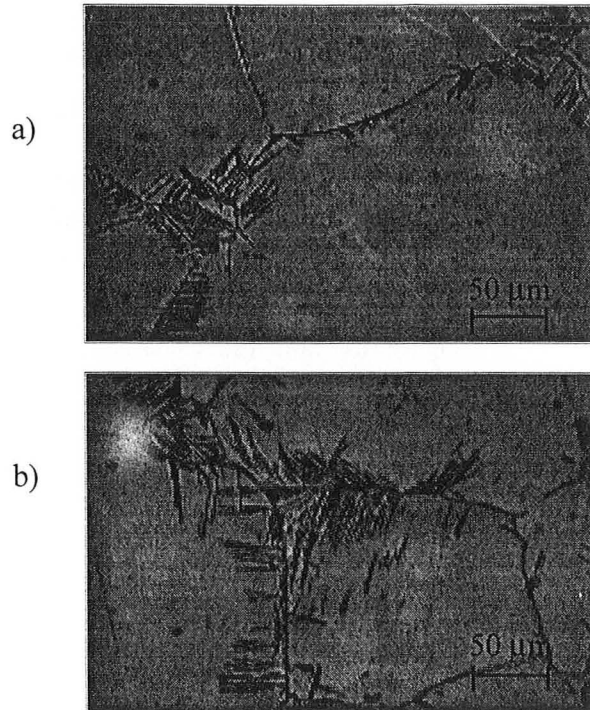


Figure II.16 : Microstructures obtenues à 790°C :
a) à l'issue d'un maintien de 26 mn,
b) à l'issue d'un maintien de 36 mn.

Au terme d'un maintien de 26 minutes à 790°C, on constate la présence de phase α_{GB} sur une grande partie des joints des ex-grains β . Cependant, tous les joints de grains ne sont pas décorés par la phase α_{GB} . Simultanément, la précipitation de la phase α_{WGB} s'est produite avec en moyenne deux ou trois colonies de phase α_{WGB} dans le grain ; la progression de α_{WGB} vers le centre du grain reste très faible.

Pour une durée de maintien égale à 36 minutes, il reste encore quelques joints de grain qui ne sont pas décorés par α_{GB} . Le degré de progression de la phase α_{WGB} dans le grain, ainsi que le nombre de colonies par grain ont augmenté. En fin de transformation, le grain est entièrement envahi par la phase α_{WGB} .

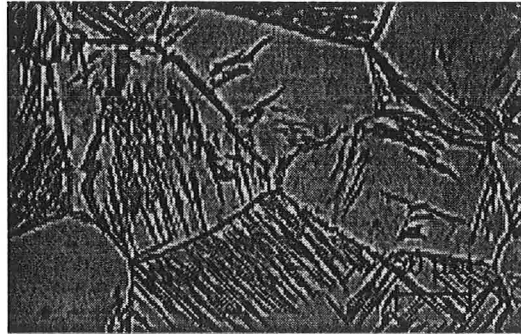


Figure II.17 : Microstructures obtenues à 790°C à l'issue d'un maintien de 55 mn.

Pour une température de 750°C, le grain est également envahi, en fin de transformation, par la phase α_{WGB} (figure II.18). Cependant, le nombre de colonies semble plus élevé à l'issue d'un maintien à 750°C qu'à 790°C. Ce fait est d'ailleurs confirmé lors de l'étude microstructurale quantitative.



Figure II.18. : Microstructure obtenue en fin de maintien isotherme à 750°C.

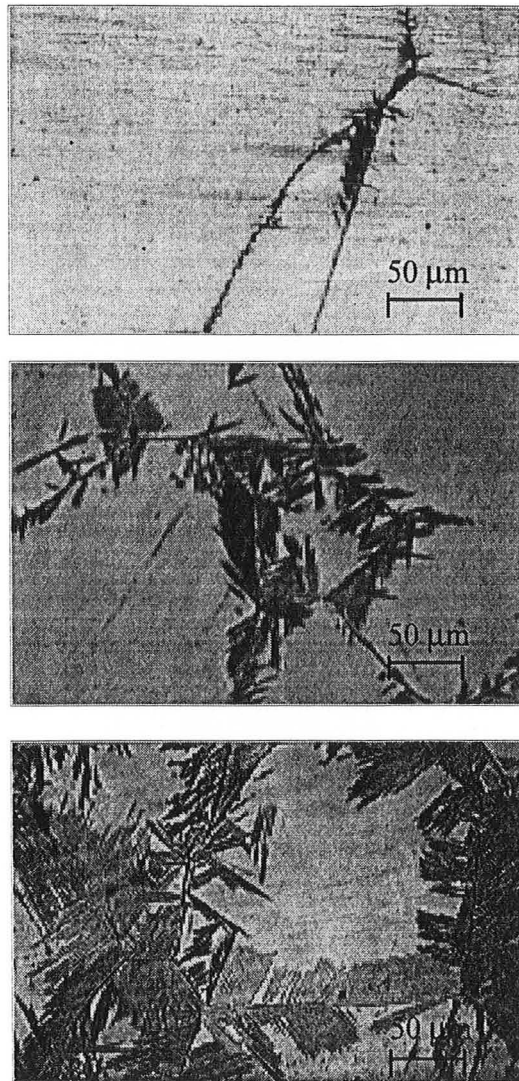


Figure II.19. : Microstructures obtenues à 750°C :
a) à l'issue d'un maintien de 6 mn,
b) à l'issue d'un maintien de 16 mn,
c) à l'issue d'un maintien de 26 mn.

Lorsque la transformation est partielle à 750°C, on observe au bout de 6 mn de maintien, la présence de phase α_{GB} sur quelques joints de grains. Le taux d'occupation des ex-joints β par α_{GB} et α_{WGB} est plus élevé à 750°C qu'à 790°C pour un temps de maintien équivalent. Pour un temps de maintien de 26 mn à 750°C, les grains sont pratiquement tous décorés par la phase α_{GB} , et la phase α_{WGB} s'est davantage développée à cette température qu'à 790°C. En effet, les colonies sont plus nombreuses et leur progression vers le centre du grain plus importante. Après un maintien de 36 minutes, la phase α_{WGB} s'est considérablement développée à partir des colonies déjà existantes et a pratiquement envahi tout le grain.



Figure II.20 : Microstructures obtenues à 750°C à l'issue d'un maintien de 36 mn

Formation de la phase α_{WI}

L'évolution des microstructures obtenues à 700°C à l'issue de maintiens interrompus ou complet (maintien de 6 mn), est illustrée par la figure II.21.

La microstructure obtenue en fin de maintien isotherme à 700°C ($t = 6$ mn) présente à proximité du joint de grain une "couronne" continue de phase α_{WGB} ayant précipité au niveau des ex-joints de grains β - β , eux-mêmes tous décorés par α_{GB} . L'épaisseur du liseré continu de phase α_{GB} est beaucoup plus faible qu'à 830°C et 790°C. Au centre du grain, la structure est essentiellement composée de lamelles disposées en "vanneries" qui s'enchevêtrent les unes dans les autres. Même si la distinction d'une colonie à l'autre est difficile tant la structure finale est enchevêtrée, on observe néanmoins que le nombre final de colonies est plus élevé qu'à 750°C. Si l'on considère qu'une colonie se définit par une direction de croissance commune pour l'ensemble des lamelles de cette colonie, on constate qu'à 700°C, la largeur des colonies, c'est à dire le nombre de lamelles par colonies, a diminué par rapport à la largeur moyenne rencontrée à 750°C. De même, la longueur et l'épaisseur moyenne des lamelles ont considérablement diminué par rapport à celles observées à des températures supérieures.

L'étude des microstructures obtenues à l'issue de maintiens interrompus de 2, 4 et 6 mn, ne permet pas vraiment d'affirmer que les premières phases formées sont les phases α_{GB} et α_{WGB} . En effet, la phase α sous forme de vanneries est déjà présente en très faible quantité au bout de 2 minutes de maintien. Pour une durée de maintien de 2 minutes seulement, on observe que le taux de joints de grain décorés par la phase α_{GB} est très élevé, voire proche du maximum. Des plaquettes de phase α_{WGB} se développent de manière plus ou moins uniforme à partir des joints de grain, en formant une couronne de colonies de longueurs sensiblement égales. Quelques lamelles très fines commencent également à précipiter, en faible quantité, à l'intérieur du grain à partir de sites de germination intragranulaires. Cette phase α intragranulaire est notée α_{WI} [32].

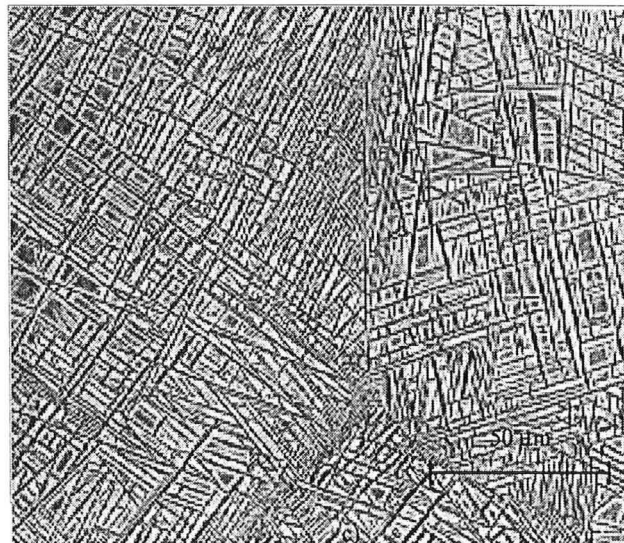
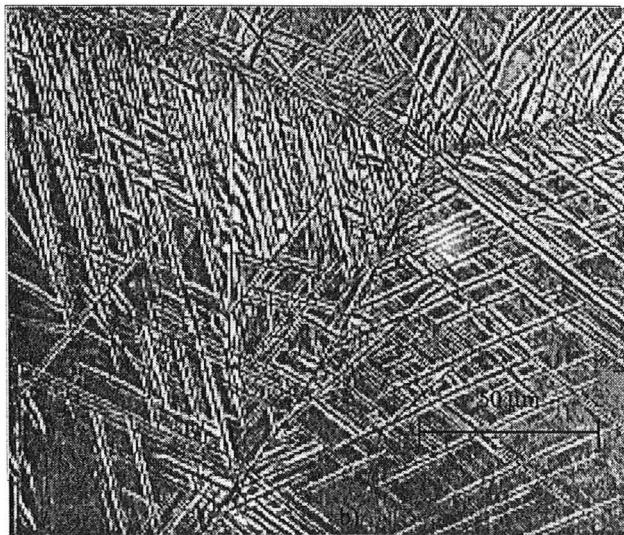
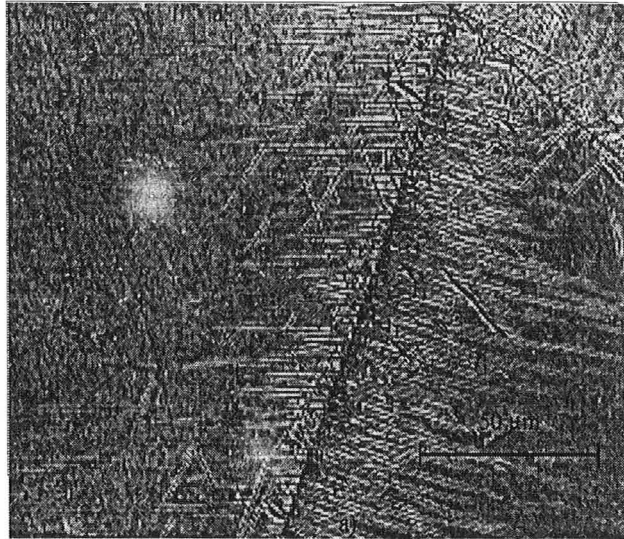


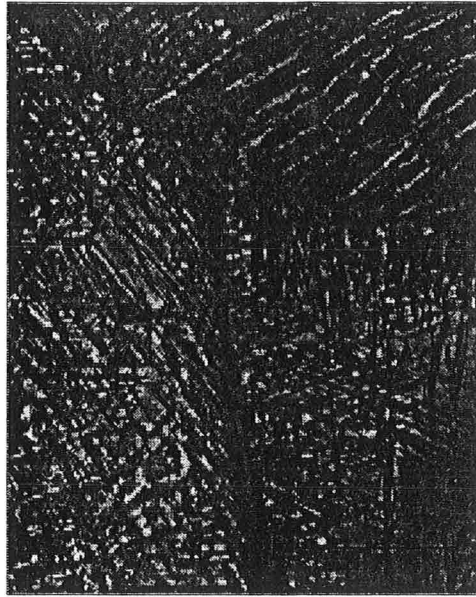
Figure II.21 : Microstructures obtenues à 700°C :
a) à l'issue d'un maintien de 2 mn,
b) à l'issue d'un maintien de 4 mn,
c) à l'issue d'un maintien de 6 mn.

La microstructure obtenue à l'issue d'un maintien de 4 mn montre que la croissance de la "couronne" a progressé vers l'intérieur du grain. Par contre, on n'observe encore que très peu de phase intragranulaire α_{WI} . Pour une durée de maintien de 6 mn, on observe que la croissance de la couronne de phase α_{WGB} est nettement ralentie et n'a pratiquement pas progressé à l'intérieur du grain. Cette croissance a été limitée, ou plutôt empêchée, par la précipitation intragranulaire massive de la phase α_{WI} à l'intérieur du grain.

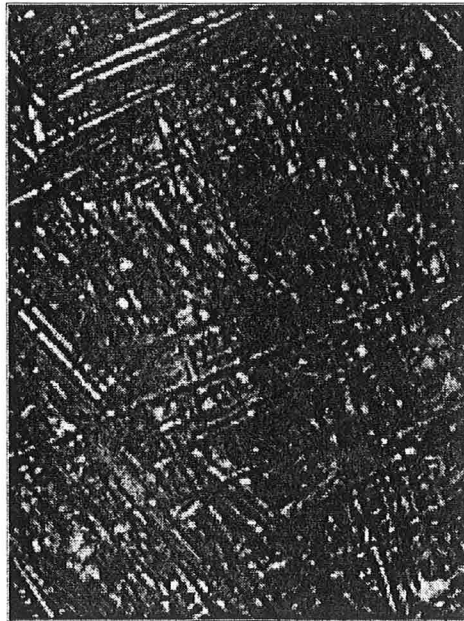
A la différence d'une transformation à 750 ou 790°C, tous les joints de grain présentent des colonies qui apparaissent très tôt à 700°C, et pratiquement en même temps à cause de la saturation très rapide des ex-joints de grain β - β . De ce fait, leur progression à l'intérieur du grain n'est pas décalée dans le temps et donne naissance à une couronne uniforme de lamelles de phase α_{WGB} . La progression de cette couronne est cependant ensuite limitée par la précipitation de la phase α_{WI} , qui envahit la partie centrale du grain non encore transformée.

L'évolution des microstructures obtenues à 600°C est illustrée par la figure II.22. A l'issue d'un maintien isotherme à 600°C ($t = 4 \text{ mn } 30 \text{ s}$), on observe un liseré très fin de phase α_{GB} au niveau des joints de grain. La microstructure présente également des aiguilles très fines de phase α se développant à partir de ces joints. Les différents mécanismes de transformation mis en jeu sont les mêmes qu'à 700°C, même si la phase α_{WI} intragranulaire est ici, à la différence du cas précédent, très largement majoritaire. Enfin, on observe que l'épaisseur du liseré de phase α_{GB} est plus faible à 600°C qu'à 700°C mais on n'observe pratiquement pas de phase α_{WGB} .

Il est intéressant de comparer les microstructures obtenues à 700 et 600°C pour une même durée de transformation. En effet, à ces températures de transformation, on observe les trois types de morphologies de phase α déjà citées, mais leurs proportions relatives varient d'une température à l'autre. Par exemple, les microstructures atteintes à l'issue d'un maintien de 2 mn à 700°C et 2 mn 30 s à 600°C respectivement, présentent toutes les deux à proximité du joint de grain une "couronne" continue de phase α_{GB} ayant précipité au niveau des ex-joints de grains β - β . L'épaisseur du liseré continu de phase α_{GB} à 600°C est inférieure à celle observée à 700°C. La précipitation intragranulaire de phase α_{WI} ne se développe que dans la partie centrale du grain à 700°C alors qu'elle est déjà envahie tout le grain à 600°C.



a)



b)

Figure II.22 : Microstructures obtenues à 600°C :
a) à l'issue d'un maintien de 2 mn 30 s,
b) à l'issue d'un maintien de 4 mn 30 s.

II.3.2 Etude microstructurale quantitative

II.3.2.1 Caractérisation de la phase α_{GB}

Épaisseur moyenne de la phase α_{GB} au joint de grain

L'évolution de l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain en fonction de la température de transformation est présentée sur la figure II.23 pour des échantillons entièrement transformés.

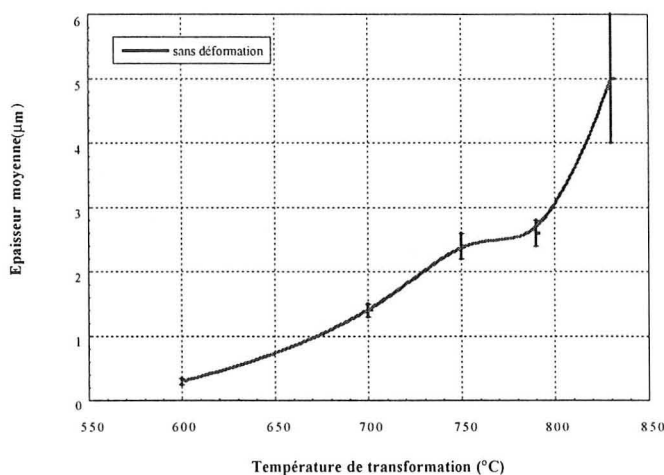


Figure II.23 : Evolution de l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain en fonction de la température pour des maintiens isothermes jusqu'à la fin de la transformation.

Nous observons que l'épaisseur moyenne de la phase α au joint de grain dépend de la température de transformation : cette valeur est d'autant plus élevée que la température de transformation est élevée. En effet, la valeur de l'épaisseur moyenne est de 5 μm pour une température de transformation de 830°C. Les écarts-types à cette température sont élevés car peu de joints sont transformés. Lorsque la température de transformation diminue, la valeur de l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain diminue : elle est égale à 2,5 μm à 750°C et à 0,3 μm à 600°C.

II.3.2.2 Caractérisation de la phase α_{WGB}

Nombre de colonies de lamelles de phase α_{WGB}

Les observations qualitatives ont montré que la phase α_{WGB} se forme à partir de la phase α_{GB} , et que le nombre de colonies par grain augmente lorsque la température de transformation diminue. Aussi avons nous cherché à quantifier ce paramètre.

L'évolution du nombre de colonies de lamelles en fonction de la durée et de la température de transformation est illustrée par la figure II.24.

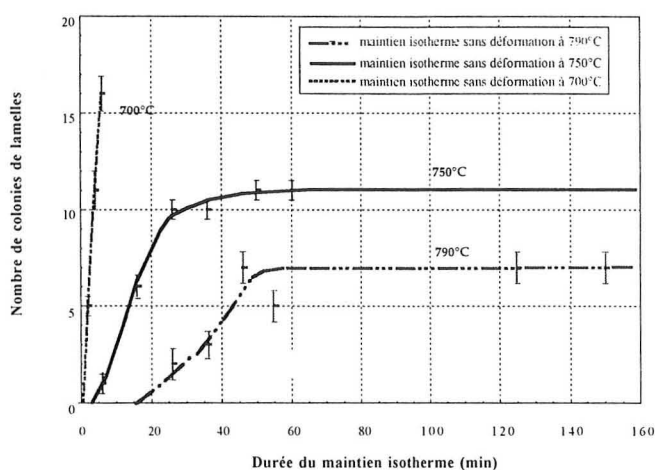


Figure II.24 : Nombre de colonies de lamelles par grain en fonction du temps et de la température. Influence de la température de transformation.

La comparaison des nombres de colonies par grain obtenus en fin de transformation à 790, 750 et 700°C, montre que ce nombre augmente quand la température diminue. En effet, on trouve 7 à 8 colonies par grain à 790°C, 11 à 12 à 750°C et plus de 15 à 700°C. L'évolution du nombre de colonies par grain en fonction du temps dépend de la température de transformation : le nombre de colonies atteint sa valeur finale au bout de 60 mn à 790°C, de 40 mn à 750°C et en moins de 10 mn à 700°C. Pour cette dernière température, l'incertitude de mesure pour la valeur finale est plus importante (10% d'incertitude) car il est très difficile de différencier les colonies entre elles tant la structure est enchevêtrée et ce, d'autant plus qu'il y a formation simultanée des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} . Dans le cas d'un échantillon entièrement transformé à 830°C, la structure rencontrée ne permet pas d'attribuer les différentes lamelles à des "colonies" au sens classique du terme, les lamelles semblant être "morcelées".

Détermination de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α

L'évolution de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction de la température de transformation est présentée figure II.25 pour des échantillons entièrement transformés.

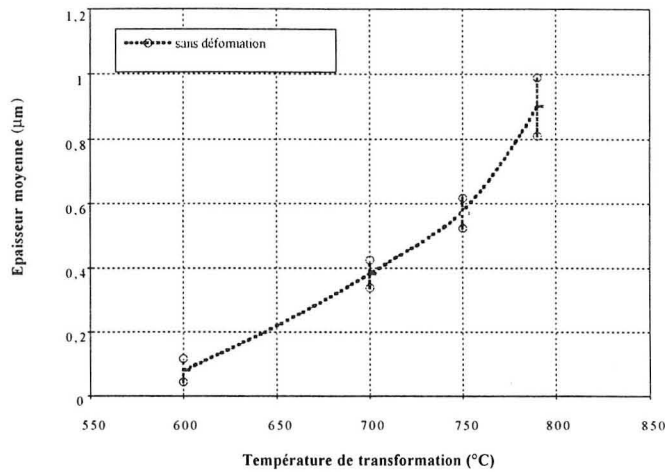


Figure II.25 : Variation de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction de la température pour un maintien jusqu'à la fin de la transformation

Cette figure montre que l'épaisseur moyenne des lamelles dépend de la température de transformation, et que la valeur de l'épaisseur moyenne est d'autant plus élevée que la température de transformation augmente. La valeur de l'épaisseur moyenne d'une plaquette de phase α_{WGB} est de l'ordre du micron à l'issue d'un maintien isotherme à 830°C . Pour une température de transformation de 790°C , la valeur de l'épaisseur moyenne est légèrement inférieure à $0,6 \mu\text{m}$. A 700°C , cette valeur est inférieure à $0,1 \mu\text{m}$. La valeur reportée sur la figure II.25 à la température de 600°C , correspond à la valeur de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WI} .

II.3.2.3 Caractérisation de la phase α_{WI}

En fin de transformation, l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WI} , pour une température de transformation de 600°C, est voisine de 0,1 μm . Cette valeur est plus faible que la valeur de l'épaisseur moyenne des lamelles de α_{WGB} à des températures plus élevées.

Nous avons également mesuré les variations au cours du temps de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WI} , ainsi que les variations du rapport moyen *épaisseur/longueur* des lamelles de α_{WI} (figure II.26).

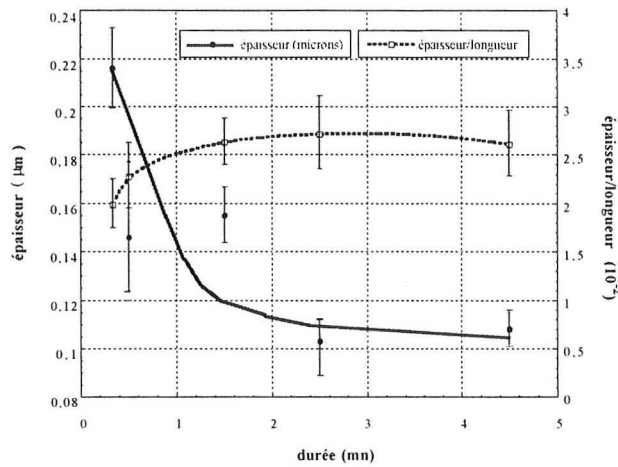


Figure II.26 : évolution en fonction du temps de l'épaisseur des lamelles de phase α_{WI} et du rapport *épaisseur/longueur* de ces lamelles à 600°C.

L'épaisseur moyenne des lamelles diminue de 0,15-0,22 μm au début de la transformation, vers une valeur proche de 0,1 μm à partir d'un temps de maintien de 2 mn 30s correspondant à un degré d'avancement de la transformation de 90% à cette température. Par ailleurs, la valeur du rapport moyen *épaisseur/longueur* augmente de 2-2,3. 10^{-2} à 2,7. 10^{-2} pour la même durée de transformation. L'augmentation de ce rapport moyen *épaisseur/longueur* est liée à une diminution simultanée de la longueur des lamelles formées. Nous pouvons également signaler que la valeur maximale de l'épaisseur reste sensiblement constante entre le début (0,30 μm au bout de 20 s) et la fin de la transformation (0,28 μm au bout de 4 mn 30 s).

II.3.3 Détermination de la composition chimique locale

Les observations microstructurales montrent que la phase α_{WGB} progresse dans le grain au cours de la transformation. La colonie est constituée de lamelles de phase α et de phase β enrichie. Il est intéressant d'estimer les profils de concentration des éléments d'alliage, en avant des lamelles de phase α dans la phase β . Une analyse de la composition chimique locale a donc été réalisée sur des échantillons transformés à des températures supérieures ou égales à 750°C [28], où les seules phases présentes sont α_{GB} et α_{WGB} . Nous n'avons pas pu déterminer la composition de la phase β entre les lamelles de α_{WGB} , car l'épaisseur de ces lamelles est trop faible par rapport au volume de matière analysé par microsonde.

Lors de la transformation de phase, l'aluminium, seul élément alphagène de l'alliage β -Cez, diffuse de la phase β vers la phase α et les éléments bêtagènes de la phase α vers la phase β . Etant donnée la morphologie des phases α_{GB} et α_{WGB} , il nous a semblé judicieux d'étudier plus spécifiquement les étendues de diffusion de ces éléments parallèlement à la direction de croissance des lamelles de α_{WGB} d'une colonie, c'est à dire à partir du front de croissance de cette colonie vers le centre du grain. Les différences de composition chimique ont aussi été étudiées à l'intérieur de la colonie suivant un axe parallèle au front de croissance. Le choix des axes de mesure des étendues de diffusion est commenté dans l'Annexe III, où sont également rassemblés les principaux résultats se rapportant à cette analyse. Nous nous contentons de résumer dans ce paragraphe l'essentiel des résultats obtenus.

L'analyse des valeurs des étendues de diffusion conduit à la conclusion, que la distance parcourue par les éléments d'alliage depuis le front de croissance de la colonie jusqu'à l'intérieur du grain, est d'autant plus importante que la température de transformation est élevée. Cette analyse montre aussi que la phase β située entre les lamelles de phase α n'a pas la même composition chimique que la phase β d'origine.

Ainsi, la concentration en aluminium est égale à la concentration moyenne de l'alliage en aluminium, à partir d'une distance supérieure à 20 μm à 830°C. Cette distance est comprise entre 10 et 20 μm pour des transformations à 790°C. Pour une température de transformation de 750°C, elle est inférieure à 7 μm .

Pour les éléments β -gènes tels que le fer et le chrome, ces distances sont très voisines de celles mesurées pour l'aluminium : elles sont supérieures à 30 μm à 830°C, et sont comprises entre 12 et 22 μm à 790°C. Par contre, la concentration en molybdène est égale à la concentration moyenne de l'alliage en cet élément à partir d'une distance de l'ordre de 15 μm à 830°C et inférieure à 5 μm à 790°C.

II.4 Analyse des résultats

Formation des phases α_{GB} et α_{WGB}

Pour des températures de transformation supérieures ou égales à 750°C, les seules phases présentes sont les phases α_{GB} et α_{WGB} et la cinétique d'apparition de ces phases est plutôt lente. La phase α_{WGB} ne se forme au niveau des ex-joints de grain β - β que si ceux-ci sont décorés de phase α_{GB} . La formation de la phase α_{WGB} est donc très liée à celle de α_{GB} et donc du degré de saturation des sites de germination que sont les joints de grain β - β . Les microstructures obtenues révèlent que la saturation des sites de germination n'est pas immédiate : elle n'est pas observée en fin de transformation à 830°C, alors qu'elle l'est au bout de seulement 26 mn de maintien à 750°C.

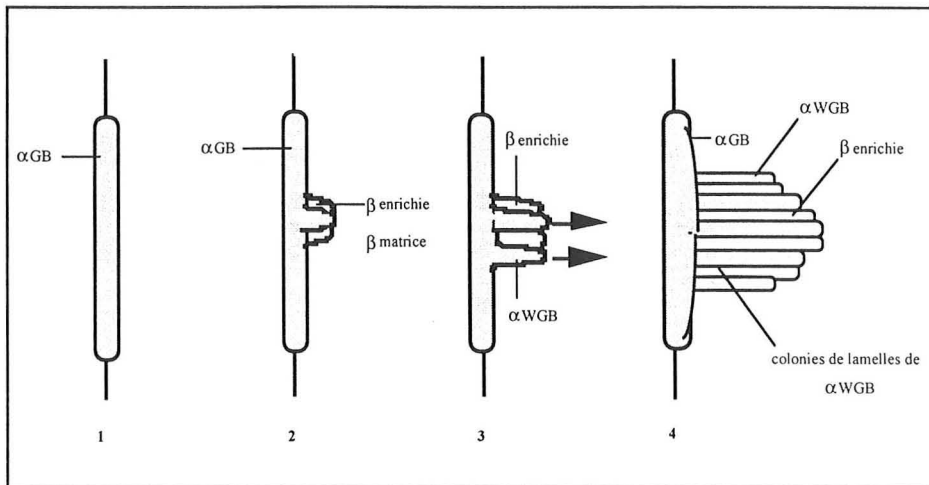
L'évolution en fonction du temps du nombre de colonies par grain reflète la dépendance entre le taux de joints de grains occupés par de la phase α_{GB} et la formation de la phase α_{WGB} . Si la température de transformation diminue, la force motrice de la transformation augmente et la germination de α_{GB} au joint de grain devient plus rapide. La phase α_{WGB} se formant toujours à partir de la phase α_{GB} , il en résulte que le nombre de colonies augmente. Par exemple, à 790°C, le nombre de colonies augmente essentiellement pendant les 50 premières minutes de la transformation. Ceci signifie que la germination de phase α_{GB} a lieu au cours de cette période, dont la fin correspond à un degré d'avancement de la transformation de 56%. Pour une température de 750°C, l'augmentation du nombre de colonies se situe pendant les 25 premières minutes de la transformation pour un degré d'avancement de la transformation pratiquement équivalent (64%). Ainsi, la cinétique de germination de la phase α_{GB} a-t-elle une forte influence sur la formation de la phase α_{WGB} .

La croissance de la phase α_{WGB} fait intervenir des mécanismes de diffusion. Nous avons montré que la composition de la phase β devant le front de croissance des lamelles de α , présentait une hétérogénéité chimique sur une distance relativement faible. Cette distance, déterminée au paragraphe II.3.3, représente au plus une valeur équivalente à trois périodes de la structure lamellaire $(\alpha_{WGB}+\beta)^2$. De plus, la phase β présente entre les lamelles de α_{WGB} est enrichie en éléments β -gènes. Il existe donc une très forte hétérogénéité chimique de la phase β au cours de la croissance : on observe simultanément, entre les lamelles de α_{WGB} , une phase β enrichie en éléments β -gènes, et à l'intérieur du grain non transformé, une phase β dont la composition chimique est proche de la composition moyenne de l'alliage. Les diffractogrammes des RX réalisés sur les échantillons partiellement transformés traduisent ces hétérogénéités chimiques par un dédoublement des raies de la phase β [6].

² L'épaisseur $e\alpha$ de α_{WGB} a été déterminée au paragraphe II.3.2.

La période est considérée égale à $(f\alpha \cdot e\alpha + f\beta \cdot e\beta)$

Les analyses de composition chimique locale entre les plaquettes de phase α_{WGB} et au niveau du front de croissance de la colonie, conduisent à proposer que la précipitation de ces plaquettes est vraisemblablement *discontinue* ou de type *cellulaire* [42]. La succession des différents étapes de cette précipitation est illustrée sur la figure II.27.



Il y a donc croissance coopérative des lamelles de phase α et des zones de phase $\beta_{enriche}$. Pour les précipitations discontinues, l'épaisseur des lamelles sera d'autant plus fine que la force motrice (proportionnelle au degré de sous-refroidissement par rapport à la température de transus) de la transformation est élevée. Nous avons tracé sur la figure II.28 l'épaisseur des lamelles de phase α en fonction du terme $[T_{\beta} / (T_{\beta} - T)]$, T étant la température de transformation considérée et T_{β} la température de transus de l'alliage.

Une relation linéaire est obtenue avec une très bonne corrélation (coefficient de corrélation de 0,97). En faisant l'hypothèse que l'épaisseur de la structure est proportionnelle à la période de la structure (épaisseur de la lamelle de α_{WGB} + épaisseur de la zone interlamellaire $\beta_{enriche}$), nous retrouvons, de même que pour les transformations eutoïdes des aciers, que la périodicité de la structure dépend de la force motrice de la transformation, caractérisée par le paramètre $[1 / (T_{\beta} - T)]$. L'existence d'une telle relation est un argument supplémentaire nous permettant de proposer que la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} est de type cellulaire.

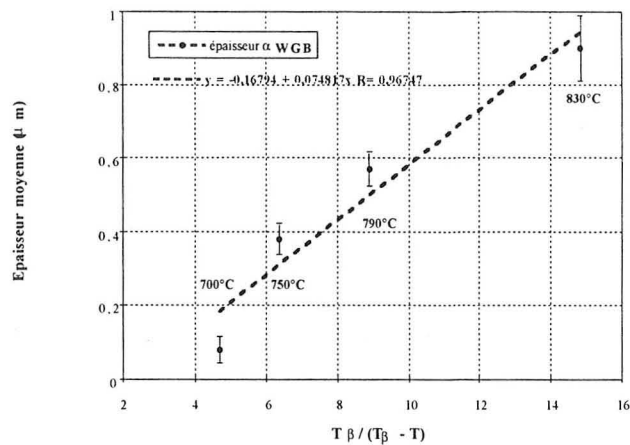


Figure II.28 : Epaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction du rapport $[T_{\beta} / (T_{\beta} - T)]$.

La formation des phases α_{GB} et α_{WGB} a de nombreuses caractéristiques de la précipitation de type *cellulaire* ou *discontinue*. Une étude plus approfondie par MET devrait être réalisée pour approfondir davantage la caractérisation de cette transformation, notamment afin de vérifier la composition chimique des différentes phases lors de la croissance de α_{WGB} . La mesure de l'étendue des zones de diffusion pourra aussi être réalisée à une échelle beaucoup plus fine que celle que nous avons utilisée avec la microsonde.

Si nous adoptons l'hypothèse d'un mécanisme de précipitation *discontinue* ou de type *cellulaire* pour la formation de α_{WGB} , la valeur prise par l'exposant n de l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (équation II.1) s'explique alors aisément : nous obtenons expérimentalement une valeur voisine de 1-1,2 pour les différentes températures étudiées. Dans le cas d'une précipitation discontinue, avec germination aux joints de grains et saturation des sites de germination, la valeur théorique prise par l'exposant n est égale à 1 [41]. Comme nous n'avons pas saturation des sites de germination à haute température à 830°C, cette valeur sera un peu plus élevée. Pour les températures plus basses pour lesquelles la saturation des sites de germination apparaît plus rapidement, la valeur de l'exposant n va tendre vers 1.

Formation de la phase α_{WI}

Le domaine de température compris entre 700°C et 600°C, correspond au domaine de coexistence des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} . A 700°C, la cinétique de transformation très rapide et la diminution du temps d'incubation s'expliquent principalement par une saturation très rapide des sites de germination intergranulaires. En effet, cette saturation est observée pratiquement dès le début de la transformation. Ceci est d'ailleurs confirmé par l'évolution du nombre de colonies par grain : à 700°C, ce nombre atteint pratiquement sa valeur finale en 6 mn au lieu de 40 mn à 750°C et 60 mn à 790°C.

A 700°C, la phase α_{WI} apparaît très rapidement : elle est déjà présente en très faible quantité au bout de deux minutes de maintien. La quantité de phase α_{WI} reste négligeable pendant les quatre premières minutes de transformation alors que presque toutes les colonies de phase α_{WGB} sont déjà apparues et que le degré d'avancement de la transformation est de 80% environ. Par conséquent, la cinétique de transformation à 700°C est essentiellement gouvernée par la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} , même si la progression des colonies de lamelles de α_{WGB} est ensuite limitée par la présence de précipités intergranulaires de phase α_{WI} .

Une accélération de la cinétique de transformation est observée entre 700°C et 600°C. A 600°C, la cinétique globale de transformation est gouvernée par la formation de α_{WI} dont la germination est très rapide. La transformation progresse essentiellement par formation de nouveaux précipités. On observe cependant à l'issue d'un maintien isotherme à 600°C les trois types de morphologies de phase α déjà rencontrées à 700°C. Mais la phase α_{WI} intragranulaire est ici, à la différence du cas précédent, très largement majoritaire. La transformation de phases à 600°C correspond au deuxième nez du diagramme TTT déterminé par résistivité. De plus, pour ces températures de transformation, la modification de la composition chimique devant le front de formation de la phase α_{WGB} se produit sur une distance très faible (inférieure à 7 μm pour l'aluminium et le molybdène, et à 10 μm pour le fer et le chrome). De ce fait, la phase α_{WI} se forme dans une matrice dont la composition peut être considérée égale à la composition initiale de l'alliage.

La caractérisation des microstructures obtenues à 600°C, révèle que l'épaisseur moyenne des lamelles de α_{WI} formées diminue légèrement lorsque la transformation progresse, et que le rapport *épaisseur / longueur* augmente faiblement puis reste constant. Etant donné que ni l'épaisseur moyenne, ni l'épaisseur maximale mesurée sur l'ensemble des précipités, n'augmentent, nous pouvons considérer que la transformation progresse essentiellement par formation de nouveaux précipités de phase α , plutôt que par croissance des précipités déjà formés.

L'exposant n déterminé expérimentalement à 600°C, est caractéristique d'une cinétique de germination de la phase α_{WI} . La transformation $\beta \rightarrow \alpha_{\text{WI}}$ présente certainement un

caractère displacif. Le rapport c/a est sensiblement constant, l'épaisseur moyenne et la longueur moyenne des précipités diminuent. Enfin, la microstructure révèle un aspect fractal semblable à celui d'une transformation martensitique.

Menon et Aaronson [34] puis S. Bein [4] ont proposé pour la formation de la phase α_{WI} , un mécanisme de transformation par cisaillement : aux premiers instants de la transformation, la composition chimique de la phase formée n'aurait pas la composition d'équilibre, les aiguilles de α_{WI} ont été appelées "black plates" [34, 4]. La détermination des paramètres de maille que nous avons effectuée (cf. Annexe V) révèle que le paramètre de maille de la phase β est modifié, mais en fin de transformation. Ainsi, parallèlement à la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} , qui est une transformation de type diffusif, la germination de la phase intragranulaire α_{WI} commence à apparaître dans la matrice à des températures plus faibles, pour lesquelles la diffusion des éléments d'alliages se fait de plus en plus difficilement et sur des distances de plus en plus courtes. La phase hexagonale compacte préalablement formée, dont la composition est voisine de celle de la phase "mère", tend ensuite vers la phase α , plus riche en aluminium et plus pauvre en éléments bétagènes.

Ce mécanisme de formation de phase α_{WI} présente donc un caractère displacif. La transformation du réseau cubique centré de la phase β en un réseau hexagonal compact, qui est celui de la phase α , se fait par un mécanisme de cisaillement en produisant des lamelles de phase α sursaturées en éléments β -gènes. Etant donné que la température de transformation n'est pas trop basse, la redistribution des éléments d'alliages entre la phase "mère" β et la phase "produit" α , est alors possible par diffusion. Enfin, l'apparition de la phase α_{WI} est indépendante de celles des phases ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$). Par contre, les proportions de ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) et de α_{WI} dans le grain au cours de la transformation sont liées entre elles et dépendent de la quantité de phase β qui peut encore se transformer.

Description du diagramme TTT de l'alliage β -Cez

La courbe TTT de l'alliage β -Cez, déterminée par résistivité électrique, est donc relative à différents mécanismes de transformations de phase. Pour les températures élevées, supérieures à 750°C, seule la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} est observée, alors que pour des températures proches de 600°C, c'est essentiellement la formation de la phase α_{WI} qui est observée.

Ainsi, le diagramme TTT expérimental peut-il être déconvolué par différentes courbes en C, comme le schématise la figure II.29. La courbe en C n°1 correspond à la formation de ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$), la courbe en C n°2 à celle de α_{WI} et la dernière (courbe en C n°3) à la formation de la ω phase, qui précéderait celle de la phase α .

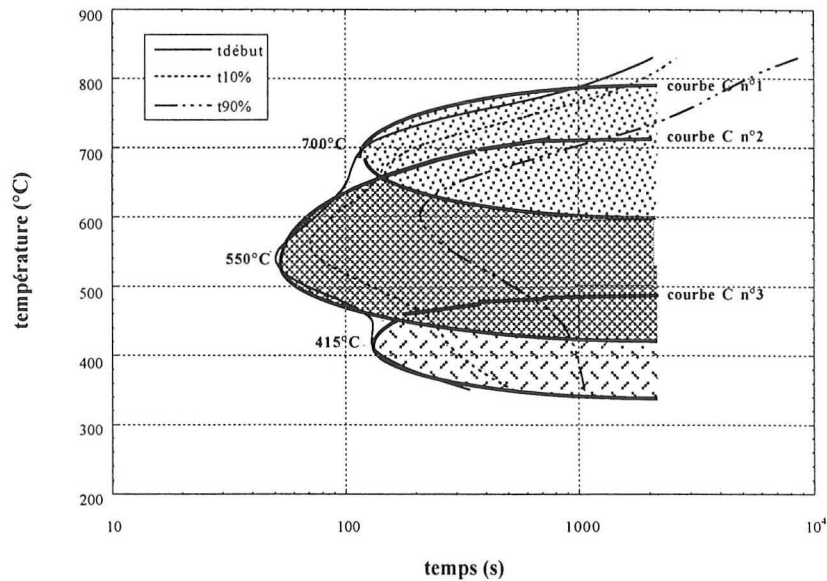


Figure II.29 : Diagramme TTT de l'alliage β -Cez : déconvolution du diagramme en trois courbes en C.

S. Bein [4] traduit le diagramme TTT de l'alliage β -Cez par quatre courbes en C. Les mêmes mécanismes de transformation ont été proposés par S. Bein [4] pour la formation de α_{WGB} (premier domaine). Pour celle de α_{WI} (deuxième domaine), bien qu'ayant indiqué que la transformation présentait un caractère displacif, S. Bein considère qu'il y a germination instantanée et croissance par diffusion. Pour les températures inférieures à 500°C, S. Bein [4] distingue deux domaines supplémentaires. Le troisième domaine fait intervenir des mécanismes voisins de ceux qu'elle a proposé pour le deuxième domaine ; cependant, la cinétique étant globalement plus rapide, elle explique cette accélération par un effet des contraintes. Enfin, le quatrième domaine correspond à la formation de la phase ω précédant la précipitation de la phase α .

Que représentent les variations de résistivité électrique ?

Dans le domaine des températures supérieures à 750°C, les variations relatives de résistivité électrique suivent une cinétique représentative de la transformation de phase, gouvernée par la diffusion. Par contre, pour des températures inférieures à 700°C, la courbe de résistivité affiche un retard par rapport à l'évolution du taux de phase α . Ce retard augmente lorsque la température diminue, c'est à dire lorsque la proportion de phase α_{WI} augmente. Pour ces températures, la diffraction RX met en fait en évidence l'apparition d'une nouvelle phase

sans modification mesurable de la résistivité, celle-ci évoluant plus tardivement alors que la phase nouvelle (α_{W1}) est déjà formée.

A haute température, la transformation de phase est gouvernée par la diffusion, le milieu est homogène et isotherme : le mécanisme de transformation engendre peu de contraintes internes sans rupture du réseau. A l'évolution des variations de résistivité est associée l'énergie d'activation du seul régime de diffusion. Pour des températures inférieures à 700°C, plusieurs *processi* interviennent lors de la transformation de phase, qui ont chacun leur propre énergie d'activation. L'évolution des variations de résistivité ne peut donc plus être associée à une seule énergie d'activation. D'autre part, l'énergie cinétique distribuée dans le système atomique est moins importante qu'à plus haute température. L'évolution structurelle est plus difficile. Le désaccord entre les réseaux en présence engendre des contraintes internes qui ne sont plus aussi bien compensées du fait de la réduction de l'énergie cinétique distribuée. La transformation de phase se fait alors par un mécanisme de cisaillement, qui induit la formation de défauts ponctuels (liaisons brisées, dislocations) à l'intérieur de la phase minoritaire (qui est la phase nouvelle en train de se former). Cette formation de défauts se développe jusqu'à consommation totale de l'énergie de contrainte. Ce sont ces défauts, qui seuls peuvent influencer de manière importante sur le transport électronique dans le matériau en limitant ce transport et en augmentant la résistivité. Celle-ci évolue avec une énergie d'activation élevée due aux défauts, c'est à dire très lentement jusqu'à annihilation de ces défauts. Pour des températures inférieures à 700°C, l'évolution de la résistivité suit donc un comportement de type "diffusion" dès que le transport électronique n'est plus dominé par les défauts, ce comportement étant analogue à celui présent à des températures supérieures à 750°C pour lequel peu de défauts (voire pas de défauts du tout) interfèrent avec le transport électronique.

Ces mesures de résistivité électrique ainsi que les mesures de taux de phase réalisée par diffraction RX, n'accordent donc leurs cinétiques respectives que si l'évolution cristalline est sensiblement univoque. Celle-ci est alors lente, suivant un processus gouverné par une loi de diffusion. Le suivi de la résistance électrique ne renseigne donc pas sur l'apparition et la formation d'une nouvelle phase mais plutôt sur son évolution interne après formation, en regard de la dissipation de l'énergie de contrainte induite dans le matériau.

II.5 Conclusions de l'étude expérimentale des transformations isothermes sans déformation

Cette étude expérimentale montre que, dans le domaine des températures supérieures à 750°C, le mécanisme de transformation de la phase α est de type cellulaire, la cinétique de croissance des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) étant contrôlée par la diffusion. Entre 700°C et 600°C, c'est à dire dans le domaine de coexistence des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} , la formation de la phase α_{WI} présente un caractère displacif et sa formation est indépendante de celle des phases α_{GB} et α_{WGB} .

Les cinétiques de transformation de ces phases sont indépendantes quant à leur progression mais leurs proportions relatives sont liées par le taux de phase β dans le grain pouvant encore se transformer. A chacune de ces deux transformations est associée une courbe de déconvolution (dite "courbe en C").

Dans le domaine de température correspondant à la formation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), les cinétiques de transformation de phase peuvent être obtenues par la mesure en continu des variations de résistivité électrique. Par contre, dans le domaine de température correspondant à la formation de la phase α_{WI} , nous pensons qu'il est nécessaire d'utiliser une autre méthode pour l'obtention des cinétiques réelles de transformation de phase. De plus, dans le domaine de coexistence des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} , nous avons montré qu'une méthode discontinue (microscopie et diffraction RX) permet d'atteindre, à partir des échantillons partiellement transformés, une estimation des cinétiques respectives des différentes phases en présence

Enfin, l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus au cours de cette étude permet, grâce à l'analyse critique des différents résultats, de développer un modèle de prévision de la formation des différentes morphologies apparaissant au cours d'un refroidissement continu d'une part, et de disposer des données nécessaires au calcul des cinétiques anisothermes à partir de ce modèle. De plus, ces données établies sous conditions isothermes sans déformation servent de points de comparaison pour l'étude de l'effet de la déformation sur la transformation de phase.

III. ETUDE DE L'INFLUENCE D'UNE DEFORMATION SUR LA TRANSFORMATION DE PHASE $\beta \rightarrow \alpha$

L'objectif de ce chapitre consiste à déterminer l'influence d'une déformation plastique sur la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} d'une part et de la phase α_{WI} d'autre part, que les transformations aient lieu sous conditions isothermes ou anisothermes.

Afin de pouvoir mettre en évidence l'effet des déformations plastiques, nous comparons les résultats obtenus à partir des échantillons déformés avec ceux obtenus avec échantillons non déformés, tant pour les cinétiques de transformation de phase que pour les microstructures obtenues. Cette comparaison est possible dans la mesure où les échantillons déformés subissent le même cycle thermique que les échantillons non déformés.

III.1 Transformations de phase sous conditions isothermes

Nous analysons dans ce paragraphe l'influence d'une déformation plastique sur les mécanismes de précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) d'une part, et de la phase α_{WI} d'autre part. Pour chaque mécanisme de précipitation, nous présentons deux types de résultats :

- i) les cinétiques globales de précipitation de la phase α ,
- ii) une analyse microstructurale à la fois qualitative et quantitative.

L'étude de l'effet d'une déformation plastique sur la précipitation de la phase α sous conditions isothermes conduit à appliquer différents cycles thermomécaniques. Ces cycles sont décrits de manière détaillée dans le Chapitre I.

III.1.1 Influence de la déformation sur la précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$)

Pour cette transformation, l'étude est conduite principalement pour des maintiens isothermes dans le domaine de température compris entre 830 et 750°C.

III.1.1.1 Cinétiques de transformation de phase

L'étude expérimentale de l'influence de la déformation sur la cinétique de transformation isotherme a été menée à taux et vitesse de déformation constants pour différentes températures de maintien isotherme. Les cinétiques de transformation de phase sont suivies essentiellement par mesure des variations de la résistivité électrique au cours du maintien isotherme. Comme nous l'avons décrit au Chapitre II (paragraphe II.2), la cinétique des variations de la résistivité électrique est représentative de la cinétique de formation de la phase α dans ce domaine de température.

Cinétique de variations de résistivité électrique

La figure III.1 illustre l'influence d'une déformation de 25% réalisée à 920°C sur les cinétiques de variations de résistivité à 830°C, 790 et 750°C.

Ces résultats montrent qu'une déformation plastique dans le domaine β provoque une accélération de la cinétique de variations de résistivité pour les températures de transformation de 830, 790 et 750°C. En effet, à 830°C, le temps de début de transformation est de 10 minutes lorsqu'une déformation plastique est appliquée, alors qu'il est de 35 minutes pour une transformation sans déformation préalable de la phase β . De même, le temps de 90 % de transformation est de 133 minutes dans le cas d'une transformation avec déformation au lieu de 143 minutes.

Cette accélération est également observée à 790 et 750°C. En effet, à 790°C, le temps de début de transformation est égal à 9 mn 30s dans le cas d'une transformation avec déformation au lieu de 17 mn 30 s dans le cas d'une transformation sans déformation. A cette température de maintien isotherme, la déformation modifie également la durée de la transformation puisque le temps de 90 % de transformation est de 35 minutes dans le cas d'une transformation avec déformation au lieu de 73 minutes. Dans le cas d'une transformation isotherme à 750°C, la déformation plastique ne modifie pratiquement pas le temps de début de transformation puisque les temps de début de transformation sont très voisins, de l'ordre de 6 mn 30 s. Par contre, la durée de la transformation est modifiée

puisque le temps de 90 % de transformation est égal à 31 minutes dans le cas d'une transformation avec déformation au lieu de 45 minutes.

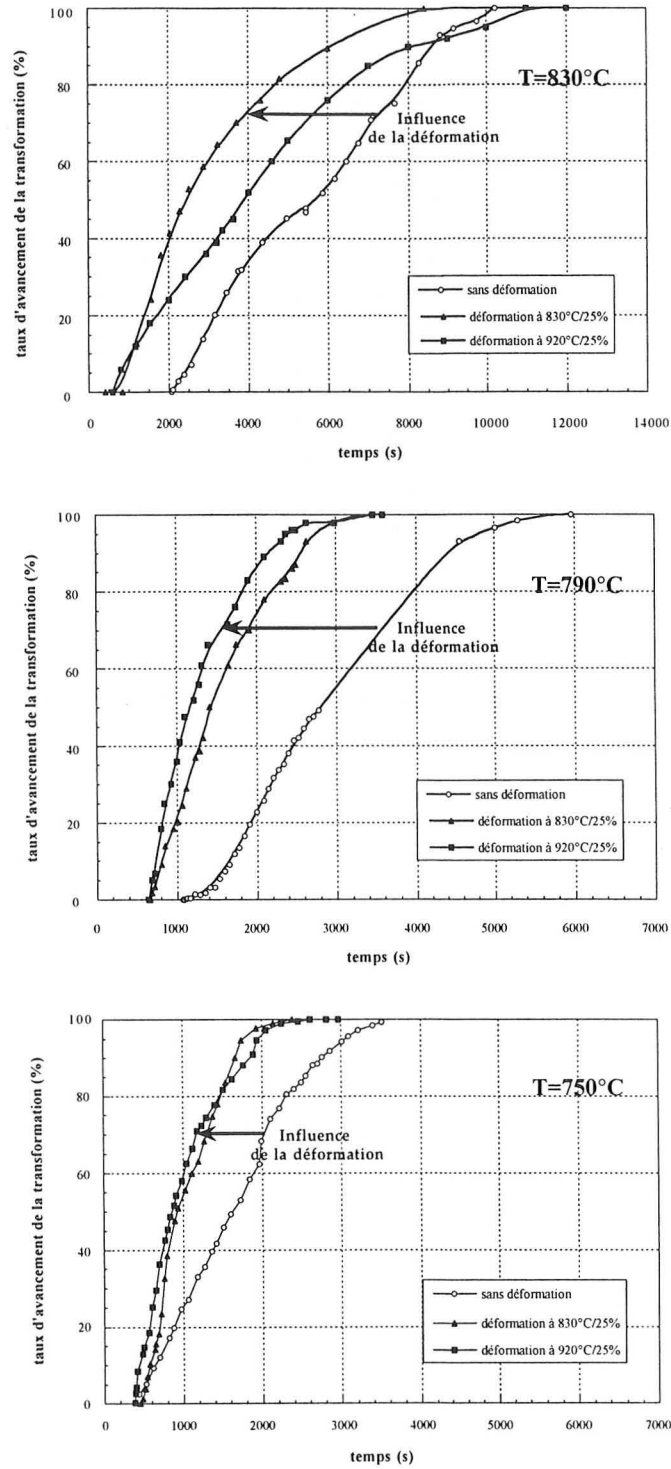


Figure III.1 : Influence de la déformation sur les cinétiques de transformation isotherme à 830, 790 et 750°C.

Nous résumons, dans le tableau III.1, l'influence d'une déformation plastique de 25% appliquée à 920°C sur les temps de début de transformation td ainsi que sur la durée la transformation, représentée par $(t_{90} - t_{10})$.

Les valeurs de $[td_{(\epsilon)} - td_{(\epsilon=0)}] / td_{(\epsilon=0)}$ et de $[(t_{90}-t_{10})_{(\epsilon)} - (t_{90}-t_{10})_{(\epsilon=0)}] / (t_{90}-t_{10})_{(\epsilon=0)}$ sont reportées dans le Tableau III.1.

Température de transformation (°C)	Influence de ϵ sur td : $[td_{(\epsilon)} - td_{(\epsilon=0)}] / td_{(\epsilon=0)}$	Influence de ϵ sur $(t_{10} - t_{90})$: $[(t_{90}-t_{10})_{(\epsilon)} - (t_{90}-t_{10})_{(\epsilon=0)}] / (t_{90}-t_{10})_{(\epsilon=0)}$
830	- 71 %	0 %
790	- 46 %	- 62 %
750	0 %	- 42 %

Tableau III.1 : Influence d'une déformation plastique sur le temps de début et la durée de la transformation en fonction de la température.

Ces résultats montrent que la déformation diminue les temps de début de transformation dans le domaine de température compris entre 830°C et 750°C : l'effet de la déformation est plus faible lorsque la température diminue ; il est d'ailleurs négligeable à 750°C. En ce qui concerne la durée de la transformation, l'influence de la déformation est négligeable pour une transformation à 830°C : la transformation n'est pas accélérée, elle est simplement décalée vers des temps plus courts. A 790°C, la durée de la transformation diminue de plus de 60 % lorsqu'une déformation plastique est appliquée. A 750°C, cette diminution correspond à 42% de la durée d'une transformation sans déformation. En résumé, à haute température (830°C), la déformation a surtout un effet sur les temps de début de transformation. Par contre, à 750°C, la déformation agit principalement sur la durée de la transformation. Pour une température intermédiaire telle que 790°C, la déformation a un effet sur le temps de début et la durée de la transformation.

Influence du taux de déformation

Nous avons ensuite étudié de manière plus spécifique l'influence du taux de déformation ($\epsilon=10\%$ et 25%) sur la cinétique de variation de résistivité au cours de maintiens isothermes à 790 et 750°C, la déformation étant appliquée à 920°C ou 790°C.

Quels que soient les taux et températures de déformation, la cinétique des variations de la résistivité électrique est accélérée lorsque l'échantillon est déformé au cours du traitement thermique. Pour une même température de déformation, les temps de début de

transformation, déterminés par résistivimétrie, sont pratiquement voisins quel que soit le taux de déformation. Par contre, les durées de transformation diminuent quand le taux de déformation augmente de 10 à 25% .

Ceci est illustré sur la figure III.2 pour un maintien isotherme à 790°C et une déformation à 920°C de 0, 10 et 25%, et sur la figure III.3 pour un maintien isotherme à 790°C et une déformation à 790°C.

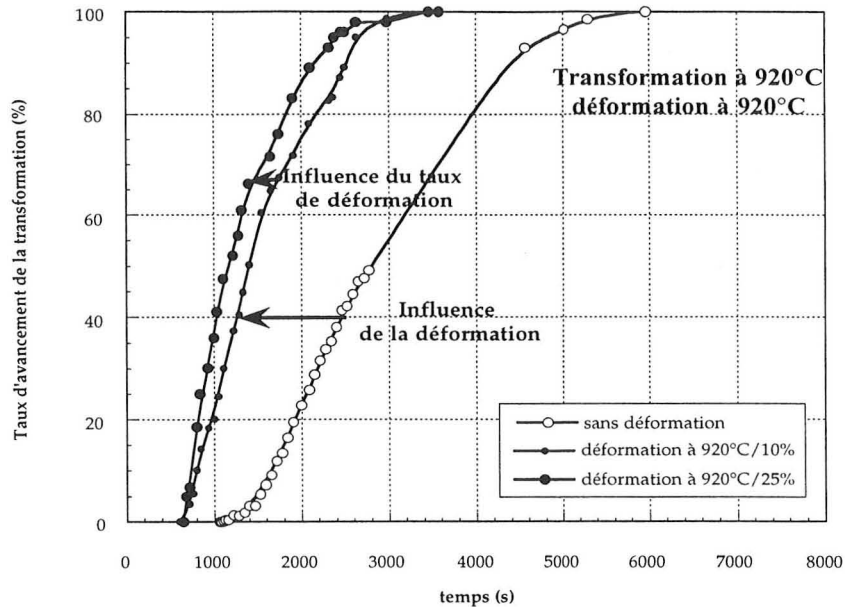


Figure III.2 : Influence du taux de déformation sur la cinétique de transformation isotherme à 790°C pour une déformation appliquée à 920°C.

En effet, si la déformation est appliquée à 920°C dans le cas d'une transformation à 790°C, le temps de début de transformation est de 10 mn pour un taux de déformation égal à 10% et de 9 mn 30 s pour un taux de déformation égal de 25%. Par contre, 90 % de la transformation se passe pendant les 35 premières minutes lorsque le taux de déformation est égal à 25% et pendant les 42 premières minutes pour un taux de déformation de 10%.

Si la déformation est appliquée à 790°C, les temps de début de transformation sont voisins de 6 mn dans les deux cas ($\epsilon=10$ et $\epsilon=25\%$), tandis que la durée de la transformation pour un taux de déformation de 25 % (29 mn) est pratiquement égale au triple de la durée pour un taux de déformation de 10% (11 mn). L'influence du taux de déformation sur la durée de la transformation est plus marquée lorsque la déformation est appliquée à 790°C plutôt qu'à 920°C.

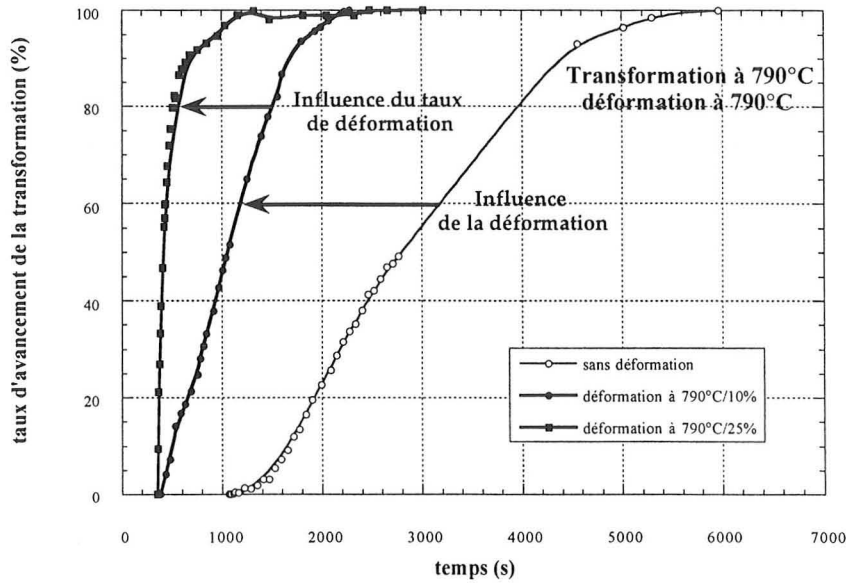


Figure III.3 : Influence du taux de déformation sur la cinétique de transformation isotherme à 790°C pour une déformation appliquée à 790°C.

La figure III.4 illustre également l'influence du taux de déformation sur la cinétique de variations de résistivité pour une transformation isotherme à 750°C et une déformation préalable à 790°C.

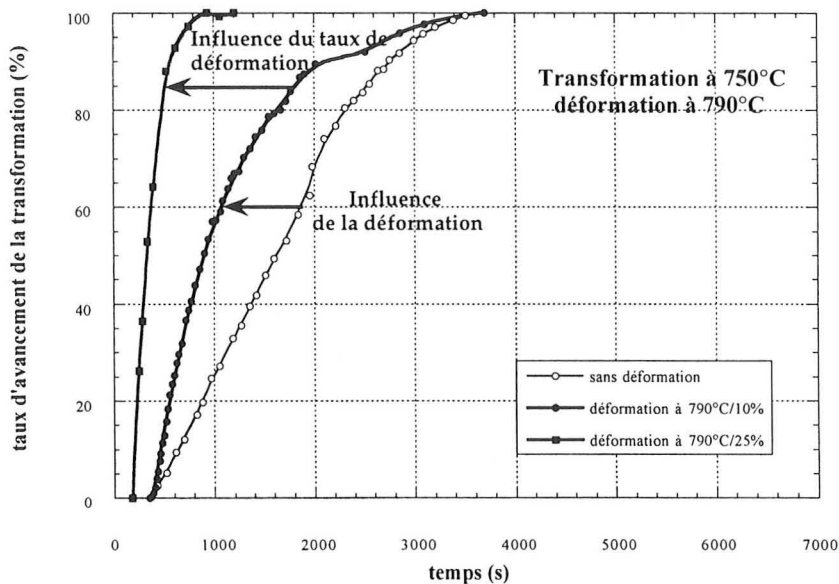


Figure III.4 : Influence du taux de déformation sur la cinétique de transformation isotherme à 750°C pour une déformation appliquée à 790°C.

Les résultats précédents, obtenus pour une température de 790°C, sont confirmés à 750°C.

Influence de la température de déformation

Sur la figure III.1, nous avons également porté les cinétiques des variations de la résistivité électrique pour des transformations isothermes à 830, 790, et 750°C après une déformation préalable de 25% appliquée à 830°C. Sur cette figure, nous pouvons comparer l'effet d'une déformation de 25% effectuée à 920°C avec celui de la même déformation effectuée à 830°C. Cette figure montre qu'il n'y a pas de différences notables pour les deux températures de déformation.

Ceci est confirmé par les diminutions relatives des temps de début $[td_{(\epsilon)}-td_{(\epsilon=0)}]/td_{(\epsilon=0)}$ et des durées de transformation, $[(t90-t10)_{(\epsilon)}-(t90-t10)_{(\epsilon=0)}]/(t90-t10)_{(\epsilon=0)}$ reportées dans le tableau III.2.

	$\epsilon = 25\% \text{ à } 920^\circ\text{C}$		$\epsilon = 25\% \text{ à } 830^\circ\text{C}$		$\epsilon = 25\% \text{ à } 790^\circ\text{C}$	
Température de transformation ($^\circ\text{C}$)	Influence de ϵ sur td	Influence de ϵ sur $(t10 - t90)$	Influence de ϵ sur td	Influence de ϵ sur $(t10 - t90)$	Influence de ϵ sur td	Influence de ϵ sur $(t10 - t90)$
830	- 71 %	- 0 %	- 67 %	- 16 %	-	-
790	- 46 %	- 62 %	- 43 %	- 54 %	- 80 %	- 86 %
750	0 %	- 43 %	0 %	- 51 %	- 50 %	- 80 %

Tableau III.2. : Influence de la température de déformation sur la modification des temps de début et de la durée de la transformation.

Ces résultats montrent que l'influence d'une déformation de 25% à 830°C sur les temps de début est comparable à celle d'une déformation de 25% à 920°C. En ce qui concerne la durée de la transformation, nous observons, pour une température de transformation de 830°C, une différence entre l'influence d'une déformation de 25% à 920°C et celle appliquée à 830°C. En effet, l'influence de la déformation sur la durée de la transformation est négligeable si la déformation est appliquée à 920°C, tandis qu'une déformation à 830°C diminue de 16% la durée de la transformation.

Enfin, nous comparons sur la figure III.5, l'effet d'une déformation appliquée à 790°C par rapport à celle appliquée à 920°C pour une transformation isotherme à 790°C : l'influence de la température de déformation est plus marquée.

Le temps de début de transformation est de 9 minutes pour une déformation à 920°C et de 6 minutes pour une déformation à 790°C. De même, la durée de transformation pour une déformation à 920°C ($t_{90} - t_{10} = 23 \text{ mn } 20 \text{ s}$), est sept fois plus grande que celle pour une déformation à 790°C ($t_{90} - t_{10} = 3 \text{ mn } 20 \text{ s}$).

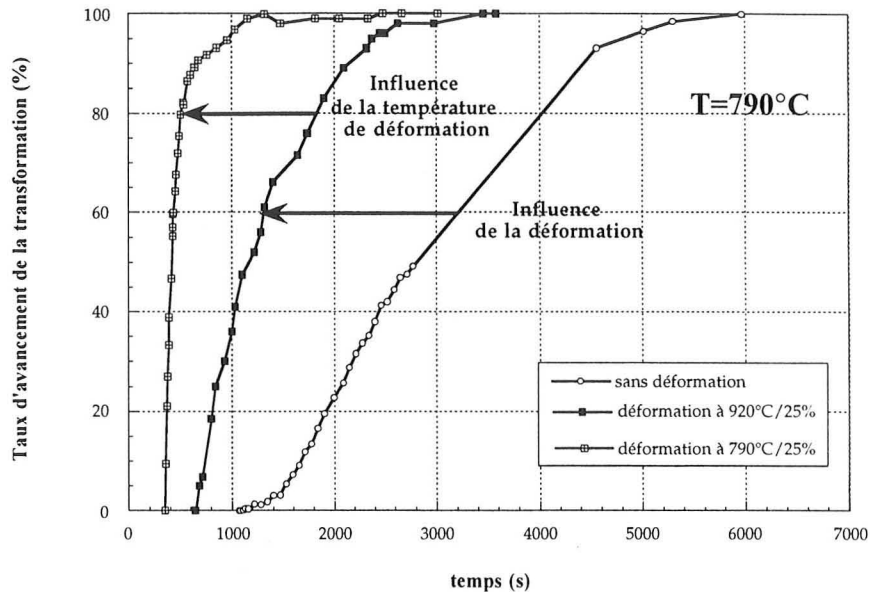


Figure III.5 : Influence de la température de déformation sur la cinétiques de transformation isotherme à 790°C.

Cet effet plus important d'une déformation appliquée à 790°C est confirmé pour une transformation isotherme à 750°C (cf. Tableau III.2).

III.1.1.2 Analyse structurale

La nature et le taux des différentes phases en présence ont été analysés par diffraction des RX, sur des échantillons déformés de 25% à 920°C et transformés suivant le cycle thermomécanique 1. Puis nous présentons l'influence d'une déformation plastique sur la morphologie des phases α_{GB} et α_{WGB} .

Nature des phases en présence

Dans le domaine des températures comprises entre 830 et 750°C, les phases identifiées sur des échantillons déformés sont les mêmes que celles reconnues dans le cas d'échantillons non déformés (cf. Chapitre II), c'est à dire la phase β cubique centrée (cc) et la phase α

hexagonale compacte (hc). La déformation n'a donc pas d'influence sur la nature des phases en présence au cours et à la fin de la transformation.

Taux de phase α obtenu en fin de transformation

Les taux de phase α obtenus en fin de transformation à partir d'états déformés ou non, sont rassemblés dans le tableau III.4 en fonction des températures de transformation étudiées et des durées de maintien respectives .

Maintien sans déformation		Maintien avec déformation ($\epsilon = 0,25$ à 920°C)	
Température de transformation ($^\circ\text{C}$)	Taux de phase α final (%)	Température de transformation ($^\circ\text{C}$)	Taux de phase α final (%)
830 (170 mn)	29 - 30	830 (200 mn)	30
790 (81 mn)	39 - 40	790 (60 mn)	34
750 (61 mn)	46 - 47	750 (50 mn)	43

Tableau III.4 : Influence de la déformation sur la variation du taux de phase α en fin de transformation en fonction de la température de transformation.

Pour l'ensemble des températures étudiées, une déformation préalable ne conduit pas à une modification significative du taux de phase à la fin de la transformation. Les taux de phase déterminés dans le cas d'essais avec déformation, pour une transformation à 790 ou 750 $^\circ\text{C}$, sont légèrement inférieurs à ceux obtenus dans le cas d'essais sans déformation. Ainsi, la transformation n'est peut-être pas achevée à l'issue du temps pour lequel nous n'observons plus de variations significatives de la résistivité électrique : à 790 $^\circ\text{C}$, 5% d'écart sont observés et 3% à 750 $^\circ\text{C}$.

Analyse des microstructures d'échantillons partiellement ou complètement transformés

Les microstructures analysées correspondent aux conditions de transformation rappelées dans le tableau III.5.

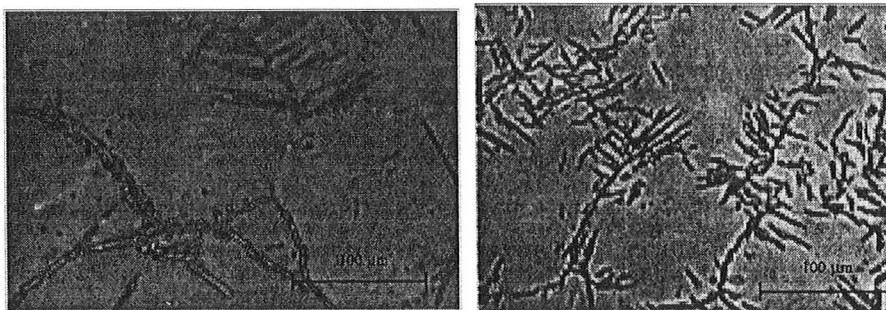
Température de maintien (°C)	Sans déformation Durée du maintien	Déformation de 25% à 920°C Durée du maintien	Déformation de 25% à 790°C Durée du maintien
830	170'	200'	-
790	26', 36', 46', 55', 81'	15'*, 30'*, 60', 85'*	15'*, 30'*, 85'*
750	6', 16', 26', 36', 61'	50'	-

Tableau III.5 : Tableau récapitulatif des essais isothermes réalisés avec ou sans déformation.

* : essais réalisés au laboratoire par J.M. Soro et D. Delannoy [24, 25, 43]

Etude microstructurale qualitative

Sur la figure III.6 sont comparées les microstructures atteintes en fin de maintien isotherme à 830°C pour des échantillons déformé (de 25% à 920°C) ou non déformé, respectivement.



a)

b)

Figure III.6. : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 830°C :

a) sans déformation,

b) avec déformation de 25% à 920°C.

Dans le cas d'un échantillon non déformé, certains joints ne sont pas décorés de phase α_{GB} , qui formerait, le cas échéant, un liseré continu assez épais (cf. Chapitre II). Quelques colonies isolées de plaquettes de phase α_{WGB} se développent à partir de la phase α_{GB} . Dans le cas d'un échantillon déformé (de 25% à 920°C), les joints sont déformés, discontinus et presque tous décorés de phase α_{GB} . De plus, le nombre de colonies de lamelles par grain ou plaquettes de α_{WGB} est plus élevé lorsqu'une déformation est appliquée.

Dans le cas de maintiens isothermes à 790°C, la comparaison des microstructures des états déformés et non déformés, obtenues en fin de maintien isotherme, est illustrée sur la figure III.7. A l'issue d'un maintien à 790°C, le grain est entièrement envahi par la phase α_{WGB} lorsque l'échantillon n'a pas été déformé préalablement, alors qu'il apparaît des plages intragranulaires non transformées sur la microstructure de l'échantillon déformé (de 25% à 920°C ou 830°C). La microstructure de l'échantillon déformé à 830°C est très proche de celle de l'échantillon déformé à 920°C. Les microstructures observées au microscope électronique à balayage montrent que le liseré de α_{GB} est discontinu dans le cas d'un échantillon déformé. La microstructure finale obtenue à l'issue d'un maintien isotherme à 750°C ne présente pas de grandes différences avec celle obtenue à 790°C.

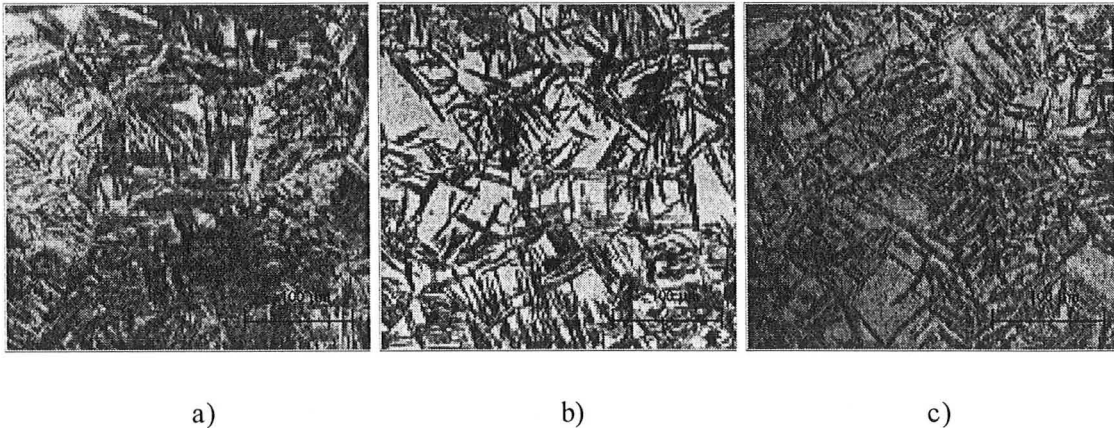


Figure III.7. : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 790°C :

- a) sans déformation,
- b) avec déformation de 25% à 920°C,
- c) avec déformation de 25% à 830°C.

Sur la figure III.8 est présentée la comparaison entre l'état d'avancement de la transformation à 790°C après un maintien sans déformation de 36 minutes et ceux atteints au bout de 30 minutes de maintien avec déformation de 25% à 920°C et 790°C, respectivement. Dans le cas d'un état non déformé, la phase α_{WGB} commence à peine à se développer à partir de quelques joints décorés de phase α_{GB} . Par contre, dans le cas d'un état déformé à 920°C, le taux de phase α_{GB} est beaucoup plus élevé, et presque tous les joints $\beta-\beta$ sont occupés par la phase α_{GB} au bout de 30 mn de maintien. Dans le cas d'un état

déformé à 790°C, tous les joints β - β sont occupés par la phase α_{GB} au bout de 30 mn de maintien. Si nous considérons la phase α_{WGB} , celle-ci se présente, dans le cas d'un état déformé, en proportion plus élevée que dans le cas d'un état non déformé pour des temps de maintien équivalents. Elle augmente lorsque la température de déformation diminue de 920 à 790°C. De plus, le nombre de colonies par grain observé sur des états déformés à 790 °C semble plus important que celui observé sur des états déformés à 920°C, lui même plus grand que celui observé sur des états non déformés. Ceci est clairement mis en évidence sur les microstructures de la figure III.8.



Figure III.8. : Microstructures d'échantillons obtenues à 790°C :
a) sans déformation pendant 36 mn
b) avec déformation de 25% à 920°C pendant 30 mn
c) avec déformation de 25% à 790°C pendant 30 mn

Etude microstructurale quantitative

Tout comme pour l'étude des transformations sans déformation préalable, nous avons évalué l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain, le nombre de colonies de lamelles de phase α_{WGB} par grain ainsi que l'épaisseur moyenne de ces lamelles.

Epaisseur moyenne de la phase α_{GB} au joint de grain

L'évolution de l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain en fonction de la température de transformation est présentée sur la figure III.9 pour des échantillons entièrement transformés, déformés préalablement ou non.

Pour les échantillons déformés, nous retrouvons la même variation de l'épaisseur de α_{GB} en fonction de la température que pour les échantillons non déformés. Pour des températures de transformation variant de 790 à 600°C, la déformation préalable (25% à 920°C) ne conduit pas à une modification de l'épaisseur de α_{GB} . Par contre, une différence est observée

à 830°C : l'épaisseur moyenne à cette température est de 5 μm pour un échantillon non déformé et légèrement inférieure à 4 μm pour un échantillon déformé. Cependant, il faut signaler que les écarts-types à cette température sont élevés car peu de joints sont transformés. Dans le cas des états déformés, la diminution de l'épaisseur moyenne de α_{GB} à 830°C peut être liée à une saturation des joints de grain plus importante. Le nombre de joints présentant de la phase α_{GB} étant plus élevé, on atteindra l'équilibre pour des durées de croissance plus faibles. De plus, comme la phase α_{WGB} se forme au niveau des ex-joints $\beta\text{-}\beta$ décorés de phase α_{GB} , cette phase aura tendance à limiter plus rapidement la croissance de la phase α_{GB} dans le cas des échantillons déformés.

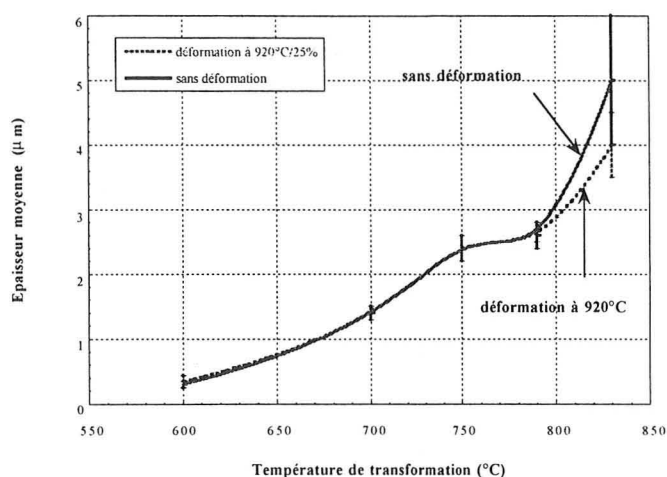


Figure III.9 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain en fonction de la température pour des maintiens isothermes jusqu'à la fin de la transformation.

Nombre de colonies de lamelles de phase α_{WGB} par grain

L'influence de la déformation sur l'évolution du nombre de colonies par grain est présentée sur la figure III.10. Dans le cas d'échantillons transformés à 790°C et déformés à 920 ou 790°C, le nombre de colonies par grain en fin de transformation est multiplié par trois lorsqu'une déformation préalable est appliquée. Ce nombre est sensiblement le même que la déformation soit appliquée à 920 ou 790°C. La déformation n'a pas seulement une influence sur le nombre final de colonies par grain mais aussi sur l'évolution du nombre de colonies par grain en fonction du temps. En effet, il faut environ 30 mn dans le cas d'échantillons non déformés pour atteindre 50% du nombre final de colonies, un peu plus de 20 mn dans le cas d'une déformation à 920°C et moins de 15 mn dans le cas d'une déformation à 790°C. La température de déformation a peu d'effet sur le nombre total de colonies par grain, mais influence la cinétique d'évolution du nombre de colonies par grain.

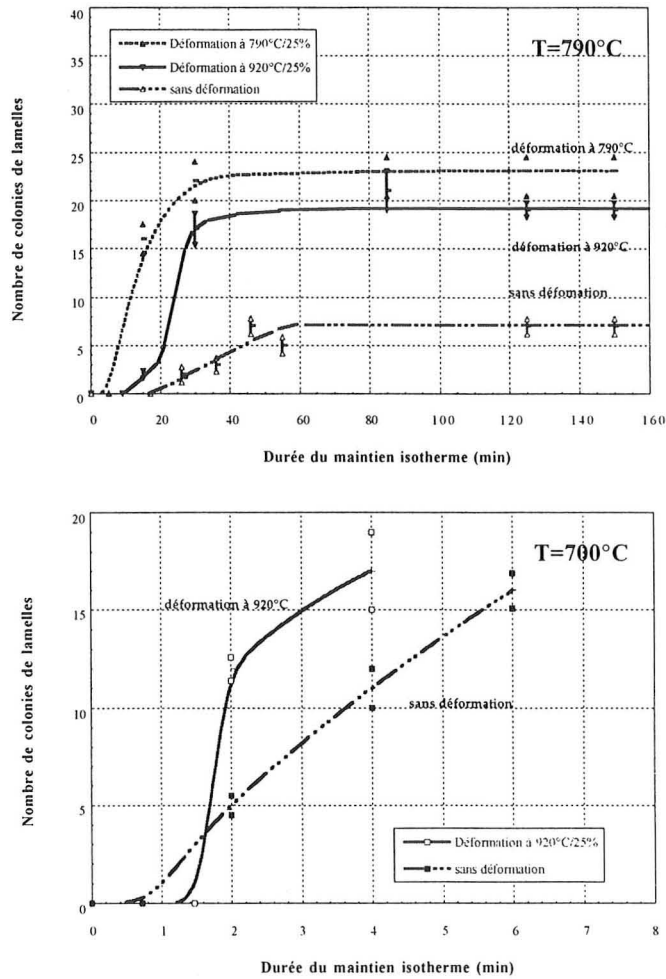


Figure III.10 : Influence de la déformation et de la température de déformation sur le nombre de colonies de lamelles en fonction du temps pour des essais isothermes à 790°C et 700°C .

Dans le cas d'un maintien isotherme à 700°C , la figure III.10 montre que la déformation n'a pas d'effet sur le nombre de colonies en fin de transformation. La cinétique d'apparition de ces colonies semble un peu plus rapide dans le cas d'une déformation préalable. Le nombre de colonies de α_{WGB} à l'issue d'un maintien à 700°C , est très proche de celui obtenu à 790°C .

Détermination de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α

L'évolution de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction de la température de transformation est présentée sur la figure III.11 pour des échantillons entièrement transformés ayant subi ou non une déformation à 920°C. La valeur reportée sur la figure III.11 à la température de 600°C correspond à la valeur de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WI} , tandis que les valeurs reportées aux températures supérieures correspondent aux valeurs de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WGB} à ces températures.

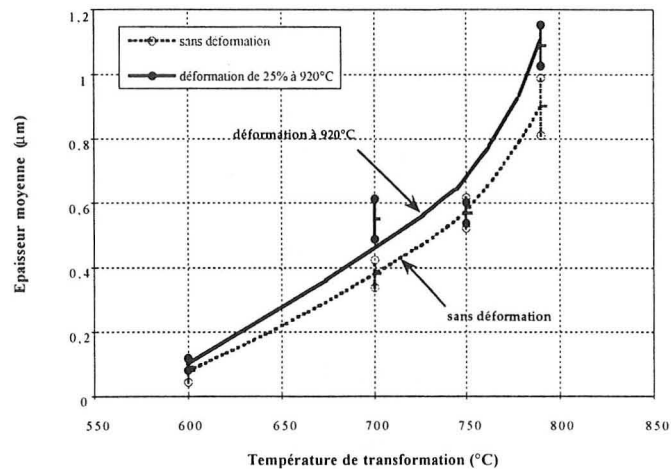


Figure III.11 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction de la température pour un maintien jusqu'à la fin de la transformation.

Pour les échantillons déformés, nous observons la même dépendance de l'épaisseur moyenne des lamelles avec la température de transformation que pour les échantillons non déformés. Une déformation préalable ne modifie pas de manière notable l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WGB} ni celle des lamelles de phase α_{WI} .

III.1.2 Influence de la déformation sur la précipitation des phases α_{WI}

De même que pour l'étude de l'influence d'une déformation plastique sur la précipitation des phases α_{GB} et α_{WGB} , nous avons étudié de manière qualitative et quantitative l'influence d'une déformation plastique sur la précipitation de la phase α_{WI} . Les températures de transformation isotherme sont 700°C et 600°C.

III.1.2.1 Cinétiques de transformation de phase

Comme précédemment, l'étude expérimentale de l'influence de la déformation sur la cinétique de transformation isotherme a été menée à taux et vitesse de déformation constants. Les cinétiques sont suivies à la fois par mesure des variations de la résistivité électrique au cours du maintien isotherme et par diffraction des rayons X.

Cinétique des variations de la résistivité électrique

La figure III.12 illustre l'influence d'une déformation de 25% réalisée à 920°C sur les cinétiques des variations de la résistivité pour des transformations se produisant à 700°C et 600°C.

La cinétique des variations de la résistivité de l'alliage non déformé est sensiblement plus rapide que celle de l'alliage déformé. Par exemple, à 700°C, le temps de début de transformation est de 4 minutes au lieu de 2 minutes et 20 secondes pour une transformation sans déformation, et le temps pour lequel une variation de 90 % de la résistivité est observée, est de 26 minutes au lieu de 13 minutes. Ces résultats ont été confirmés dans notre travail par plusieurs essais (en moyenne cinq par température d'essai).

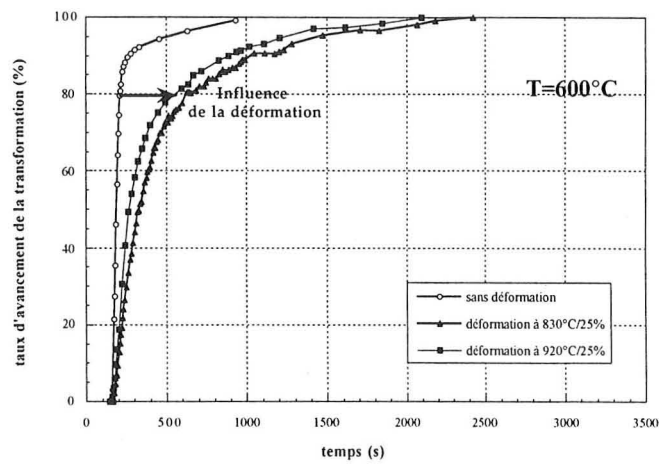
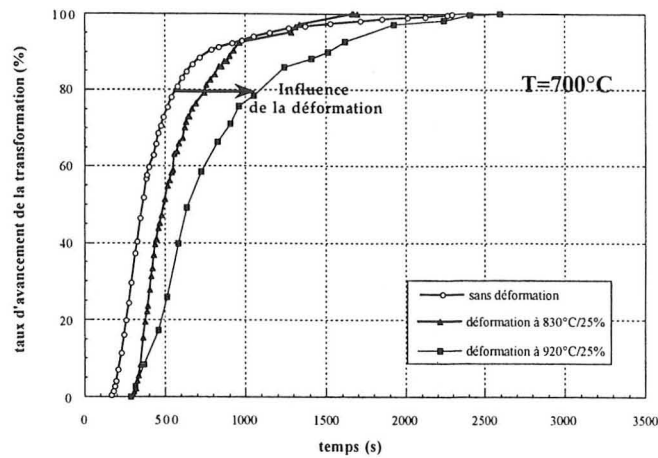


Figure III.12 : Influence de la déformation sur les cinétiques de variations de résistivité à 700°C et 600°C.

Influence de la température de déformation

La figure III.12 illustre également l'influence de la température de déformation sur les cinétiques des variations de la résistivité électrique au cours de traitements isothermes réalisés à 700 et 600°C. Si nous comparons l'effet d'une déformation de 25 % à 920°C avec celui d'une déformation de 25 % à 830°C, nous n'observons pas de différence notable sur les cinétiques des variations de résistivité à 700 et 600°C.

Variations du taux de phase α déterminé par diffraction des RX

Sans déformation préalable, les cinétiques des variations de la résistivité électrique présentent des écarts importants avec les cinétiques des variations des taux de phase α déterminés par diffraction des RX. Aussi avons nous mesuré les taux de phase α par diffraction des RX sur des échantillons déformés partiellement ou complètement transformés à 700°C et 600°C. Ces évolutions ont été confrontées aux cinétiques globales de transformation obtenues par mesure de la résistivité électrique.

Sur la figure III.13, est illustrée, pour chaque température de transformation étudiée, l'évolution des taux de phase α mesurés par RX, qui est comparée à la cinétique de variations de résistivité correspondante. Pour les deux températures de transformation étudiées, les courbes des variations de résistivité ont été normées de la même manière que dans le Chapitre II, c'est à dire à partir des taux de phase α atteints à la fin de la transformation ou au bout d'un temps jugé suffisamment proche de la fin de la transformation.

Dans le cas d'une transformation isotherme à 700°C, le taux de phase α mesuré par diffraction des RX à l'issue d'un maintien isotherme de 2 mn est de 20 % dans le cas d'un échantillon non déformé et de 22% dans le cas d'un échantillon déformé. La différence entre ces deux taux de phase est trop faible pour être significative. Dans les deux cas, la résistivité n'a pas évolué à l'issue d'un maintien de 2 minutes. Pour un maintien isotherme de 6 minutes, le taux de phase α mesuré est de 57% dans le cas d'un échantillon déformé et de 47% dans le cas d'un échantillon non déformé. La transformation de phase est pratiquement terminée dans les deux cas car les taux de phase mesurés sont proches du taux de phase α à l'équilibre. Par contre, le taux de phase calculé à partir de la cinétique des variations de résistivité est voisin de 30% dans le cas d'un essai isotherme sans déformation, et inférieur à 4% si une prédéformation est appliquée dans le domaine β .

Des comportements similaires sont observés à 600°C. En effet, le taux de phase α mesuré à l'issue d'un maintien de 4 minutes 30 secondes est égal à 60% pour un essai sans déformation et à 64% pour un essai avec déformation. Le taux de phase α atteint dans les deux cas est proche du taux de phase à l'équilibre à 600°C, alors que ceux estimés à partir des courbes de variation de résistivité sont égaux à 55% si l'alliage n'est pas déformé et à 33% seulement dans le cas d'un essai avec déformation.

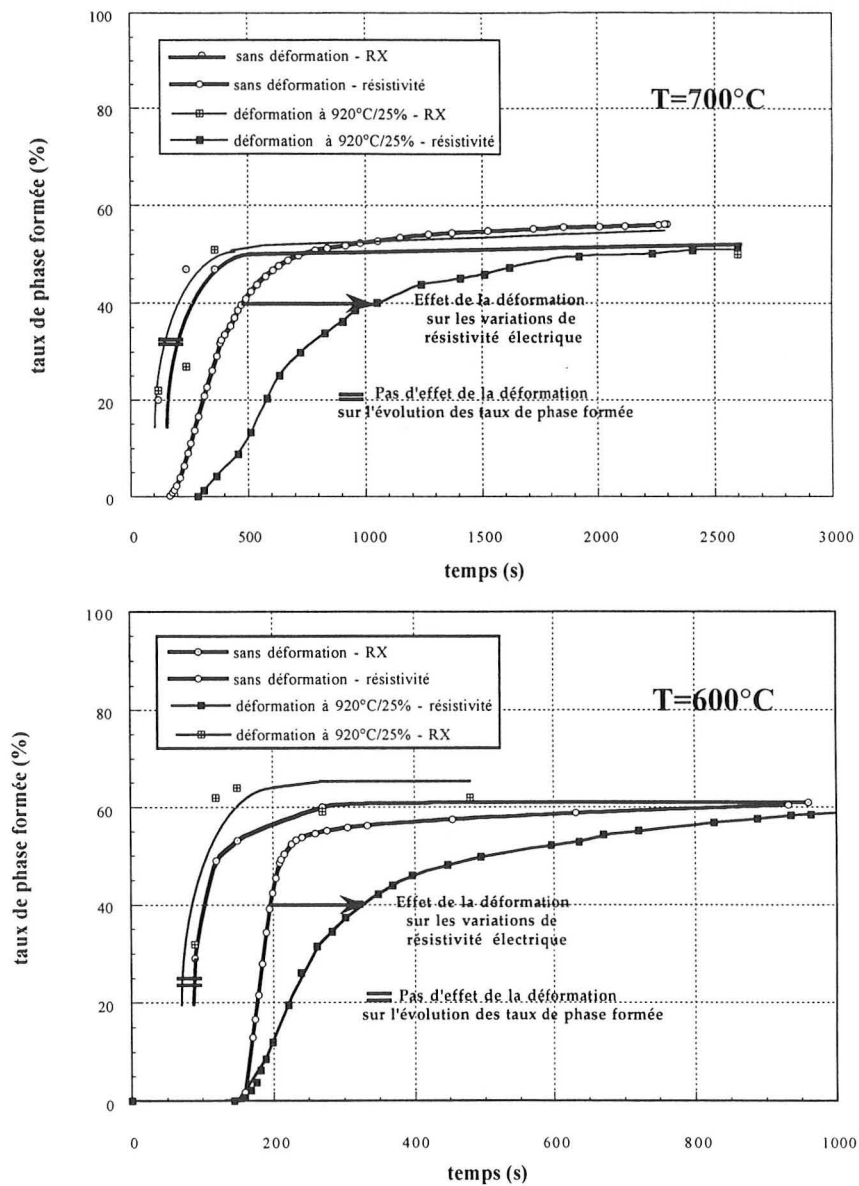


Figure III.13 : Comparaison des cinétiques de variations de résistivité avec l'évolution des taux de phase α en fonction du temps pour des maintiens isothermes à 700°C et 600°C . Influence de la déformation.

Ainsi, nous observons que :

- 1) de même que dans le cas d'essais sans déformation, les variations des taux de phase α au cours du temps ne décrivent pas la courbe des variations de résistivité à 700°C et 600°C,
- 2) une déformation préalable dans le domaine β ne conduit pas à une modification notable de la cinétique d'évolution du taux de phase α à 700°C et 600°C,
- 3) la cinétique des variations de résistivité de l'alliage déformé est plus lente que celle de l'alliage non déformé, mais les temps de début des courbes de résistivité sont très similaires.

III.1.2.2 Analyse structurale

Les conditions de transformation des échantillons partiellement ou complètement transformés analysés sont rappelées dans le tableau III.6.

Température de maintien (°C)	Sans déformation Durée du maintien isotherme	Déformation à 920°C Durée du maintien isotherme
700	2', 4', 6', 36'	2', 4', 6'
600	1'30", 2', 2'30", 4'30", 14'	2', 2' 30" ,4' 30" 8 '

Tableau III.6 : Tableau récapitulatif des essais isothermes réalisés, avec ou sans déformation.

Etude microstructurale qualitative

Sur la figure III.14 sont comparées les microstructures atteintes en fin de maintien isotherme à 700°C ($t \geq 6mn$) pour des échantillons déformé (25% à 920°C) et non déformé. La microstructure d'un échantillon déformé est très voisine de celle d'un échantillon non déformé, mais le liseré de α_{GB} est dentelé dans le cas d'un échantillon déformé.

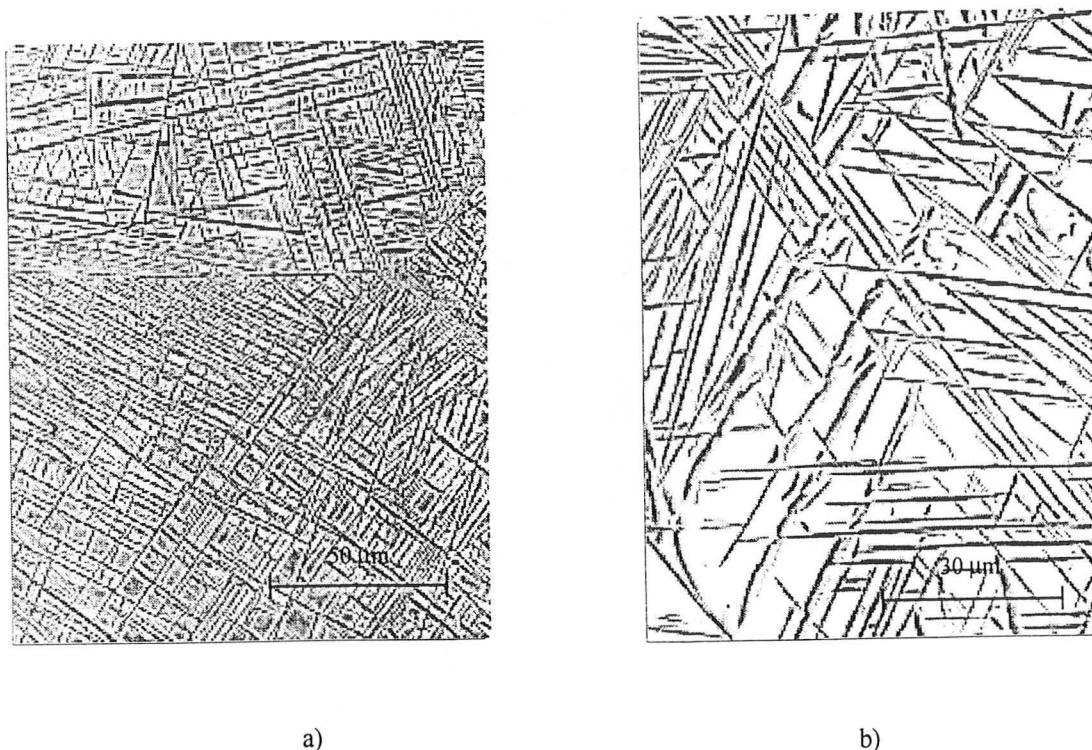
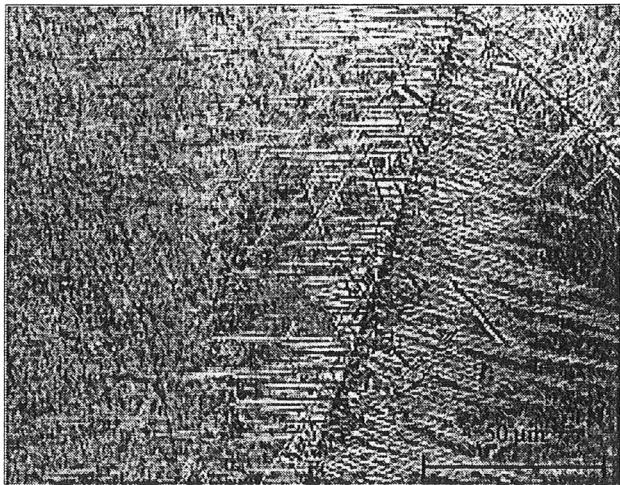


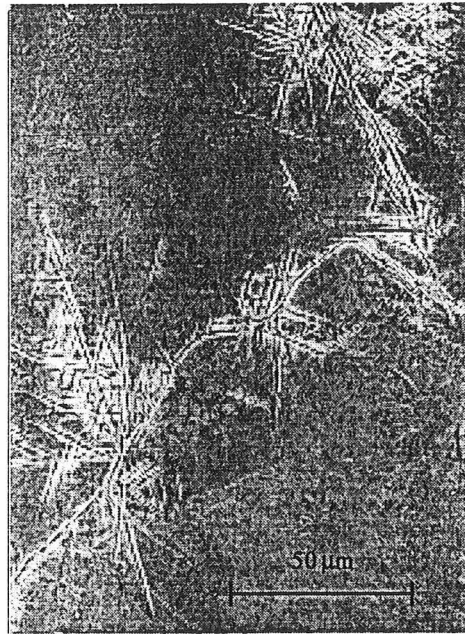
Figure III.14 : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 700°C :
a) sans déformation,
b) avec déformation de 25% à 920°C.

De même que pour un échantillon non déformé, la microstructure obtenue en fin de maintien isotherme après déformation présente à proximité du joint de grain une "couronne" continue de phase α_{WGB} ayant précipité au niveau des ex-joints de grains β - β , eux-mêmes tous décorés par la phase α_{GB} . Au centre du grain, la structure est également composée de vanneries qui s'enchevêtrent les unes aux autres. Il est d'ailleurs difficile de distinguer les colonies tant la structure finale est enchevêtrée.

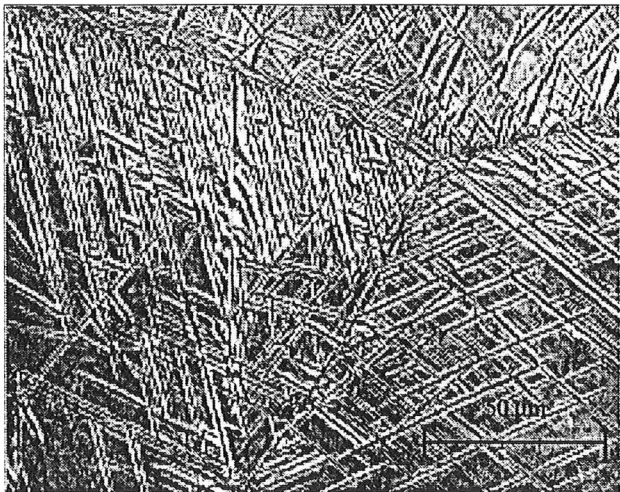
L'étude des microstructures obtenues à l'issue de maintiens interrompus de 2, 4 et 6 mn, avec ou sans déformation préalable, montre que celles-ci sont très voisines et ne permet pas vraiment d'affirmer que la déformation a une influence sur la morphologie de la phase α . La comparaison de l'évolution des états déformés et non déformés à 700°C est présentée sur la figure III.15.



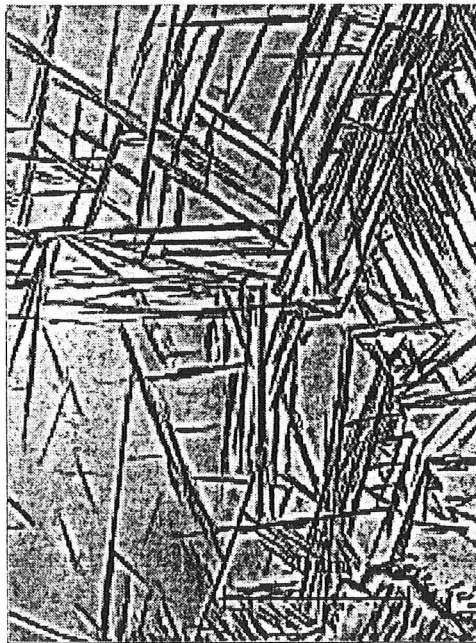
a)



b)



c)



d)

Figure III.15 : Microstructures d'échantillons obtenues à 700°C :
a) maintien pendant 2 mn sans déformation,
b) maintien pendant 2 mn avec déformation de 25% à 920°C,
maintien pendant 4 mn sans déformation,
d) maintien pendant 4 mn avec déformation de 25% à 920°C.

Que ce soit pour un échantillon déformé ou pour un échantillon non déformé, toutes les colonies apparaissent très tôt et pratiquement en même temps. La présence de phase α_{GB} est observée sur l'ensemble des joints de grains. Dans les deux cas (états déformés ou non), la saturation des sites de germination que sont les joints de grains est observée au bout de quatre minutes environ.

Sur la figure III.16 sont comparées les microstructures atteintes en fin de maintien isotherme à 600°C pour des échantillons déformé (25% à 920°C) et non déformé. De même qu'à 700°C, la microstructure de l'échantillon déformé est très voisine de celle d'un échantillon non déformé : la phase α_{WI} intragranulaire est très largement majoritaire.

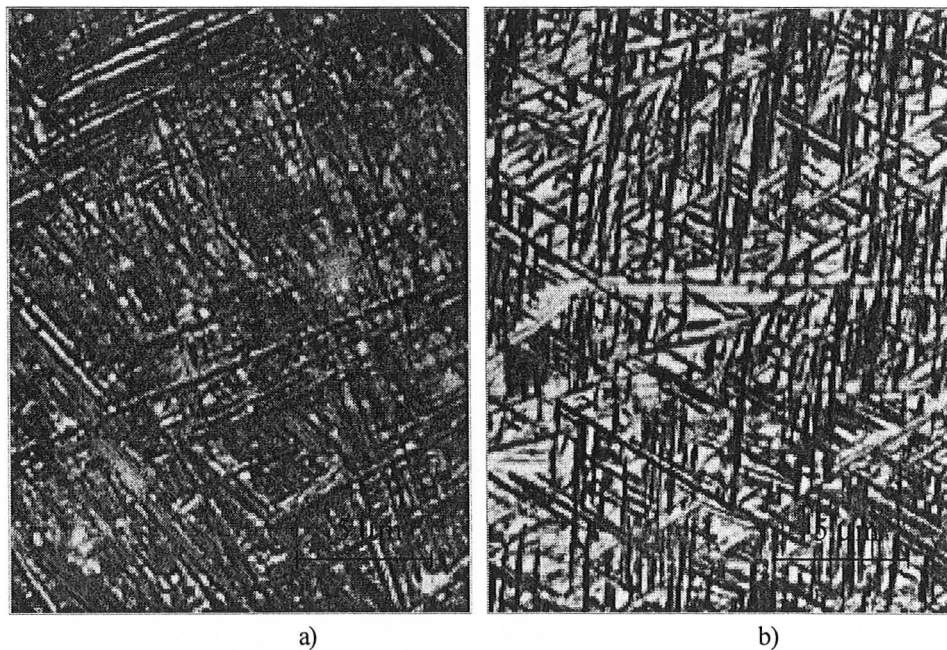
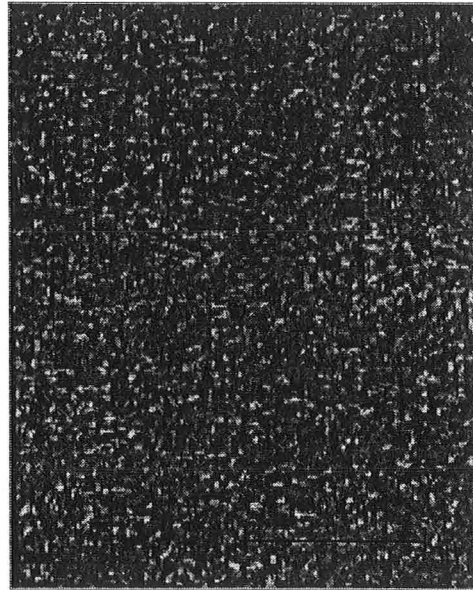


Figure III.16 : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 600°C :
a) sans déformation,
b) avec déformation de 25% à 920°C.

La comparaison des évolutions de la microstructure après transformation à 600°C des états déformés et non déformés, est présentée sur la figure III.17. L'étude des microstructures obtenues à l'issue de maintiens interrompus de 2 mn 30 s et 4 mn 30 s respectivement, avec ou sans déformation préalable, montre que celles-ci sont très voisines et ne permet pas *a priori* d'affirmer que la déformation a une influence sur la morphologie de la phase α_{WI} .



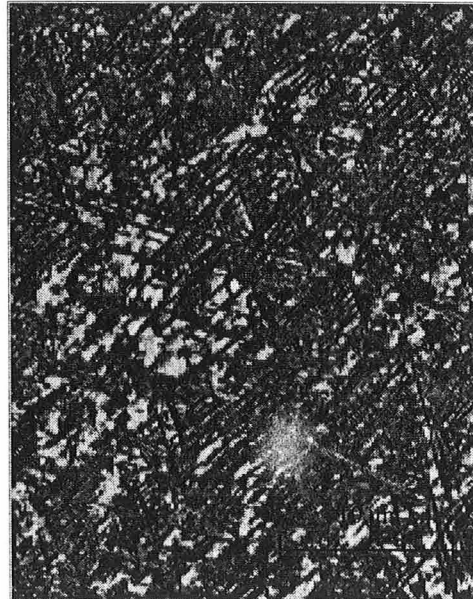
a)



b)



c)



d)

Figure III.17 : Microstructures d'échantillons obtenues à 600°C :
a) maintien pendant 2 mn 30 s sans déformation,
b) maintien pendant 2 mn 30 s avec déformation de 25% à 920°C,
c) maintien pendant 4 mn 30 s sans déformation,
d) maintien pendant 4 mn 30 s avec déformation de 25% à 920°C.

Etude microstructurale quantitative

Nous avons mesuré l'évolution de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WI} et du rapport moyen de l'épaisseur sur la longueur de ces lamelles.

Evolution de l'épaisseur moyenne des lamelles de α_{WI}

L'influence de la déformation sur l'évolution de l'épaisseur moyenne des lamelles de α_{WI} est présentée sur la figure III.18. Cette figure montre qu'une déformation plastique n'a pas d'influence sur la valeur finale de l'épaisseur moyenne des lamelles de α_{WI} . Cette valeur est atteinte au bout de 2 mn 30 s de maintien dans les deux cas.

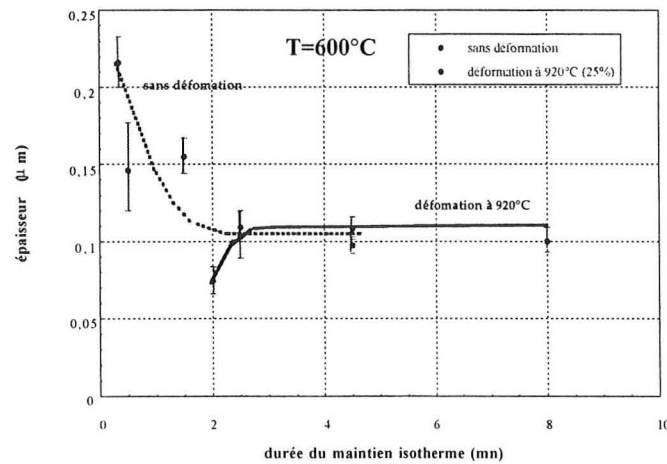


Figure III.18 : Influence de la déformation sur l'évolution en fonction du temps de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WI} à 600°C.

En effet, dans le cas d'une transformation sans déformation, l'épaisseur moyenne est supérieure à 0,2 μm au début de la transformation, puis diminue ensuite jusqu'à 0,1 μm à partir de 2 mn 30 s de maintien. Par contre, lorsqu'une déformation plastique est appliquée, cette valeur est inférieure à 0,08 μm au bout de 2 mn de maintien puis augmente jusqu'à 0,1 μm entre 2 mn et 2 mn 30 s. Dans le cas d'une transformation avec déformation, nous ne disposons pas de valeurs à l'issue de temps de maintien plus courts.

Evolution du rapport moyen "épaisseur sur longueur" des lamelles de α_{WI}

L'influence de la déformation sur l'évolution du rapport moyen de l'épaisseur sur la longueur des lamelles de α_{WI} est présentée sur la figure III.19.

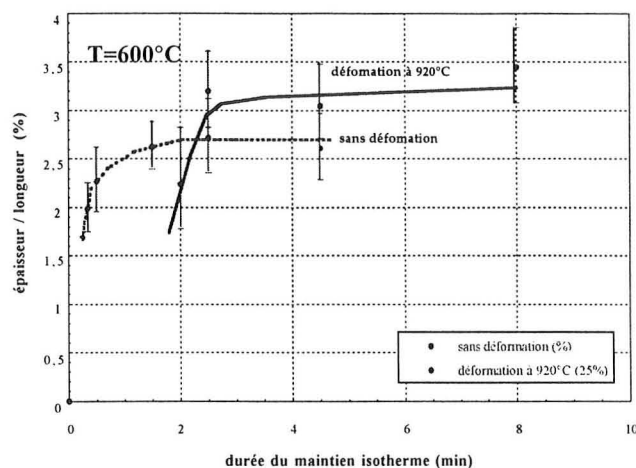


Figure III.19 : Influence de la déformation sur l'évolution en fonction du temps du rapport de l'épaisseur sur la longueur des lamelles de phase α_{WI} à 600°C.

Lorsqu'une déformation préalable est appliquée, la valeur finale du rapport moyen *épaisseur/longueur* atteinte en fin de transformation, est égale à $3,25 \times 10^{-2}$ alors qu'elle est égale à $2,7 \times 10^{-2}$ dans le cas d'une transformation à 600°C sans déformation. Dans le cas d'échantillons non déformés le rapport moyen *épaisseur/longueur* varie de 2 à $2,7 \times 10^{-2}$, tandis que dans le cas d'échantillons déformés, ce rapport varie de 2 à $3,25 \times 10^{-2}$.

Pour les états déformés, il aurait été intéressant de disposer de résultats pour des temps plus faibles, afin de voir si l'évolution de ce rapport en fonction du temps était modifiée par la déformation préalable de la phase β . Si nous nous intéressons aux distributions des valeurs du rapport, nous pouvons observer que les valeurs les plus faibles ne varient quasiment pas au cours de la transformation, et sont de l'ordre de 1×10^{-2} , pour des états déformés ou non déformés.

Notons que dans le cas d'une transformation sans déformation à 700°C, la valeur finale du rapport moyen *épaisseur/longueur* atteinte en fin de transformation, est égale à $5,5 \times 10^{-2}$ et elle est atteinte $6,5 \times 10^{-2}$ lorsqu'une déformation préalable est appliquée.

Nous pouvons donc considérer, que lorsque la température de transformation augmente, la valeur finale du rapport moyen *épaisseur/longueur* atteinte en fin de transformation augmente également, qu'une déformation préalable soit appliquée ou non.

III.1.3 Synthèse de l'étude de l'influence d'une déformation sur la cinétique de transformation de phase en régime isotherme

Les mesures de résistivité électrique, ainsi que les quantifications des taux de phase par RX, montrent clairement que la déformation accélère la cinétique de transformation de phase, tant pour le temps de début de transformation que pour la durée de la transformation dans le domaine de température compris entre 830°C et 750°C. Plus le taux de déformation est élevé, plus la cinétique est accélérée.

L'influence de la température de déformation est plus complexe. En effet, une déformation à 920°C ou à 830°C conduit aux mêmes cinétiques de transformation, quelle que soit la température de transformation. Par contre, l'application de la déformation à 790°C, pour une transformation réalisée à la même température, voire à une température inférieure, conduit à une accélération plus importante que lorsque la déformation est appliquée à 920 ou 830°C.

Nous pouvons approfondir l'effet des déformations en nous appuyant sur les analyses qualitative et quantitative des microstructures des échantillons totalement ou partiellement transformés. Les analyses microstructurales montrent que, pour une même durée de maintien à des températures supérieures à 750°C, le taux global de phase α est plus élevé pour un échantillon déformé. De plus, le nombre de joints de grain présentant les phases α_{GB} et α_{WGB} est plus important. Nous avons montré quantitativement que l'épaisseur de la phase α_{GB} n'est pas affectée par la déformation, sauf à 830°C où une diminution de 20% est observée. La caractérisation de la phase α_{WGB} montre que l'épaisseur des lamelles n'est pas modifiée si l'échantillon a été déformé. Par contre, aux températures de transformation les plus élevées, la déformation préalable de la phase β augmente le nombre de colonies par grain en fin de transformation et modifie l'évolution de ce paramètre en fonction du temps.

Pour des températures de transformation inférieures à 750°C, c'est à dire 700 ou 600°C, la déformation n'a pas d'effet sur l'évolution en fonction du temps des taux de phase α obtenus par dosage par diffraction des RX. Cependant, la cinétique d'évolution des variations de résistivité est ralentie.

Enfin, nous avons montré par des mesures quantitatives que l'épaisseur des lamelles de α_{WJ} à la fin de la transformation n'est pas modifiée par la déformation. La valeur moyenne finale du rapport *épaisseur / longueur* de ces lamelles, qui est atteinte en fin de transformation croît d'un facteur 1,2 lorsqu'une déformation préalable est appliquée. Les lamelles de phase α_{WJ} sont donc un peu plus courtes lorsqu'une déformation préalable est appliquée.

III.2 Transformations de phase en régime anisotherme

L'étude expérimentale de l'influence de la déformation sur la cinétique de transformation anisotherme a été menée à taux et vitesse de déformation constants pour différentes vitesses de refroidissement.

L'influence d'une prédéformation dans le domaine β sur la transformation anisotherme $\beta \rightarrow \alpha$ de l'alliage β -Cez a été réalisée, pour différentes vitesses de refroidissement, à partir des analyses microstructurales qualitative et quantitative. Trois vitesses de refroidissement ont été choisies pour cette étude, à savoir : 1°C/s, 600°C/h, 150°C/h. Les traitements réalisés sur les échantillons correspondent au cycle 4 défini au Chapitre I.

De même que pour l'étude des transformations isothermes avec ou sans déformation, nous comparons systématiquement la microstructure d'un échantillon ayant subi une déformation avec celle d'un échantillon non déformé ayant subi le même cycle.

III.2.1 Influence de la déformation sur la précipitation de la phase α

Les taux des différentes phases en présence ont été analysés par diffraction des RX, sur des échantillons déformés de 25% à 920°C, puis refroidis à différentes vitesses.

Taux de phase α formé en fin de transformation

A température ambiante, les phases identifiées sur les échantillons transformés sont les phases β et α . Les taux de phase α obtenus en fin de transformation, à partir d'états déformés ou non, sont rassemblés dans le tableau III.7.

Vitesse de refroidissement (°C/s)	Refroidissement continu sans déformation Taux de phase α final (%)	Refroidissement continu avec déformation Taux de phase α final (%)
1	57 - 58	58
0,16667 (600°C/h)	65 - 66	65 - 66
0,04167 (150°C/h)	66	63 - 64

Tableau III.7. : Influence de la déformation sur le taux de phase α en fin de transformation en fonction de la vitesse de refroidissement.

Pour des vitesses de refroidissement telles que 600°C/h et 150°C/h, le taux final de phase α formée en fin de refroidissement continu est proche du taux maximal de phase α pouvant être formée, c'est à dire 67% dans le cas de l'alliage β -Cez [3]. Pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s, ce taux (égal à 58 %), est inférieur au taux maximal. Ces valeurs sont voisines de celles obtenues par C. Angelier [3] ou S. Bein [4] pour les mêmes vitesses de refroidissement, comme le montre le tableau III.8.

Vitesse de refroidissement	Taux de phase α final (%)	
	C.Angelier [36]	S.Bein [3]
3°C/s	-	21
1°C/s	> 50	-
0,5°C/s	-	73
600°C/h	58,5	69
150°C/h	59,7	62

Tableau III.8 : Variation des taux de phase α en fonction de la vitesse de refroidissement ($\epsilon=0$) pour des refroidissements continus réalisés au CNAM [3, 4].

Lorsque l'échantillon est préalablement déformé dans le domaine β , le taux de phase α obtenu à la fin de la transformation est sensiblement le même pour les trois vitesses de refroidissement.

III.2.2 Influence de la déformation sur les évolutions microstructurales

De même que pour l'étude des transformations de phase en conditions isothermes, les paramètres morphologiques tels que l'épaisseur moyenne de phase α_{GB} au joint de grain, l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WGB} , ainsi que le rapport *épaisseur/longueur* des lamelles de phase α_{WI} , ont été évalués à l'issue de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ au cours d'un refroidissement continu, avec ou sans déformation préalable.

III.2.2.1 Etude microstructurale qualitative

Sur la figure III.20 sont comparées les microstructures atteintes à l'issue d'un refroidissement de 150°C/h pour des échantillons déformé (de 25% à 920°C) et non déformé.

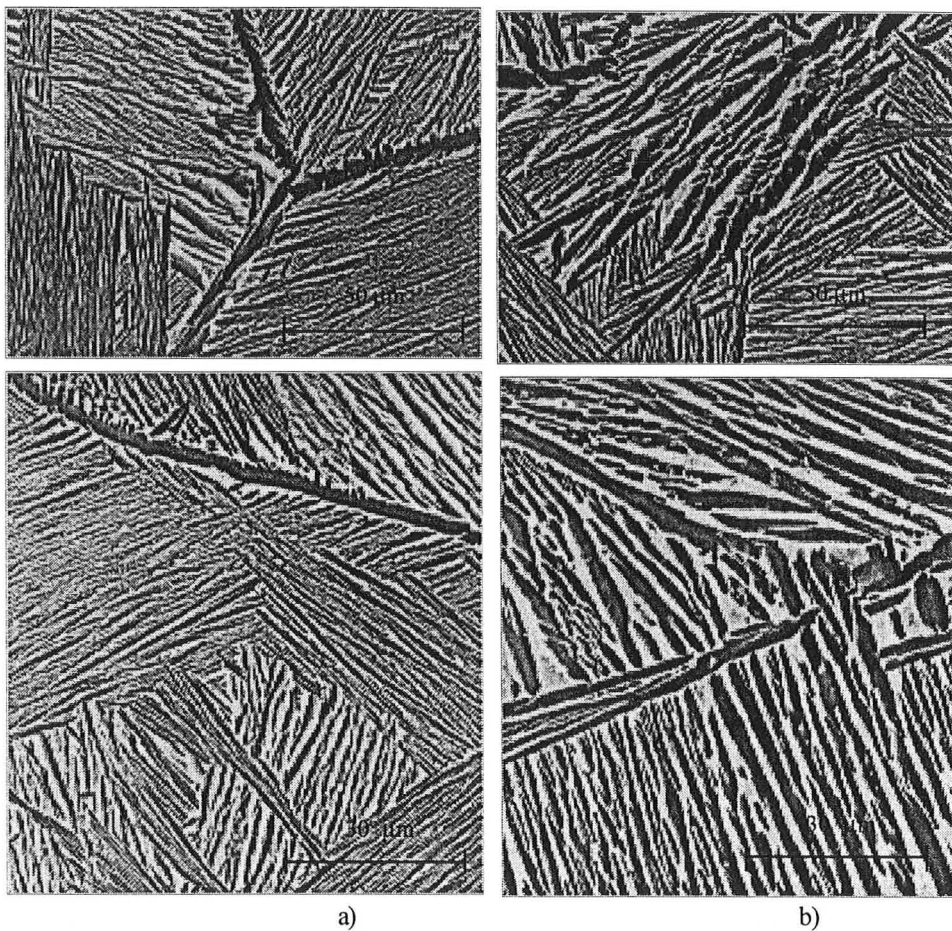


Figure III.20 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 150°C/h :
a) sans déformation,
b) déformation de 25% à 920°C.

Dans le cas d'un échantillon non déformé, la microstructure observée se compose essentiellement de phase α_{GB} , qui forme un liseré continu assez épais, et de plaquettes épaisses de phase α_{WGB} qui se développent en colonies à partir de la phase α_{GB} .

Lorsqu'une déformation est appliquée dans le domaine β , les phases présentes sont toujours α_{GB} et α_{WGB} . Les différences observées sont les suivantes :

- la phase α_{GB} apparaît sur un joint déformé et discontinu,
- les plaquettes de phase α_{WGB} sont plus épaisses dans le cas d'une transformation avec déformation préalable.

Sur la figure III.21 sont présentées les microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement de 600°C/h pour des échantillons déformé (de 25% à 920°C) ou non déformé. Pour une telle vitesse de refroidissement, la microstructure n'évolue pas de la même façon selon qu'une déformation préalable est appliquée ou non dans le domaine β .

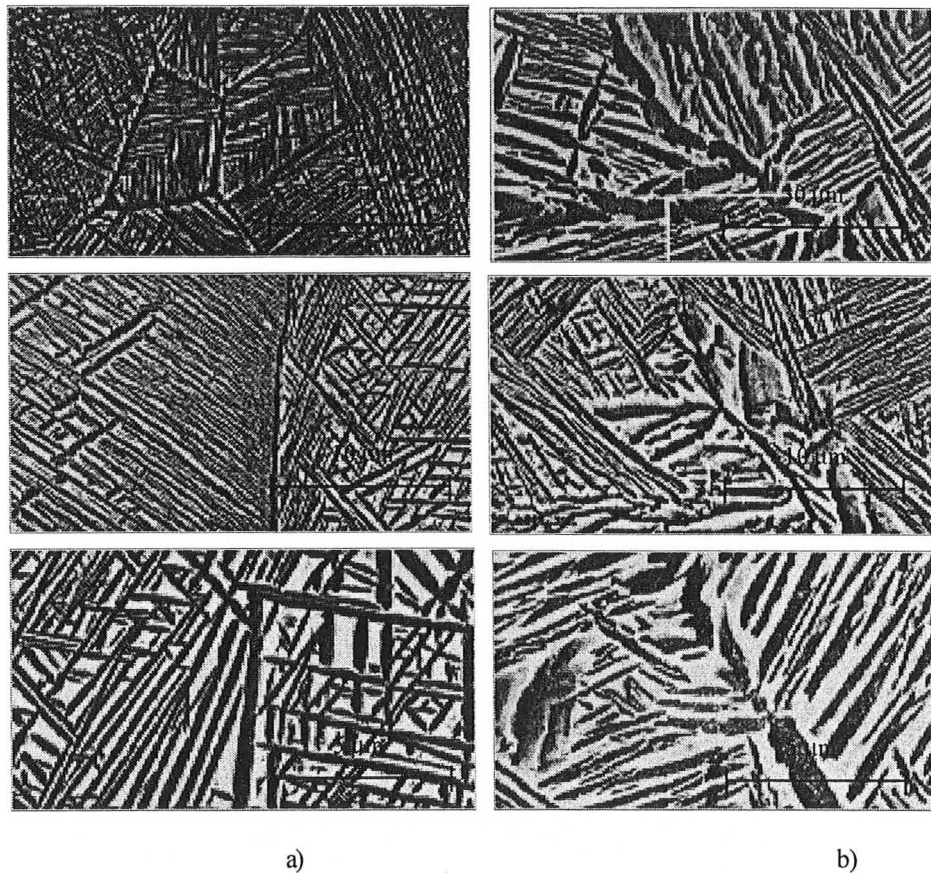


Figure III.21 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 600°C/h :
a) sans déformation,
b) déformation de 25% à 920°C.

En effet, dans le cas d'une transformation sans déformation, la microstructure finale est essentiellement composée de vanneries intragranulaires (phase α_{WI}) et on observe à proximité des joints de grain quelques colonies de plaquettes assez fines de α_{WGB} . La

microstructure de l'échantillon non déformé est très voisine de celle d'un échantillon ayant subi une transformation isotherme à 700°C, avec ou sans déformation.

Par contre, dans le cas d'une transformation anisotherme avec déformation, la structure finale est essentiellement composée de colonies de plaquettes de α_{WGB} . Elle est plus proche d'une structure obtenue à l'issue d'un refroidissement continu de 150°C/h. On observe cependant quelques aiguilles très fines de phase α_{WI} entre les plaquettes de α_{WGB} .

Les microstructures atteintes à l'issue d'un refroidissement complet de 1°C/s, avec ou sans déformation plastique préalable, sont présentées sur la figure III.22. De même que pour un refroidissement continu de 600°C/h, une déformation plastique influence de manière sensible les microstructures finales.

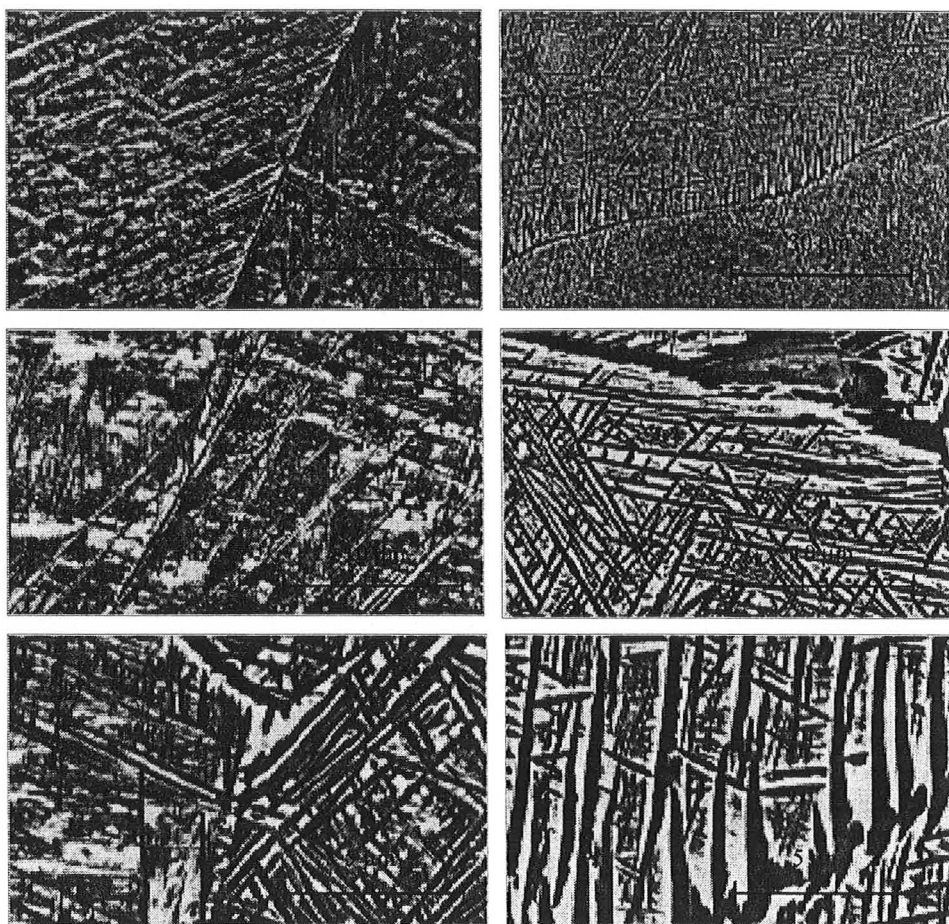


Figure III.22 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 1°C/s :
a) sans déformation,
b) déformation de 25% à 920°C.

Dans le cas d'une transformation sans déformation, la microstructure finale est essentiellement composée de vanneries intragranulaires très fines (phase α_{WI}). L'épaisseur du liseré de phase α_{GB} a également considérablement diminué.

Dans le cas d'une transformation anisotherme avec déformation préalable, la structure finale est très similaire à celle obtenue à l'issue d'un refroidissement continu de 600°C/h sans déformation (mis à part les joints de grain qui sont dentelés dans le cas d'une transformation avec déformation) : la microstructure est composée principalement de lamelles fines de phase α_{WI} intragranulaire, mais on observe également à proximité des joints de grain quelques colonies de plaquettes de α_{WGB} .

La comparaison de ces microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement de 1°C/s avec ou sans déformation indique que la déformation influence également les dimensions des lamelles de phase α_{WI} . Dans les deux cas (maintien avec ou sans déformation préalable), on trouve des lamelles assez longues et relativement épaisses et des lamelles très courtes et très fines, mais leur proportion relative varie selon qu'une déformation plastique a été appliquée ou non dans le domaine β : les lamelles longues et assez épaisses sont majoritaires si l'échantillon est déformé alors que les lamelles très courtes et très fines le sont dans le cas d'une transformation sans déformation.

II.2.2.2 Etude microstructurale quantitative

L'étude microstructurale quantitative des états complètement transformés a été réalisée à la fois pour les échantillons non déformés et pour les échantillons déformés. Nous nous sommes intéressés d'une part à l'épaisseur moyenne de la phase α au joint de grain (α_{GB}) et à l'épaisseur des lamelles de phase α_{WGB} , et d'autre part à l'épaisseur des lamelles de phase α_{WI} et au rapport moyen *épaisseur/longueur* de ces lamelles.

Épaisseur moyenne de la phase α_{GB} au joint de grain

L'évolution de l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain en fonction de la vitesse de refroidissement est présentée sur la figure III.23 pour des échantillons entièrement transformés. L'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain dépend de la vitesse de refroidissement, aussi bien pour des échantillons déformés que pour des échantillons non déformés. Cette valeur est d'autant plus faible que la vitesse de refroidissement est élevée.

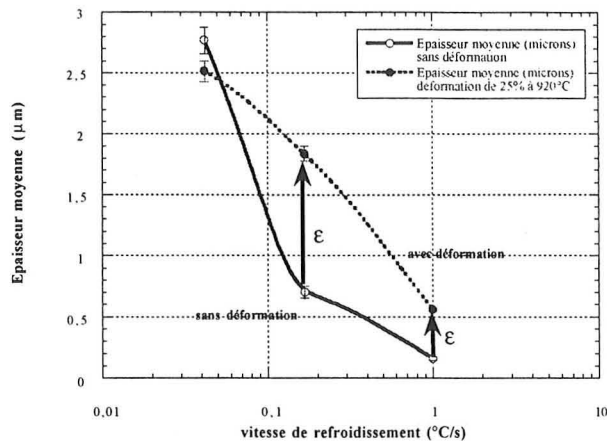


Figure III.23 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain, en fonction de la vitesse de refroidissement

Pour une vitesse de refroidissement de $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$, une déformation préalable conduit à une très faible diminution de l'épaisseur de α_{GB} : l'épaisseur moyenne est égale à $2,8 \mu\text{m}$ pour un échantillon non déformé, elle est légèrement supérieure à $2,5 \mu\text{m}$ pour un échantillon déformé. Pour les vitesses de refroidissement de $600^{\circ}\text{C}/\text{h}$ et $1^{\circ}\text{C}/\text{s}$, l'application d'une déformation plastique dans le domaine β conduit à une augmentation très sensible de la valeur de l'épaisseur moyenne de α_{GB} :

- pour $600^{\circ}\text{C}/\text{h}$, la valeur de cette épaisseur est égale à $0,7 \mu\text{m}$ pour un échantillon non déformé ; elle est légèrement supérieure à $1,8 \mu\text{m}$ pour un échantillon déformé,
- pour $1^{\circ}\text{C}/\text{s}$, la valeur est voisine de $0,2 \mu\text{m}$ pour l'échantillon non déformé, et de $0,6 \mu\text{m}$ pour l'échantillon déformé.

Pour une vitesse de refroidissement donnée, l'épaisseur de phase α_{GB} est plus importante lorsqu'une déformation préalable est appliquée. Cela signifie que la formation de α_{GB} se produit plus tôt au cours d'une transformation avec déformation.

Détermination de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WGB}

L'évolution de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WGB} en fonction de la vitesse de refroidissement est présentée sur la figure III.24 pour des échantillons entièrement transformés ayant subi ou non une déformation.

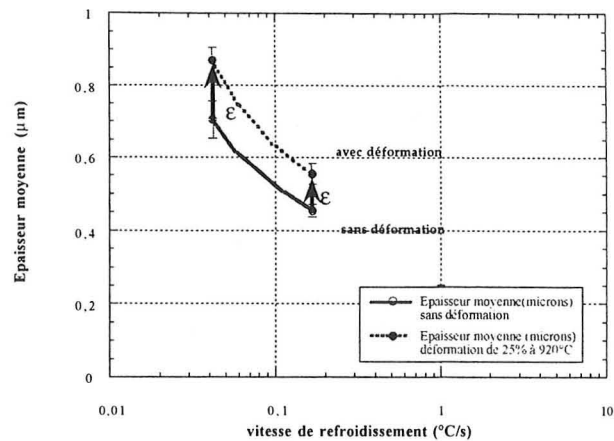


Figure III.24 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne finale des lamelles de phase α_{WGB} en fonction de la vitesse de refroidissement.

Cette figure montre que l'épaisseur moyenne des lamelles dépend de la vitesse de refroidissement, que ce soit pour les échantillons déformés ou non déformés et que la valeur de l'épaisseur moyenne est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est faible. Lorsqu'une déformation plastique est appliquée, la valeur moyenne de l'épaisseur finale des lamelles de phase α_{WGB} augmente de 20% .

Evolution du rapport moyen épaisseur/longueur des lamelles de α_{WI}

L'influence de la déformation sur la valeur du rapport moyen de l'épaisseur sur la longueur des lamelles de α_{WI} (qui est l'inverse du facteur d'élançement des lamelles) est présenté dans le tableau III.9 pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s .

Refroidissement continu sans déformation		Refroidissement continu avec déformation	
moyenne (10^{-2})	Intervalle de confiance à 90% (10^{-2})	moyenne (10^{-2})	Intervalle de confiance à 90% (10^{-2})
4,2	$4,2 \pm 0,4$	7,9	7,9 - 0,7

Tableau III.9 : Influence de la déformation sur le rapport épaisseur / longueur des lamelles de α_{WI} à l'issue d'un refroidissement continu de 1°C/s .

Lorsqu'une déformation préalable est appliquée, la valeur finale atteinte en fin de transformation par le rapport de l'épaisseur sur la longueur ($7,9 \times 10^{-2}$), est pratiquement le double de la valeur atteinte dans le cas d'une transformation complète sans déformation ($4,2 \times 10^{-2}$). Si l'on considère que l'épaisseur des lamelles croît d'un facteur 1,2 lorsqu'une déformation préalable est appliquée, cette forte augmentation du rapport moyen de l'épaisseur sur la longueur des lamelles de α_{WI} traduit essentiellement une diminution de la longueur des lamelles.

III.2.3 Synthèse de l'étude de l'influence d'une déformation au cours d'une transformation de phase anisotherme

Les analyses microstructurales montrent que la morphologie de la phase α , formée au cours d'un refroidissement continu, est fortement influencée par l'application d'une déformation dans le domaine β .

En effet, nous avons montré quantitativement que, pour une vitesse de refroidissement donnée, l'épaisseur de phase α_{GB} augmente lorsqu'une déformation préalable est appliquée, car la formation de α_{GB} se produit à des températures plus élevées au cours d'une transformation avec déformation. De plus, la valeur moyenne de l'épaisseur finale des lamelles de phase α_{WGB} augmente de 20% lorsqu'une déformation plastique est appliquée. La caractérisation de la phase α_{WI} montre que la valeur du rapport *épaisseur/longueur* en fin de transformation est multipliée par deux lorsqu'une déformation préalable est appliquée. Or, dans le cas de transformations isothermes, ni les épaisseurs de phase α_{GB} et celles des lamelles de α_{WGB} et α_{WI} , ni la valeur du rapport *épaisseur/longueur* des lamelles de α_{WI} , ne sont affectées par l'application d'une déformation dans le domaine β .

Enfin, la proportion relative des deux morphologies α_{WGB} et α_{WI} peut être modifiée par l'application d'une déformation plastique, si la vitesse de refroidissement est suffisamment élevée pour que la formation de phase α_{WI} soit possible. En effet, dans le cas de refroidissements assez lents, les phases observées sur des échantillons déformés sont les mêmes que celles observées sur des échantillons non déformés (phases α_{GB} et α_{WGB}). Pour des vitesses de refroidissement telles que 600°C/h ou 1°C/s , l'application d'une déformation plastique conduit à une augmentation significative de la proportion de phase α_{WGB} formée.

III.3 Discussion

Influence de la déformation sur la formation des phases α_{GB} et α_{WGB}

L'accélération de la cinétique de transformation isotherme dans le domaine de température compris entre 830 et 750°C, est liée à l'accélération de la cinétique de formation de la phase α_{GB} ainsi qu'à celle de la phase α_{WGB} . Les observations microstructurales obtenues à l'issue de maintiens isothermes, montrent clairement que la vitesse de germination de la phase α_{GB} est accélérée. En effet, pour une même température et une même durée de transformation, un échantillon déformé présentera plus de joints de grain occupés par la phase α_{GB} .

De même, on observe une accélération de la cinétique de formation de la phase α_{WGB} , mise en évidence par l'évolution du nombre de colonies par grain. Comme mentionné précédemment, nous n'avons observé la présence de phase α_{WGB} qu'au voisinage de la phase α_{GB} , la formation de α_{WGB} étant très liée à celle de α_{GB} . Le nombre de colonies par grain reflète la dépendance entre le taux de joint de grains occupés par la phase α_{GB} et la formation de phase α_{WGB} . Dans le cas d'essais isothermes sans déformation, la germination de α_{GB} au joint de grain devient plus rapide si la température de transformation diminue (la force motrice augmente). Par conséquent, le nombre de colonies par grain augmente.

Dans le cas de maintiens isothermes à des températures élevées, comme par exemple 790°C (essais sans déformation), le taux de joints de grain occupés et le nombre de colonies de phase α_{WGB} augmente sensiblement pendant la première moitié de la transformation. Ceci signifie qu'il y a germination de phase α_{GB} au cours de cette période. Si une déformation est appliquée, le nombre total de colonies et son évolution au cours du temps sont modifiés. En effet, l'évolution au cours du temps du nombre de colonies par grain est accélérée. Si nous corrélons l'apparition d'une colonie sur un joint de grain à la formation préalable de phase α_{GB} sur ce joint, nous pouvons en conclure que la déformation modifie essentiellement la cinétique de germination de la phase α_{GB} .

Comme le nombre de colonies évalué sur un échantillon déformé et transformé à 790°C est très voisin de celui obtenu à 700°C pour un échantillon non déformé, nous pouvons considérer que le nombre total de sites de germination qui sont essentiellement les joints de grain n'est pas fortement modifié par la déformation. Autrement dit, l'effet de la déformation se traduit par une saturation plus rapide des sites de germination. Pour des températures inférieures ou égales à 700°C, la saturation se fait déjà très rapidement en l'absence de déformation préalable. Par conséquent, l'influence d'une déformation préalable sur la cinétique de transformation isotherme sera alors négligeable dans ce domaine de température. Ce résultat est confirmé à 700°C, température pour laquelle le nombre de colonies n'est pas sensiblement modifié après déformation préalable. Il est intéressant de

signaler que des résultats similaires ont été observés pour la transformation perlitique des aciers [43, 44]. Cette faible modification du nombre total de sites de germination peut paraître surprenante. En effet, des observations faites préalablement pour une déformation à 750°C et une transformation ultérieure à cette même température ont montré que la phase α_{GB} précipite également sur des sous-joints [24, 25]. D'après les travaux réalisés par F. Chaussy [9, 44], l'accélération de la cinétique de précipitation quand le taux de déformation ϵ passe de 0,25 à 1,5, est due essentiellement à la création de nouveaux sites de germination (précipitation de phase α sur les sous-joints). De plus, F. Chaussy attribue l'augmentation du taux de phase α formée à l'augmentation de la densité de joints développée au cours de la déformation, pour des taux de déformation élevés.

L'étude microstructurale qualitative réalisée par F. Chaussy montre que, si le taux de déformation influence le nombre de sites de germination, par contre la vitesse de déformation agit essentiellement sur l'efficacité des joints et des sous-joints en tant que sites de germination. En effet, les sous-joints sont plus efficaces lorsque la vitesse de déformation est élevée [44].

Etant donné que la vitesse de déformation a un effet similaire à la température de déformation sur la cinétique de précipitation de la phase α (lorsque la vitesse de déformation ou la température de déformation augmentent, la cinétique de précipitation de α_{GB} et celle de α_{WGB} sont accélérées) [44], les sous-joints seront moins efficaces comme nouveaux sites de germination si les températures de déformation et transformation sont élevées.

En effet, une restauration des défauts se produit d'autant plus rapidement que les températures de déformation et transformation sont élevées. Une telle restauration pourrait expliquer qu'une déformation à 920°C ou à 830°C conduise aux mêmes cinétiques de transformation. Si les taux de déformation sont plus élevés, la restauration sera plus faible et les sous-joints pourront servir de sites de germination pour α_{GB} .

Ceci est confirmé par l'étude de l'influence de la température de déformation sur la modification des temps de début et de la durée de la transformation : sur la figure III.25, sont représentées les diminutions relatives des temps de début et des durées de transformation (reportées dans le tableau III.2). Cette figure montre que l'influence d'une déformation de 25% à 830°C sur les temps de début est comparable à celle d'une déformation de 25% à 920°C, quelle que soit la température de transformation (830, 790 ou 750°C). Si nous prenons le cas d'une transformation de 790°C, nous pouvons observer que l'influence d'une déformation de 25% à 920°C sur la durée de la transformation est comparable à celle d'une déformation appliquée à 830°C, et correspond à une diminution de la durée de transformation de l'ordre de 55%. Par contre, si la déformation préalable est appliquée à 790°C, celle-ci aura une efficacité beaucoup plus importante sur la cinétique de transformation, correspondant à une diminution de 80% de la durée de transformation.

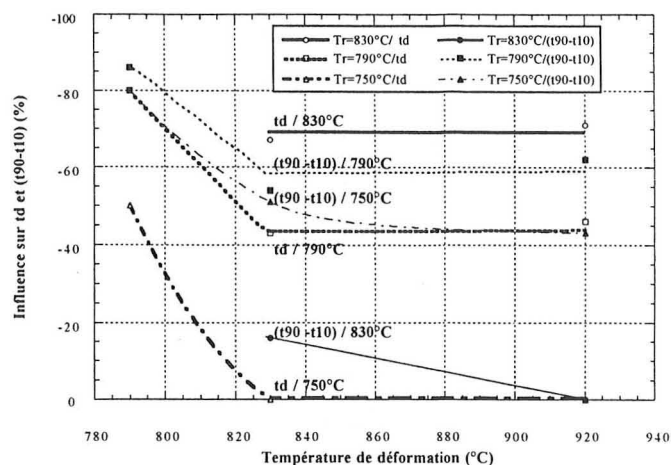


Figure III.25. : Influence de la température de déformation sur la modification des temps de début et de la durée de la transformation.

Si la déformation accélère la cinétique de germination de la phase α_{GB} , l'épaisseur finale n'est cependant pas affectée. En effet, l'épaisseur de la phase α_{GB} , qui est à relier à l'étape de croissance de la phase α_{GB} , n'est pas modifiée par la déformation au cours d'une transformation isotherme. Il ne faut cependant pas oublier que la contribution de la phase α_{GB} au taux de phase α global est relativement faible. Dans le cas de transformations isothermes, l'accélération de la cinétique globale sera donc surtout liée à celle de la cinétique de la phase α_{WGB} . La croissance de α_{WGB} , qui est de type cellulaire, peut être liée à l'épaisseur des lamelles de phase α et de phase β enrichie. Cette épaisseur n'étant pas significativement affectée par la déformation, on peut considérer que l'étape de croissance ne l'est pas non plus. Nous pouvons encore faire le parallèle avec la transformation perlitique des aciers pour laquelle il a été montré que la croissance n'était pas affectée par une déformation préalable faible. Par conséquent, l'accélération de la cinétique isotherme globale s'explique essentiellement par une accélération de la cinétique de germination de α_{GB} , qui conduit à une formation plus rapide de α_{WGB} et une augmentation du nombre de colonies α_{WGB} .

L'étude quantitative des microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu, montre que, pour une vitesse de refroidissement donnée, l'épaisseur de phase α_{GB} augmente lorsqu'une déformation préalable est appliquée. Cela ne signifie pas que, contrairement aux transformations isothermes, la déformation affecte l'étape de croissance de la phase α_{GB} , mais simplement que l'épaisseur de phase α_{GB} augmente lorsqu'une déformation préalable est appliquée, car la formation de α_{GB} se produit à des températures plus élevées au cours d'une transformation avec déformation. De même, la valeur moyenne de l'épaisseur des

lamelles de phase α_{WGB} à l'issue d'un refroidissement continu augmente de 20% lorsqu'une déformation plastique est appliquée, alors que cette valeur n'est pas affectée par l'application d'une déformation dans le domaine β dans le cas de transformations isothermes. D'autre part, les proportions relatives des deux morphologies α_{WGB} et α_{WI} sont modifiées par l'application d'une déformation plastique, si la vitesse de refroidissement est suffisamment élevée pour que la formation de phase α_{WI} soit possible : pour une vitesse de refroidissement de 600°C/h , l'application d'une déformation plastique conduit à une augmentation significative de la proportion de phase α_{WGB} formée. La germination de α_{GB} , et par conséquent de α_{WGB} , étant favorisée par une déformation préalable, la croissance de ces phases se fera à des températures plus élevées que dans le cas d'une transformation sans déformation, conduisant ainsi à des épaisseurs de phase α_{WGB} plus élevées. De plus, si la formation de la phase α_{WGB} se produit alors que celle de la phase α_{WI} n'est pas encore possible, les proportions relatives des deux morphologies α_{WGB} et α_{WI} seront alors modifiées. Comme la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} se fait à des températures nettement plus élevées lorsqu'une déformation est appliquée, la phase α_{WGB} a déjà envahi pratiquement tout le grain lorsque la phase α_{WI} peut commencer à se développer.

Ces résultats confirment donc ceux obtenus précédemment pour des transformations isothermes : l'application d'une déformation plastique dans le domaine β conduit à une accélération de la vitesse de germination la phase α_{GB} , ce qui provoque la formation de cette phase à des températures plus élevées.

Influence de la déformation sur la formation de la phase α_{WI}

L'étude microstructurale des microstructures réalisée sur des échantillons transformés à 700 et 600°C avec ou sans déformation préalable, montre que les microstructures sont très voisines et ne permet pas vraiment d'affirmer que la déformation a une influence sur la morphologie de la phase α_{WI} . Il faut noter qu'à ces températures de transformation, la déformation n'a pas d'effet significatif sur la cinétique de transformation de phase, qui est déjà très rapide pour des essais sans déformation.

La comparaison des microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement de 1°C/s avec ou sans déformation, montre que la morphologie de la phase α_{WI} est affectée par l'application d'une déformation préalable : les lamelles longues et assez épaisses sont majoritaires si l'échantillon est déformé alors que les lamelles très courtes et très fines le sont dans le cas d'une transformation sans déformation. De plus, la valeur du rapport *épaisseur/longueur* en fin de transformation est multipliée par deux lorsqu'une déformation préalable est appliquée,

tandis que dans le cas de transformations isothermes, ni les épaisseurs de α_{GB} aux joints de grain ainsi que celles des lamelles de α_{WGB} et α_{WI} , ni la valeur du rapport *épaisseur/longueur* des lamelles de α_{WI} , ne sont affectées par l'application d'une déformation dans le domaine β .

Pour des transformations sans déformation (cf. Chapitre II), l'apparition de la phase α_{WI} se fait essentiellement par formation de nouveaux précipités de phase α , plutôt que par croissance des précipités déjà formés. Il en est de même lorsqu'une déformation préalable est appliquée, mais la formation des précipités se fait à des températures plus élevées. Etant donné que, lorsque la température de transformation augmente, la valeur finale du rapport moyen *épaisseur/longueur* atteinte en fin de transformation augmente également, ceci explique l'augmentation de la valeur du rapport *épaisseur/longueur* en fin de transformation, ainsi qu'une population de lamelles plus longues et plus épaisses majoritaires lorsqu'une déformation préalable est appliquée.

III.4 Conclusion partielle de l'étude

Ces études montrent que pour les échantillons déformés, la cinétique de transformation est essentiellement accélérée par le biais de la vitesse de germination de la phase α_{GB} . Pour les températures élevées, pour lesquelles les phases précipitées sont α_{GB} et α_{WGB} , l'influence de la déformation est importante si la déformation conduit à une accélération de la saturation des sites de germination.

A des températures plus basses, pour lesquelles la saturation des sites est rapide même sans déformation, la déformation modifie peu la cinétique globale de transformation de phase. Par contre, elle conduit à une accélération de la cinétique de germination de la phase α_{WI} . En outre, les conditions de déformation seront également à prendre en considération : en effet, la possibilité qu'à le matériau de se restaurer et les défauts structuraux conduisent à une diminution de l'effet d'une déformation préalable sur la cinétique de transformation de phase.

IV. MODÉLISATION DE LA CINÉTIQUE DE TRANSFORMATION DE PHASE SOUS CONDITIONS ANISOTHERMES

Ce chapitre est consacré à la description du modèle cinétique de transformation de phase et des hypothèses qui ont été adoptées pour son établissement. La modélisation de la cinétique de transformation anisotherme a été développée afin de prévoir quantitativement le taux et la nature morphologique des phases au cours d'un traitement thermique anisotherme. Ceci a été réalisé à partir du logiciel "Phase RC", initialement mis au point pour la prévision des cinétiques de transformation de phase des aciers. Nous avons adapté ce logiciel afin de tenir compte des caractéristiques spécifiques des alliages de titane. Deux types de précipitation sont considérés, d'une part la formation des phases α_{GB} et α_{WGB} , et d'autre part la formation de la phase α_{WI} . Le cas des phases apparaissant à basse température, comme par exemple l'apparition des phases ω et α , a été en partie pris en considération en intégrant ce domaine de précipitation dans celui de la phase α_{WI} .

Le modèle établi est basé sur la notion d'additivité de chaque type de transformation. Ce principe permet de calculer l'évolution de la cinétique au cours d'un refroidissement continu à partir des cinétiques isothermes, celles-ci suivant une loi différentielle de type Johnson-Mehl-Avrami [38, 39, 40] pour chacune des phases considérées (cf. Chapitre II). Le logiciel ainsi développé s'appuie :

- i) sur les diagrammes TTT des alliages étudiés,
- ii) le taux maximal de phase α pouvant se former à la température considérée,
- iii) la température de transition de l'alliage considéré.

Par conséquent, nous rappelons dans un premier temps comment les cinétiques de transformation isothermes ont été modélisées à partir des résultats expérimentaux. A partir de l'exploitation des cinétiques expérimentales, il est alors possible de déterminer les données cinétiques isothermes nécessaires pour le calcul de la transformation de phase au cours d'un refroidissement continu.

Nous présentons ensuite le modèle de calcul de la transformation de phase sous conditions anisothermes, ainsi que les hypothèses et les principes des méthodes utilisées pour l'établissement de ce modèle.

IV.1 Modélisation de la cinétique de transformation isotherme

L'ensemble des résultats expérimentaux obtenus au cours de l'étude expérimentale de la transformation de phase sous conditions isothermes, a montré que :

- dans le domaine des températures supérieures à 750°C ou inférieures à 600°C, une seule transformation gouverne essentiellement la cinétique globale de transformation de phase, qui est dite "*monocinétique*". l'avancement de la transformation est décrit par l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (IV.1) :

$$y_t(t) = y_i(t) = 1 - \exp(-k_i (t - td_i)^{n_i}) \quad (IV.1)$$

où :

i : 1, 2

1 : ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$),

2 : α_{WI}

$y_i(t)$:

fraction volumique de phase i formée,

t : temps,

td_i : temps de début de transformation de la phase i ,

n_i : coefficient cinétique caractéristique de la transformation et indépendant de la température,

k_i : coefficient caractéristique de la transformation et dépendant de la température.

- dans le domaine de température compris entre 700 et 600°C, il y a coexistence des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , la formation de la phase α_{WI} étant indépendante de celle des phases α_{GB} et α_{WGB} . La cinétique globale de transformation de phase est dite "*bicinétique*". Il est donc nécessaire, dans ce domaine de température, de décrire de manière séparée l'évolution du taux de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et de α_{WI} .

Modélisation de la cinétique globale de transformation de phase dans le domaine bicinétique

Pour définir la loi de la cinétique globale d'avancement de la transformation lorsque les phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} apparaissent simultanément, nous considérons dans un premier temps la loi différentielle dont est issue l'équation (IV.1) :

$$dy(t) = nk(t-td)^{n-1} [1-y(t)] dt \quad (IV.2)$$

où :

$dy(t)$ = fraction volumique de phase α formée pendant l'intervalle de temps dt ,

Le terme $nk(t-td)^{n-1} dt$ représente l'incrément de croissance pendant l'intervalle de temps dt . La croissance ne pouvant se produire que dans la phase non transformée restante, l'incrément de transformation est donc limité par le taux de phase mère non transformée $[1-y(t)]$. Les résultats expérimentaux exposés dans le chapitre II, ont montré que les cinétiques de transformation de chacune des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} sont indépendantes quant à leur progression. Chacune de ces cinétiques suit une loi de type Johnson-Mehl-Avrami (IV.1), qui peut aussi s'écrire sous la forme différentielle de la relation (IV.2) [36, 37] : les incréments de croissance de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} sont décrits par deux équations semblables à l'équation (IV.2), associées à une troisième équation telle que : $y_1 + y_2 = 1$ en fin de réaction. L'interaction de la phase 2 sur la phase 1, et inversement, s'exprime par le biais du terme $y_i(t)$. La loi de la cinétique globale d'avancement de la transformation peut alors s'établir à partir d'un bilan différentiel des fractions volumiques de chacune des phases formées entre les instants t et $(t+dt)$:

$$dy_1(t) = n_1 k_1 (t - td_1)^{n_1-1} [1 - y_t(t)] dt \quad (IV.3)$$

$$dy_2(t) = n_2 k_2 (t - td_2)^{n_2-1} [1 - y_t(t)] dt \quad (IV.4)$$

$$y_t(t) = y_1(t) + y_2(t) \quad (IV.5)$$

où :

$y_t(t)$: fraction totale de phase α transformée

$dy_1(t)$: fraction volumique des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) formées entre les instants t et $(t+dt)$

$dy_2(t)$: fraction volumique de phase α_{WI} formée entre les instants t et $(t+dt)$

Si nous prenons le cas d'une transformation isotherme à 700°C, les phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) apparaissent avant la phase α_{WI} . Par conséquent, la cinétique globale d'avancement de la transformation correspond à la cinétique d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) tant que la phase α_{WI} n'apparaît pas. Dans ce cas ($td_1 < t < td_2$), la cinétique expérimentale de transformation de phase $y(t) = y_1(t)$ obéit à l'équation (IV.1). Lorsque la phase α_{WI} commence à apparaître (à partir de l'instant td_2), il y a coexistence des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , et la cinétique globale de transformation devient bicinétique. Dans ce cas, la fraction volumique globale de phase α formée pendant entre les instants t et $(t + dt)$, est obtenue en sommant (IV.3) et (IV.4) :

$$dy_1(t) + dy_2(t) = [n_1 k_1 (t - td_1)^{n_1-1} + n_2 k_2 (t - td_2)^{n_2-1}] [1 - y_t(t)] dt \quad (IV.6)$$

En combinant les équations (IV.5) et (IV.6), la relation (IV.6) devient :

$$dy_t(t) = [n_1 k_1 (t - td_1)^{n_1-1} + n_2 k_2 (t - td_2)^{n_2-1}] [1 - y_t(t)] dt \quad (IV.7)$$

Puis en séparant les variables et en intégrant :

$$\int_{y_t(td_2)}^{y_t(t)} \frac{dy_t(t)}{1 - y_t(t)} = \int_{td_2}^t [n_1 k_1 (t - td_1)^{n_1-1}] dt + \int_{td_2}^t [n_2 k_2 (t - td_2)^{n_2-1}] dt \quad (IV.8)$$

c'est à dire :

$$\ln \frac{1 - y_t(t)}{1 - y_t(td_2)} = - [k_1 (t - td_1)^{n_1} + k_2 (t - td_2)^{n_2}] + k_1 (td_2 - td_1)^{n_1} \quad (IV.9)$$

Entre les instants td_1 et td_2 , la cinétique expérimentale $y(t) = y_1(t)$ peut être décrite par l'équation (IV.1). Par conséquent, la valeur de $y_1(t)$ à l'instant td_2 est donnée par la relation (IV.10) :

$$y_1(td_2) = 1 - \exp [-k_1 (td_2 - td_1)^{n_1}] \quad (IV.10)$$

Enfin, en combinant les équations (IV.9) et (IV.10), nous obtenons une relation analytique (IV.11) [36], qui décrit l'évolution en fonction du temps de la fraction volumique globale de phase α :

$$y_t(t) = 1 - \exp [- k_1 (t - td_1)^{n_1} - k_2 (t - td_2)^{n_2}] \quad (IV.11)$$

Damkroger [45] a établi une loi similaire, à partir des vitesses de germination et croissance de chaque phase formée, en explicitant les paramètres cinétiques n et k , et en considérant que les temps de début de précipitation de chaque phase, td_1 et td_2 , étaient égaux.

Finalement, nous avons montré que :

- si la cinétique globale de transformation de phase est "*monocinétique*", elle peut être décrite par l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (IV.1),
- si la cinétique globale de transformation de phase est "*bicinétique*", elle s'établit à partir d'un bilan différentiel des fractions volumiques de chacune des phases formées (équations IV.3, IV.4 et IV.5).

IV.2 Modélisation de la cinétique de transformation anisotherme

L'objectif de ce paragraphe consiste à définir les hypothèses et les principes des méthodes utilisées pour l'établissement du modèle de calcul de la transformation de phase sous condition anisotherme.

IV.2.1 Hypothèses du modèle

Le modèle de prévision de l'évolution structurale au cours d'un refroidissement continu est basé sur les hypothèses suivantes :

- 1) il est possible de discrétiser la loi de refroidissement en une succession de paliers isothermes¹,
- 2) les calculs d'incubation et de progression de la transformation sont dissociés,
- 3) on admet la règle d'additivité [46] qui permet de calculer l'évolution de la cinétique anisotherme de transformation de phase à partir des cinétiques isothermes,
- 4) les cinétiques de formation de $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ et α_{WI} sont indépendantes quant à leur progression,
- 5) chacune des transformations est uniquement caractérisée par les paramètres suivants : $(td_1, t10_1, t90_1)$ et $(td_2, t10_2, t90_2)$.

IV.2.2 Présentation générale du modèle

L'organigramme général présenté sur la figure IV.1 traduit le modèle proposé. Il permet d'effectuer un calcul de l'évolution structurale anisotherme de chaque phase envisagée à partir de leur cinétique de transformation isotherme.

Après introduction des données d'entrée dans le logiciel de calcul, la cinétique isotherme de chaque type de phase envisagé (désigné ici par i) est modélisée, durant chaque palier isotherme, à partir des temps $(td_i, t10_i, t90_i)$ déterminés par interpolation des données d'entrée correspondantes (méthode de Lagrange).

¹ Choix du pas de temps

le pas de temps est choisi de telle sorte que l'évolution de la température en fonction du temps, est suffisamment lente vis à vis des conséquences du refroidissement sur les structures et propriétés mécaniques du matériau : pour un refroidissement de 1°C/s, le pas de temps est choisi égal à 0,01 s, tandis que pour un refroidissement de 15°C/h, il est choisi égal à 10s.

Les coefficients n_i et k_i sont ensuite calculés à partir de ces temps (t_{10_i} , t_{90_i}) dans le *module de traitement des cinétiques isothermes*. Le calcul de la cinétique de transformation de phase anisotherme du constituant i est réalisé dans le *module de calcul d'avancement de la transformation*, qui s'effectue, pour chaque constituant i , par un calcul d'incubation séparé du calcul de progression de la transformation.

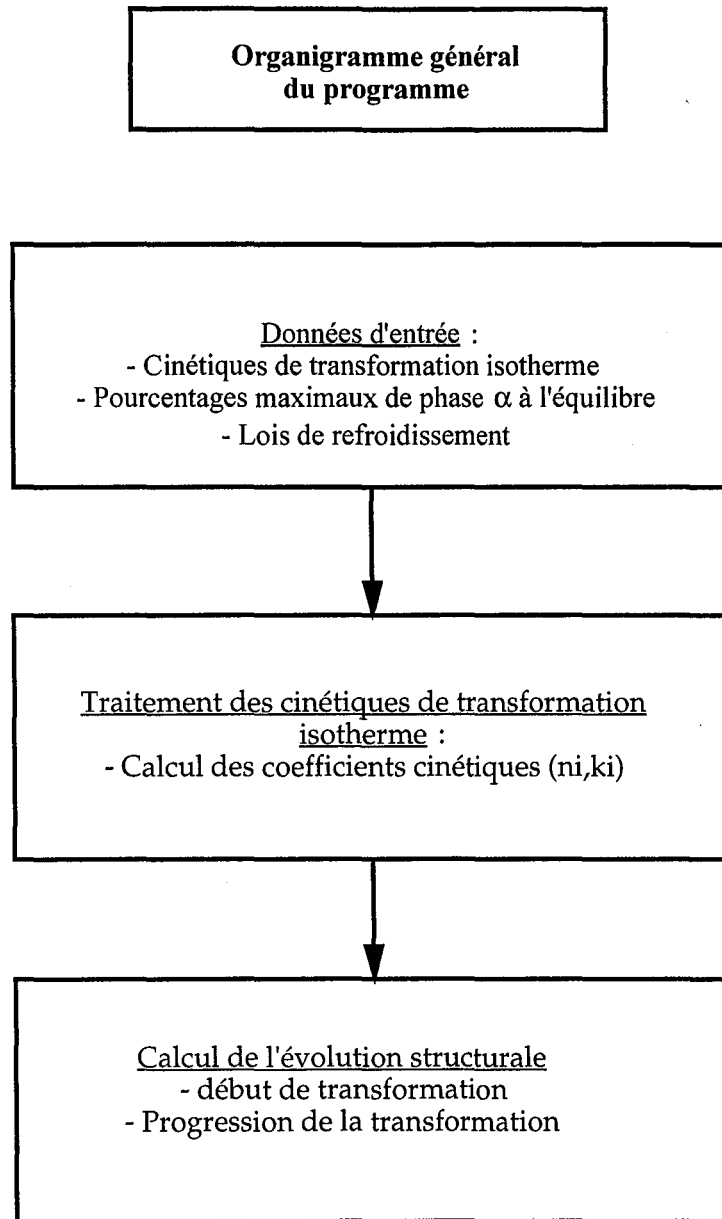


Figure IV.1 : Organigramme du logiciel de calcul de la cinétique de transformation de phase.

IV.2.3 Données d'entrée

Les données d'entrée du modèle sont constituées par :

1) les données cinétiques isothermes :

- i) **les temps de début** de transformation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) (td_1) d'une part, et ceux de la phase α_{WI} (td_2) d'autre part,
- ii) **les temps correspondant à 10% et 90%** de transformation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) ($t10_1, t90_1$) et de la phase α_{WI} ($t10_2, t90_2$) ;
- iii) **le taux maximal de phase α à l'équilibre**, $y_{max}(T)$ pouvant se transformer à la température considérée ; il a été déterminé par C. Angelier pour l'alliage β -Cez [3] et par S. Bein pour l'alliage 10.2.3. [4] (cf. Chapitre II).

2) les lois de refroidissement.

IV.2.4 Description du module de calcul de l'avancement de la transformation

La prévision de la cinétique de transformation de phase anisotherme du constituant i , à partir des cinétiques de transformation isotherme, est basée sur la règle d'additivité [46]. Cette règle permet de considérer que la structure obtenue à l'issue d'un refroidissement donné, est le résultat d'une succession de "transformations isothermes élémentaires".

Le calcul de la cinétique anisotherme de chaque transformation est réalisé dans le *module de calcul de l'avancement de la transformation*, et s'effectue, pour chaque constituant i , par un calcul d'incubation séparé du calcul de progression de la transformation. Pour cela, la loi de refroidissement est discrétisée en une succession de paliers isothermes et égaux. Elle utilise les données cinétiques isothermes de chaque constituant. Le calcul de l'avancement de la formation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est mené en parallèle de celui de la phase α_{WI} . La formation simultanée des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} est ainsi modélisée à chaque température de palier rencontrée au cours du refroidissement. L'organigramme général de ce module est présenté sur la figure IV.4.

IV.2.4.1 Calcul d'incubation

La prévision de la période d'incubation, pour chacune des deux transformations envisagées par le calcul, s'effectue dans cette étude par la méthode de Scheil [47]. Etant donné que les formations des phases ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$) et α_{WI} sont considérées comme étant indépendantes l'une de l'autre [37, 48], deux calculs d'incubation sont réalisés, l'un pour les phases ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$), et l'autre pour la phase α_{WI} . La méthode de Scheil [47] consiste à décomposer une loi de refroidissement donnée en une succession de paliers isothermes de durée égale à l'incrément de temps Δt_j à la température T_j . Cette méthode est un cas particulier de la règle d'additivité appliqué au calcul d'incubation [46].

Si $\tau_1(T_j)$ est le temps d'incubation des phases ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$) à la température T_j , et $\tau_2(T_j)$ le temps d'incubation de la phase α_{WI} , alors la contribution au temps d'incubation de chaque type de phase envisagé, à la température T_j , peut être définie de la manière suivante (cf. Figure IV.2) :

- $\frac{\Delta t_j}{\tau_1(T_j)}$ représente la contribution au temps d'incubation des phases ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$) à T_j ,
- $\frac{\Delta t_j}{\tau_2(T_j)}$ représente la contribution au temps d'incubation de la phase α_{WI} à T_j ,

Pour chaque constituant i , la somme de Scheil S_i^2 est la somme des fractions d'incubation :

$$S_1 = \sum_{j=1}^j \frac{\Delta t_j}{\tau_1(T_j)} \quad (IV.13)$$

$$S_2 = \sum_{j=1}^j \frac{\Delta t_j}{\tau_2(T_j)} \quad (IV.14)$$

La formation de ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$) ou de α_{WI} commence à la température à partir de laquelle la somme de Scheil de l'un ou l'autre type de phase atteint l'unité.

² Les phases ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$) et α_{WI} sont représentées par les indices 1 et 2 de la manière suivante :

- $i : 1, 2$
- 1 : ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$),
- 2 : α_{WI}

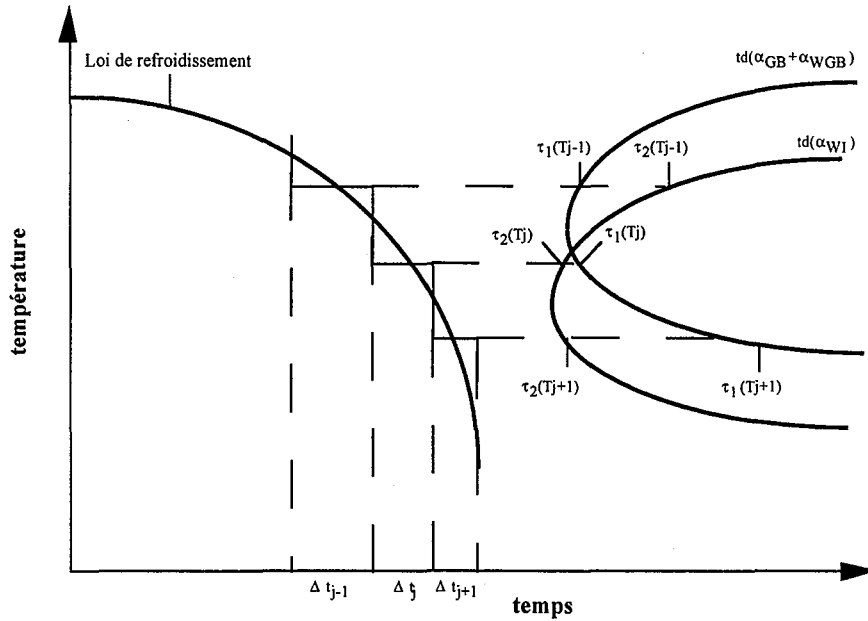


Figure IV.2 : Définition des variables utilisées pour le calcul d'incubation.

IV.2.4.2 Calcul de la progression de la transformation

Le calcul de la progression de la transformation se déroule de la manière suivante :

- i) tant qu'aucune des deux sommes de Scheil n'a atteint l'unité, il n'y a formation d'aucune phase,
- ii) lorsque la somme de Scheil de l'une des deux phases atteint l'unité, la période d'incubation est terminée et le taux de cette phase croît ;
 - tant que la somme de Scheil de l'autre phase est inférieure à l'unité, le domaine de transformation est un domaine "monophasé" et la cinétique isotherme de transformation de phase, est conforme à la relation de Johnson-Mehl-Avrami (équation IV.1),
 - lorsque la deuxième somme de Scheil atteint l'unité, il y a alors coexistence des deux cinétiques d'apparition de la phase α , celle de $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ et celle de α_{WI} ; la cinétique isotherme de transformation de phase s'établit à partir d'un bilan différentiel des fractions volumiques de chacune des phases formées (équations IV.3, IV.4 et IV.5).

L'évolution structurale au cours d'un refroidissement continu de chaque constituant i , est considéré comme étant la somme des transformations élémentaires apparaissant à chaque palier isotherme résultant de la discrétisation. La progression de la transformation est considérée comme étant additive. Le calcul du taux de chaque phase est basé sur la méthode de Pumphrey et Jones [49], qui utilise l'idée de *temps virtuel* :

- la loi de refroidissement est discrétisée en une succession de paliers isothermes et le passage de la température T_j du palier j au palier suivant est instantané,
- le taux de phase relatif $y_i(j)$ de phase i formée à la fin du palier j , est égal au taux relatif de phase i formée au début du palier $j+1$,
- cependant, la cinétique de transformation de phase varie lorsqu'on change de palier de température, de même que les paramètres cinétiques n et k de la loi de Johnson-Mehl-Avrami que suit la cinétique de transformation de phase ; l'incrément de transformation au palier $j+1$ sera différent de celui que l'on aurait au palier j ,
- afin de tenir compte de cette variation de la vitesse de formation de la phase i lors du changement de palier, on définit un temps de passage ou *temps virtuel* de passage t^*_j d'un palier $j-1$ au palier suivant j , pour lequel le taux de phase est égal à $y_i(j-1)$; ce temps virtuel t^*_j correspond au temps de phase relatif $y_i(j-1)$ en considérant les paramètres de la cinétique isotherme au palier j .

Le principe de cette méthode est illustré sur la figure IV.3.

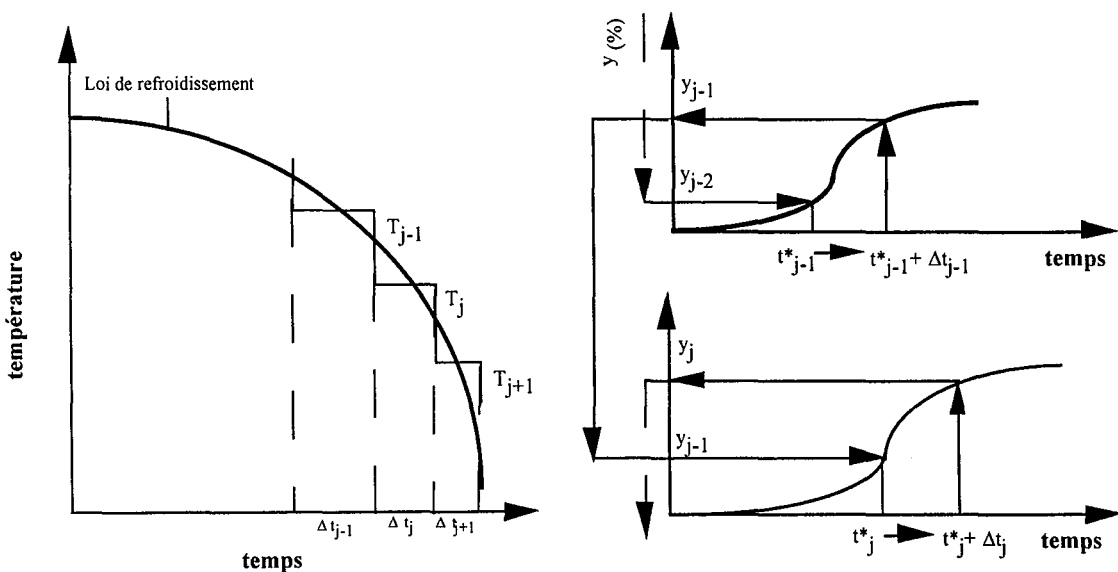


Figure IV.3 : Illustration de la méthode de Pumphrey et Jones : principe du temps virtuel [46, 49].

Cette méthode a été utilisée telle qu'elle a été présentée par ces auteurs, dans les domaines monophasés de transformation de phase. Nous l'avons développée également de manière à pouvoir effectuer un calcul parallèle des taux de phase de chaque constituant dans les domaines de transformation bicinétiques.

Calcul de progression de la transformation

Le calcul du taux de phase de la première phase formée s'effectue, par étapes, de la manière suivante :

a) à partir du taux réel de phase $Y_i[j-1]$ de phase i formée à la fin du palier $j-1$, on calcule le taux de phase relatif $y_i(j-1)$ correspondant au degré d'avancement de la transformation à la fin du palier $j-1$:

$$y_i(j-1) = \frac{Y_i[j-1]}{Y_{max_i}[j]} \quad (IV.15)$$

où :

$Y_{max_i}[j]$ est le taux maximal de phase β pouvant être transformée à la température T_j

b) le temps virtuel t_j^* est calculé à partir du taux de phase relatif y_{j-1} et des coefficients cinétiques n_j et k_j caractéristiques de la cinétique de transformation isotherme à la température T_j du palier j , les coefficients n_j et k_j ayant été préalablement calculés dans le module de traitement des cinétiques isothermes :

$$t_j^* = \left[\frac{\ln\left(\frac{1}{1-y_{j-1}}\right)}{k_j} \right]^{\frac{1}{n_j}} \quad (IV.16)$$

• dans un domaine de transformation monocinétique

c) on calcule le taux réel $Y_{\alpha}[j]$ de phase α formée à l'instant $(t_j^* + \Delta t_j)$, à partir des coefficients cinétiques n_j et k_j caractéristiques de la cinétique de transformation isotherme à la température de palier T_j , soit :

$$Y_{\alpha}[j] = Y_i(j) = Y_{max_i}[j] [1 - \exp(-k_j (t_j^* + \Delta t_j)^{n_j})] \quad (IV.17)$$

où :

$Y_{max_i}[j]$ = taux maximal de phase α pouvant être formée à la température T_j

d) on en déduit la nouvelle valeur de t_{j+1}^* et le calcul se poursuit jusqu'à la fin de la simulation du refroidissement continu.

• **dans un domaine de transformation bicinétique**

c) on calcule, à partir des coefficients $n_i(j)$ et $k_i(j)$ caractéristiques de la transformation isotherme à la température de palier T_j , les incréments relatifs $dy_i(j)$ qui se sont formés à l'instant $(t_j^* + \Delta t_j)$, pendant la durée du palier Δt_j , soit ³ :

$$dy_i(j) = n_i(j) k_i(j) (t_j^* + \Delta t_j)^{n_i(j)-1} (1 - y_1(j) - y_2(j)) dt_j \quad (\text{IV.18})$$

d) on calcule à partir des incréments relatifs $dy_i(j)$, les taux de phase relatifs $y_i(j)$ à l'instant $(t_j^* + \Delta t_j)$, soit

$$y_i(j) = dy_i(j) + \sum_{k=0}^{j-1} dy_i(k) \quad (\text{IV.19})$$

e) à partir des taux relatifs $y_i(j)$, on calcule les taux réels $Y_i[j]$ de phase i , formées à la température T_j du palier j , soit :

$$Y_i[j] = y_i(j) \cdot Y_{\max_i}[j] \quad (\text{IV.20})$$

f) on calcule la nouvelle valeur du temps virtuel t_{j+1}^* et le calcul se poursuit jusqu'à la fin de la simulation du refroidissement continu.

³ Le pas de temps est choisi suffisamment petit, de manière à ce que les valeurs prises par $[dy_1j + dy_2j]$ restent très faibles.

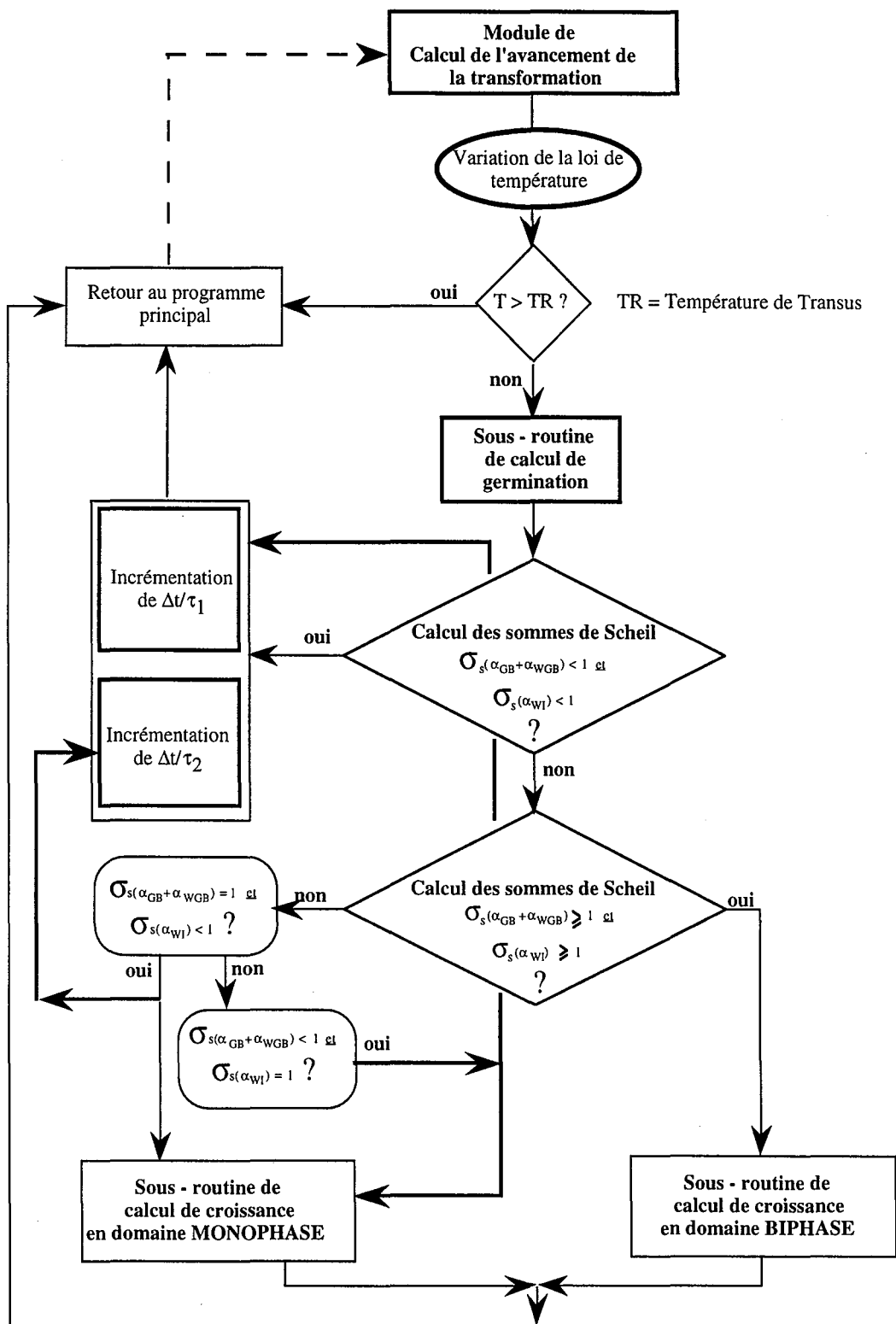


Figure IV.4 : Organigramme du module de calcul de l'avancement de la transformation.

IV.3 Données d'entrée

Le calcul de l'avancement de la transformation est basé sur la connaissance des données cinétiques isothermes. Il nécessite, en raison des spécificités des alliages de titane introduites dans le logiciel "Phase RC", la connaissance des données cinétiques isothermes des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et de la phase α_{WI} :

- pour le **calcul d'incubation** par la méthode de Scheil :
les temps de début de transformation isotherme des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et de la phase α_{WI} ,
- pour le **calcul de progression de la transformation** :
 - o les temps correspondant à 10% et 90% de transformation isotherme des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et de la phase α_{WI} ,
 - o le pourcentage maximal de phase α pouvant être formée à une température donnée [3, 4].

IV.3.1 Traitement des données cinétiques isothermes

Les données cinétiques isothermes, c'est à dire les temps de début de transformations et les coefficients cinétiques n_i et k_i , sont issues des cinétiques de transformation isotherme. Elles sont calculées à partir de trois points caractéristiques t'_i , t''_i et t'''_i de la cinétique expérimentale $y(t) = f(t)$. Les résultats expérimentaux présentés au Chapitre II, montrent que l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (IV.1) décrit de manière très satisfaisante la cinétique expérimentale de transformation de phase $y(t) = f(t)$ pour des taux de phase $y(t)$ tels que :

- $y(t) < 85\%$ pour une transformation isotherme à 830°C ,
- $y(t) < 90\%$ pour une transformation isotherme à 600°C .

Nous avons donc choisi de modéliser la cinétique de transformation isotherme à partir des temps de début td et des temps correspondant à 10% et 90% de transformation (t_{10i} , t_{90i})⁴.

⁴ **Avantages de (td_i , t_{10i} , t_{90i}) par rapport à (td_i , n_i , k_i) :**

Nous aurions pu choisir de modéliser la cinétique de transformation isotherme à partir des temps de début td_i et des valeurs prises par n_i et k_i pour chaque constituant. Mais les valeurs de k_i sont généralement très petites (ordre de grandeur de k_i compris généralement entre 10^{-2} et 10^{-10}), ce qui peut être source d'erreurs importantes lors de l'interpolation de ces valeurs pour des températures de calcul de transformation non données dans les fichiers de lois de refroidissement.

Le choix de ces points s'explique par le fait que la cinétique ainsi adaptée est celle qui permet le meilleur accord avec la cinétique expérimentale. Ceci a également été montré par Stouvenot dans le cas de l'étude de l'acier 42CD4 [50].

Dans le domaine "bicinétique", la description de la cinétique globale nécessite la connaissance de six paramètres : $(td_1, t10_1, t90_1)$ pour $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$, et $(td_2, t10_2, t90_2)$ pour α_{WI} ⁵. Les valeurs prises par (n_1, k_1) et (n_2, k_2) sont calculées à partir de l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (IV.1).

L'ensemble de ces paramètres est difficilement accessible à partir de l'exploitation des cinétiques expérimentales. Ces cinétiques étant globales, nous ne pouvons définir que les temps de début globaux, ainsi que ceux correspondant à 10% et 90% d'avancement global de la transformation. L'attribut "global" signifie que les phases $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ et α_{WI} contribuent conjointement à l'avancement de la transformation. Aussi, afin de pouvoir déterminer les deux équations cinétiques caractéristiques de chaque transformation (IV.3 et IV.4), nous sommes-nous appuyés sur :

- des données expérimentales globales issues des courbes TTT :
les temps de début td et ceux correspondant à 10% de transformation t_{10} ,
- des observations microstructurales pour définir les temps de début de formation de chaque morphologie,
- les valeurs caractéristiques de n pour chaque mécanisme de transformation :
 $n_1 = 1,2$ pour $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ et $n_2 = 3$ pour α_{WI} .

Les temps $t90_i$ sont calculés à partir de l'équation (IV.12), en tenant compte de la valeur caractéristique de n_i pour chaque morphologie.

Dans les domaines de température "monocinétiques", l'ensemble de résultats expérimentaux (cinétiques globales expérimentales, observations microstructurales et valeurs de n) a été exploité de la même manière que dans le domaine "bicinétique". En outre, nous pouvons, dans ces domaines de température, vérifier que les valeurs calculées de $t90$ correspondent effectivement aux valeurs issues des cinétiques expérimentales.

⁵ Inconvénients de $(td_i, t10_i, t90_i)$

L'inconvénient principal de cette méthode réside ici dans le fait qu'il est parfois nécessaire d'attribuer, pour un type de phase donné i , des valeurs à td_i , $t10_i$ et $t90_i$ même si cette phase i n'apparaît pas à la température de transformation considérée.

Exemple de traitement des données isothermes

Le traitement des données isothermes dans un domaine "monocinétique" ne présente pas de difficultés particulières. En effet, td_1 , $t10_1$ et $t90_1$ correspondent respectivement aux temps td , $t10$, $t90$ expérimentaux de (α_{GB+WGB}) pour des températures supérieures ou égales à 750°C . De même, les temps td_2 , $t10_2$, et $t90_2$ correspondent aux temps td , $t10$, $t90$ expérimentaux de α_{WI} pour des températures inférieures ou égales à 650°C .

Par conséquent, nous ne présentons ici qu'un exemple d'exploitation de données isothermes pour une température de transformation caractéristique du domaine bicinétique, c'est à dire 700°C . Sur la figure IV.5 sont représentées l'évolution des taux de phase α mesurés par RX à 700°C .

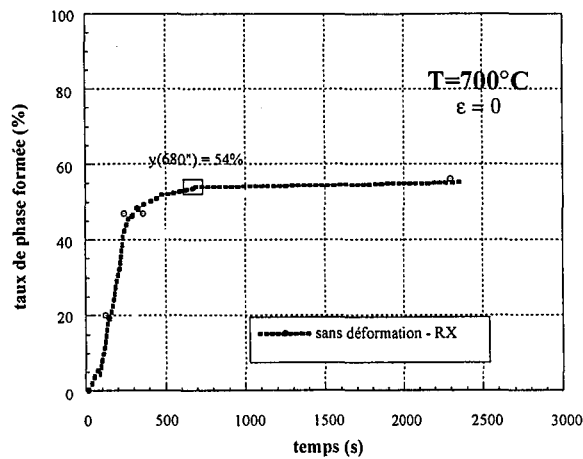


Figure IV.5 : Evolution des taux de phase α en fonction du temps.

Nous devons définir, à partir de ces courbes et en nous aidant des observations microstructurales réalisées à 700°C , deux jeux de données, c'est à dire 6 inconnues : td_1 , $t10_1$, $t90_1$ et td_2 , $t10_2$, $t90_2$. Les temps $t90_i$ peuvent être exprimés en fonction des autres paramètres td_i et $t10_i$, à partir de l'équation (IV.12) issue de l'équation (IV.1), en tenant compte de la valeur caractéristique de n_i pour chaque morphologie ($n_1 = 1,2$ et $n_2 = 3$) :

$$t90_i = td_i + \frac{t10_i - td_i}{\exp\left(\frac{\ln\left[\frac{\ln 10/9}{\ln 10}\right]}{n_i}\right)} \quad (\text{IV.12})$$

Il ne nous reste alors que quatre inconnues à déterminer : td_1 , $t10_1$ et td_2 , $t10_2$. A partir des maintiens isothermes réalisés à cette température, de durées égales à 20, 30 et 60", l'observation des microstructures des échantillons transformés montre qu'il y a un début de précipitation de phase α_{GB} au joint de grain à partir de 30 s de maintien. Par conséquent, nous considérons que $td_1 = 30$ s en première estimation.

L'étude qualitative des microstructures obtenues à 700°C à l'issue de maintiens de durées égales à 2, 4 et 6 mn (cf. Chapitre II), montre que la phase α_{WI} est déjà présente en très faible quantité au bout de 2 mn de maintien (120 s). A l'issue d'un maintien de 60 s, il n'y a pas encore eu formation de cette phase. Par conséquent, nous pouvons dire que : $60 \text{ s} < td_2 < 120 \text{ s}$. Nous prenons comme première estimation : $td_2 = 80$ s.

Enfin, nous avons estimé, à partir de ces micrographies, le taux surfacique de phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) : le taux surfacique estimé est de l'ordre de 10-15 % à l'issue d'un maintien de 2 mn et de 50 % à l'issue d'un maintien de 4 mn. Nous prenons donc en première estimation $t10_1 = 120$ s.

Il nous reste à présent une seule inconnue $t10_2$ à définir et nous disposons pour cela d'une équation (IV.11) : lorsque la phase α_{WI} commence à apparaître (à partir de l'instant td_2), il y a coexistence des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , et la cinétique globale est décrite par l'équation (IV.11). A partir de la cinétique de transformation de phase (obtenue par dosage RX), nous déterminons une (ou plusieurs) valeur(s) de $y_t(t)$, puis nous résolvons l'équation (IV.11) : si $y_t(t) = 54-55\%$ (degré d'avancement de la transformation de 96-97%), alors $t10_2 = 100$ s.

Après simulation en régime isotherme à partir de ces données d'entrée et confrontation des résultats de cette simulation avec les données expérimentales, ces premières estimations des données d'entrée ont été affinées (cf. Paragraphe IV.3.1). La description de ces différentes opérations montre qu'il est très délicat d'estimer et d'atteindre les courbes TTT pour chaque type de transformation lorsque ces deux transformations se produisent simultanément.

IV.3.1.1 Alliage β -Cez

Les données cinétiques isothermes, utilisées dans le calcul de l'évolution structurale au cours d'un refroidissement continu de l'alliage β -Cez, sont présentées sous la forme d'un diagramme TTT, sur les figures IV.1 (i) et IV.2 (ii) :

i) sur le diagramme TTT de la figure IV.6, sont tracées les courbes des temps de début, 10% et 90% de transformation pour les phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et la phase α_{WI} et correspondant au "jeu de données n°1" : ce jeu de données cinétiques isothermes ne tient pas compte du troisième domaine de transformation,

ii) sur le diagramme TTT de la figure IV.7, sont tracées les courbes des temps de début, 10% et 90% de transformation des phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et de la phase α_{WI} et correspondant au "jeu de données n°2" : ce jeu de données cinétiques isothermes prend en compte le troisième domaine de transformation (formation de phase α_{WI} à partir de phase ω) dans les données de la phase α_{WI} .

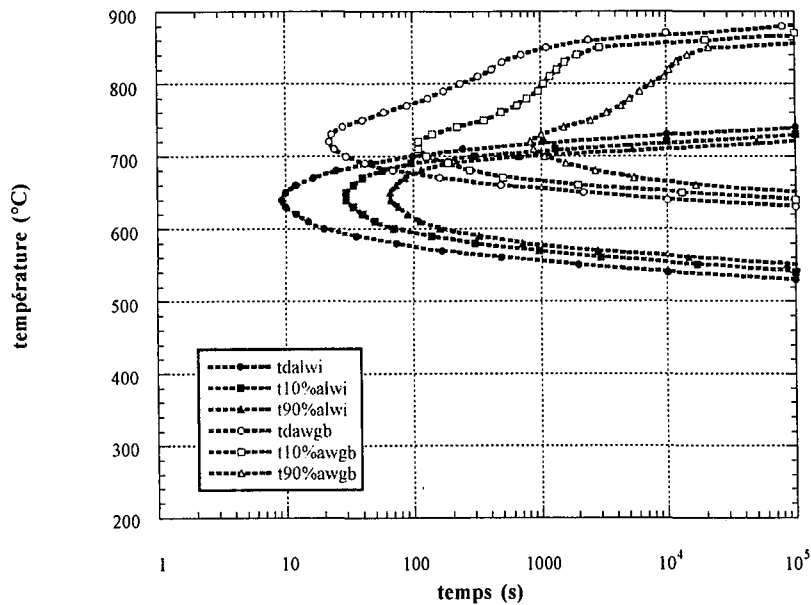


Figure IV.6 : Données cinétiques isothermes de l'alliage β -Cez. Jeu de données n°1 (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

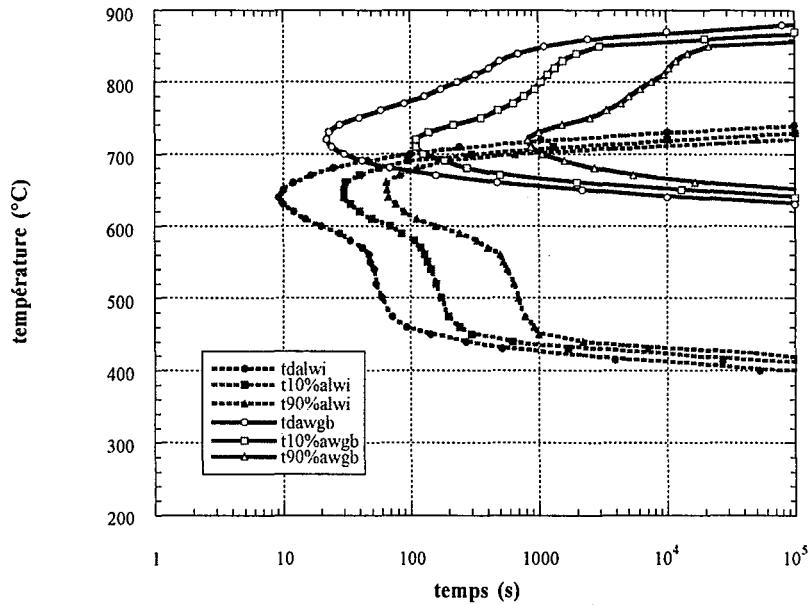


Figure IV.7 : Données cinétiques isothermes de l'alliage β -Cez. Jeu de données n°2 (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Le calcul de la cinétique de transformation de phase lors d'un refroidissement continu sera successivement réalisé à partir de ces deux jeux de données, ceci afin d'étudier l'influence de la prise en compte du troisième domaine de transformation sur la cinétique de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu.

IV.3.1.2 Alliage 10.2.3

Les données cinétiques isothermes, utilisées dans le calcul de l'évolution structurale au cours d'un refroidissement continu de l'alliage 10.2.3., sont présentées sous la forme d'un diagramme TTT, sur la figure IV.8. Sur ce diagramme TTT, sont tracées les courbes de début, 10% et 90% de transformation des phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et de la phase α_{WI} . Ce jeu de données cinétiques isothermes ne tient pas compte du troisième domaine de transformation.

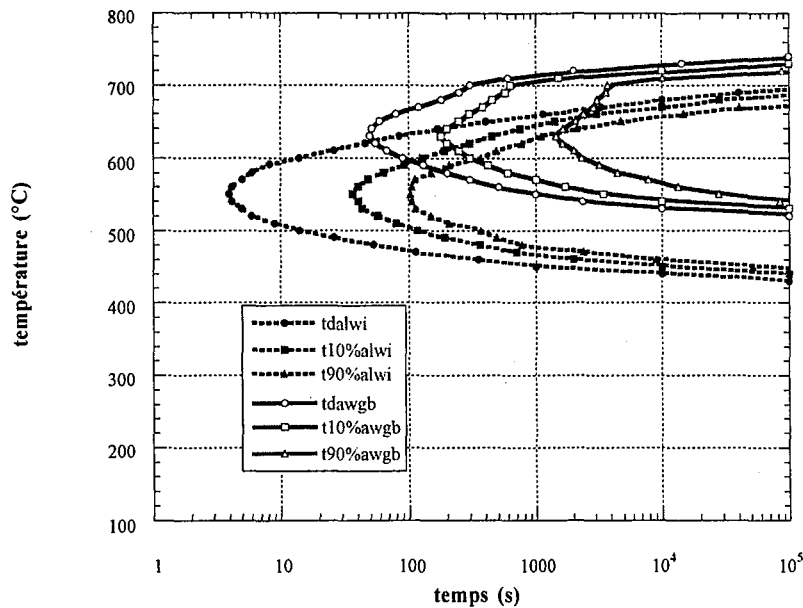


Figure IV.8 : Données cinétiques isothermes de l'alliage 10.2.3. (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Ces données ont été déterminées à partir des résultats expérimentaux obtenus au Laboratoire de Métallurgie du CNAM à Paris par S. Bein [4]. Elles ont été exploitées de la manière suivante :

- dans le domaine monocinétique de formation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), les données expérimentales globales issues des courbes TTT correspondent aux données d'entrée du modèle,
- dans le domaine bicinétique de formation simultanée des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , nous avons comparé les données expérimentales globales de S. Bein [4] aux données cinétiques isothermes de calcul de l'alliage β -Cez. Cette comparaison, réalisée sur un diagramme $T - T_{\beta} = f(t)$, a servi de support à l'extrapolation des données globales afin d'obtenir les deux jeux de données des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} ,
- nous n'avons pas pris en compte le troisième domaine de transformation.

IV.3.2 Validité des données d'entrée

La méthode utilisée pour l'obtention des données d'entrée, de même que l'incertitude sur les temps de début de transformation inhérente à cette méthode, peuvent limiter la validité des résultats des simulations numériques de transformations de phase sous conditions anisothermes. Avant d'effectuer toute simulation de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu, il est nécessaire de vérifier que les données cinétiques isothermes spécifiques à $(\alpha_{WGB} + \alpha_{GB})$ et α_{WI} sont bien représentatives de la cinétique isotherme expérimentale globale dans le domaine bicinétique.

Puis, pour quelques vitesses de refroidissement, nous réalisons une simulation de la transformation de phase et comparons les résultats calculés issus de ces simulations aux résultats expérimentaux. Cette confrontation nous a amené à modifier certaines données isothermes lorsque les décalages observés étaient significatifs. Nous avons donc effectué des essais expérimentaux isothermes supplémentaires validant ces décalages.

IV.3.2.1 Simulation sous conditions isothermes

La vérification des différentes séquences de progression de la transformation dans le cas d'une transformation bicinétique ne peut être réalisée que par la confrontation des résultats numériques avec les résultats expérimentaux. Nous avons effectué, à partir des données d'entrée de l'alliage β -Cez (jeu de donnée n°2), et à l'aide du logiciel de calcul de la cinétique de transformation de phase ("phase RC"), le calcul de la cinétique globale de transformation de phase à 700°C.

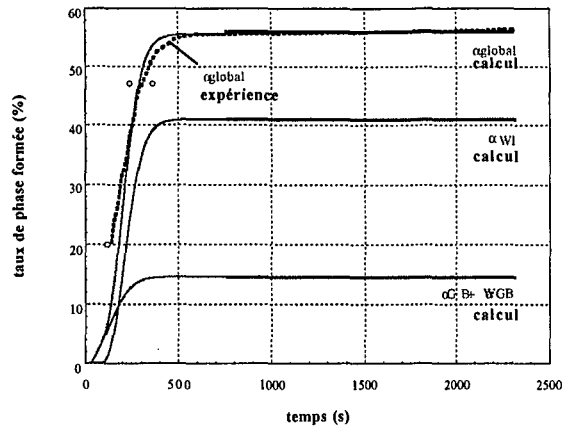


Figure IV.9 : Comparaison des cinétiques globales expérimentale et simulée de l'alliage β -Cez. (jeu de données n°2 : 3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Sur la figure IV.9, sont présentées les cinétiques isothermes obtenues par simulation numérique (à partir du jeu de donnée n°2) : il s'agit de la cinétique globale calculée et des cinétiques des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} . Sur cette figure, sont également reportées les variations du taux de phase α mesurées par diffraction RX sur des états partiellement ou complètement transformés. Cette figure montre que, pour toute la durée de la transformation, la cinétique globale calculée est représentative de la cinétique globale expérimentale à 700°C.

En outre, les microstructures obtenues à 700°C à l'issue d'un maintien jusqu'à la fin de la transformation (cf. Chapitre II) montrent que les proportions relatives de phase ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} prévues par le calcul sont en accord avec celles prévues par l'expérience. En effet, on observe sur ces microstructures une précipitation intragranulaire massive de phase α_{WI} à l'intérieur du grain, tandis que la contribution de la phase α_{WI} prévue par le calcul est largement prépondérante à l'issue d'un maintien isotherme à 700°C et représente les trois quarts du taux de phase α global.

Finalement, nous pouvons affirmer, que la corrélation entre les données expérimentales et les données cinétiques isothermes du modèle est assez bonne, que ce soit au niveau de l'évolution des cinétiques ou au niveau des taux finaux des phases formées.

IV.3.2.2 Simulation sous conditions anisothermes

Ce module est divisé en deux parties, l'une concernant l'incubation et l'autre la progression de la transformation. La validation des données d'entrée du calcul de transformation de phase s'est déroulée en plusieurs étapes :

- 1) le calcul été appliqué pour différentes vitesses de refroidissement, de manière à vérifier que les températures de début d'apparition sont en accord avec celles obtenues expérimentalement,
- 2) après avoir obtenu la concordance entre temps de début expérimentaux et temps de début calculés, le sous-module de croissance a été testé afin d'évaluer la qualité de la concordance obtenue entre expérience et calcul pour chaque transformation de phase, tant au niveau des taux finaux des différentes phases formées qu'au niveau des cinétiques de transformation de phases.

Incubation

La prévision de la période d'incubation, pour chacune des deux transformations envisagées par le calcul, s'effectue dans cette étude par la méthode de Scheil. Ce calcul nécessite la connaissance des temps de début de transformation isotherme en fonction de la température. A l'issue des premières simulations de refroidissement continu, réalisées à partir des données expérimentales isothermes, les températures calculées de début de précipitation au cours d'un refroidissement continu étaient bien trop basses par rapport aux températures expérimentales. Cela nous a conduit à remettre en cause les données expérimentales isothermes relatives aux temps de début de transformation.

La manière de déterminer ces temps de début de transformation, de même que l'incertitude associée à ces temps, inhérente à la méthode utilisée pour l'obtention des données d'entrée, constituent des limites à la méthode utilisée pour le calcul de l'incubation. Une des principales limites est liée essentiellement à la difficulté de déterminer sur les enregistrements expérimentaux des variations de ddp en fonction du temps (résistivimétrie), l'instant qui pourra être considéré comme étant le début de transformation de la première phase formée.

Pour les transformations de phase isothermes pouvant être suivies en continu par la mesure de la résistivité (entre 830 et 750°C), l'incertitude associée à une telle mesure est très grande. Le temps de début de transformation isotherme est par conséquent très souvent surestimé. Ainsi, dans la plupart des cas, les temps de début ont du être diminués jusqu'à la valeur correspondant à la limite inférieure du domaine d'incertitude associée à la mesure de

résistivité, afin que les temps de début de transformation au cours d'un refroidissement continu lent, soient correctement prédits par le modèle.

Pour des températures de transformation inférieures à 750°C, les résultats obtenus par résistivimétrie ne peuvent être utilisés : ces temps doivent être déterminés par diffraction RX. Nous avons pu, grâce à des maintiens isothermes de très courte durée (20, 30 et 60 s), estimer le temps de début de transformation isotherme t_d à 600°C : t_d est inférieur à 20s dans le cas de l'alliage β -Cez. et inférieur à 30s dans le cas de l'alliage 10.2.3.

Afin de tenir compte des éventuels décalages, observés à l'issue des premiers calculs, nous avons réalisé des calculs de transformation de phase en refroidissement continu pour trois vitesses de refroidissement, et comparé les temps de début de transformation t_d calculés avec les t_d expérimentaux. En premier lieu, une vitesse de refroidissement de 1°C/s a été choisie. Deux autres vitesses, à savoir 0,5°C/s et 600°C/h, ont ensuite été envisagées pour la poursuite de cette investigation, mais uniquement dans le cas d'une bonne adéquation entre expérience et simulation à 1°C/s. Le choix de la vitesse de 1°C/s s'explique par le fait qu'à partir de cette vitesse, l'accord entre l'expérience et la simulation était le moins satisfaisant, tant au niveau des différents taux de phases formées qu'au niveau des cinétiques anisothermes.

Progression de la transformation

Comme précédemment, nous avons vérifié que les résultats issus de la simulation numérique d'un refroidissement continu étaient en accord avec les résultats expérimentaux. Dans le cas d'une bonne adéquation entre expérience et simulation à 1°C/s, les vitesses de refroidissement suivantes ont été testées : 0,5°C/s et 600°C/h. Pour chacune des trois vitesses étudiées, les paramètres suivants ont été à chaque fois vérifiés :

- i) le taux de phase global en fin de refroidissement : la vérification se fait par confrontation des résultats de simulation avec les taux de phase globaux mesurés par RX,
- ii) le taux de phase global atteint à 650°C puis 600°C pour une vitesse testée de 1°C/s (pour les deux autres vitesses testées, les taux globaux atteints à 600°C et 650°C sont également contrôlés) : la vérification se fait par confrontation des résultats de simulation avec les taux de phase évalués par dosage RX (le cas échéant),
- iii) les taux relatifs des différentes phases en présence : la vérification se fait par confrontation des résultats de simulation avec les microstructures expérimentales.

Pour obtenir une bonne adéquation entre les résultats expérimentaux et ceux issus des simulations numériques, nous avons été amenés à décaler vers des temps plus courts, non pas uniquement les temps de début, mais aussi l'ensemble de la transformation, c'est à dire les temps t_{10_i} et t_{90_i} caractéristiques de la cinétique isotherme de chaque constituant i . Nous procédons de la manière suivante après prédiction d'un temps de début td correct pour les trois vitesses de refroidissement testées :

- les temps correspondant à 10 et 90% de transformation sont égaux aux temps expérimentaux correspondants dans les domaines monocinétiques,
- dans le domaine bicinétique, une bonne précision des taux calculés de chaque phase, au cours d'une transformation isotherme, est un "premier critère" d'ajustement des temps t_{10} , et t_{90} . Une bonne prévision de la cinétique globale isotherme constitue un deuxième critère de validité des données d'entrée. Etant donné que les temps correspondant à 90% de transformation sont fonction de td , t_{10} et de n , nous avons été amené à modifier uniquement la valeur des temps t_{10} car n est constant (après avoir déterminé la valeur des td).

Comme il existe peu de données expérimentales issues des résultats obtenus par diffraction RX, nous avons également utilisé les diagrammes TTT obtenus par résistivimétrie de la manière suivante : en décalant les courbes de variations de ddp vers des temps plus faibles, tout en se basant sur les mesures de variations des taux de phase α obtenues par diffraction RX.

IV.4 Conclusion partielle

Nous avons présenté dans ce chapitre une description détaillée du modèle de calcul de la cinétique de transformation de phase et de ses hypothèses, ainsi que la détermination des données d'entrée. Ce chapitre montre, qu'à partir de l'exploitation des cinétiques isothermes expérimentales, il est possible de déterminer les données cinétiques isothermes nécessaires pour le calcul de la transformation de phase au cours d'un refroidissement continu.

Cependant, les premières confrontations des cinétiques anisothermes calculées avec les cinétiques expérimentales ont mis en évidence la nécessité de compléter et d'exploiter davantage les résultats expérimentaux (analyse des cinétiques isothermes par diffraction des RX et confrontation de ces cinétiques aux variations de résistivité électrique), afin d'obtenir, après calcul en refroidissement continu, des résultats plus proches des résultats expérimentaux. Les données d'entrée ont donc été complétées puis affinées, de manière à obtenir une bonne corrélation entre l'expérience et le calcul pour les trois vitesses de refroidissement choisies (1°C/s , $0,5^{\circ}\text{C/s}$ et 600°C/h).

V. CINÉTIQUE DE TRANSFORMATION DE PHASE SOUS CONDITIONS ANISOTHERMES

Dans ce chapitre, nous présentons les différents résultats issus des simulations numériques réalisées. Le calcul de la cinétique de transformation de phase ($\beta \rightarrow \alpha$) a été appliqué aux deux alliages abordés dans ce travail : le β -Cez et 10.2.3. Les résultats sont issus des différentes simulations de transformations se produisant au cours de refroidissements continus. Ils sont ensuite confrontés à un ensemble de résultats expérimentaux obtenus pour des transformations anisothermes sans déformation. Enfin, l'analyse critique détaillée du module de calcul décrivant l'évolution de l'avancement de la transformation est développée à partir de l'ensemble des exemples traités.

V.1 Simulation de la cinétique de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu

Le calcul des cinétiques de transformation de phase anisotherme ($\beta \rightarrow \alpha$) a été réalisé pour différentes vitesses de refroidissement. Les résultats du calcul permettent de connaître à chaque instant du calcul les différents taux de phase formée pour chaque type de transformation, ainsi que les pourcentages globaux de phase α . Avant de présenter les résultats numériques issus des différentes simulations réalisées, nous décrivons de manière détaillée les types de résultats obtenus au cours de ces simulations :

- i) les cinétiques anisothermes de transformation de phase,
- ii) les taux des différentes phases formées,
- iii) les diagrammes température-refroidissement-continu (diagrammes TRC).

i) Cinétiques anisothermes de transformation de phase

Les évolutions au cours du temps des taux de phase de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , ainsi que celles des taux globaux, sont présentées sur la figure V.1 pour une vitesse de refroidissement de 600°C/h. Sur cette figure, sont reportés les paramètres que nous allons décrire par la suite :

- les "domaines de température" de début de transformation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} ,
- les "domaines de température" (notés T_e), à partir desquels l'évolution du taux global de phase α rejoint la courbe d'équilibre,
- les températures de fin de transformation.

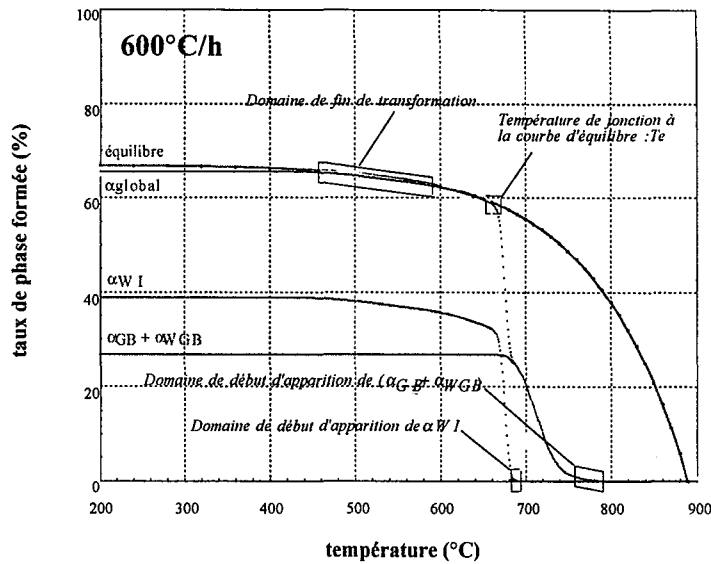


Figure V.1 : Evolutions au cours du temps des taux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} et du taux global de phase α pour une vitesse de refroidissement de 600°C/h (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

- *Domaine de température de début de transformation*

En ce qui concerne les températures de début d'apparition de chacune des phases, deux températures sont données pour chaque vitesse de refroidissement et chaque phase, délimitant ainsi un *domaine de début d'apparition* :

- o la première température citée est la *limite supérieure* de ce domaine : elle correspond à la température pour laquelle la somme de Scheil de la phase concernée devient égale à un,

- o la deuxième température, est la *limite inférieure* de ce domaine et correspond à la température atteinte lorsque 1% (en absolu) de la phase concernée s'est formée, qui est une valeur plus proche de celle pouvant être déterminée expérimentalement.

- *Températures T_e de jonction à la courbe d'équilibre*

Les "températures T_e de jonction à la courbe d'équilibre" correspondent aux températures à partir desquelles la courbe d'évolution du taux global de phase α rejoint la courbe d'équilibre. Ces températures seront ensuite comparées aux températures dites de début de croissance compétitive [4].

• *Domaines de température de fin de transformation*

Nous définissons à nouveau un domaine de température de fin de transformation, plutôt qu'une température de fin de transformation. Ce *domaine de fin de transformation* représente l'arrêt de l'avancement de la transformation, mais non la réalisation complète de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$. Ce domaine correspond à la plage de température comprise entre la température atteinte lorsque le degré d'avancement de la transformation atteint 95%, soit la température limite supérieure du domaine, et celle atteinte lorsque 99% du taux final global se sont formés, soit la température limite inférieure du domaine.

Dans le cas de vitesses élevées, la transformation n'est pas complète car un processus de refroidissement trop rapide ne permet pas une transformation "complète" de la phase β ; le taux final n'est pas égal au taux maximal de phase α pouvant être formée. Par conséquent la comparaison des domaines de fin de transformation calculés avec les températures de fin de transformation expérimentales est à analyser avec beaucoup de précautions.

ii) Taux des différentes phases formées

Nous étudions également l'influence de la vitesse de refroidissement sur les pourcentages finaux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , ainsi que les taux de phase calculés à la température T_e . Les pourcentages finaux sont les pourcentages atteints à 200°C pour l'alliage β -Cez, et ceux atteints à 100°C pour l'alliage 10.2.3.

iii) Diagrammes TRC

Nous avons donc déterminé, à partir de l'ensemble des résultats de simulation numérique, les différents domaines de précipitation des phases en présence. Afin de faciliter la description des résultats issus du calcul, ceux-ci sont également traduits sous forme d'un diagramme TRC simulé sur lequel sont représentés, pour chaque vitesse de refroidissement testée, les domaines de température de début de transformation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , les domaines de température T_e ainsi que les domaines de température de fin de transformation. Ces diagrammes TRC obtenus par simulation numérique seront ensuite confrontés aux diagrammes TRC expérimentaux de l'alliage étudié .

V.1.1 Alliage β -Cez

La simulation du refroidissement continu a tout d'abord été appliquée à l'alliage β -cez. Dans un premier temps, le calcul a été réalisé à partir d'un jeu de données ne tenant pas compte du troisième domaine de transformation (jeu de données n°1). Dans un deuxième temps, le refroidissement continu a été simulé à partir de données prenant en compte ce troisième domaine (jeu de données n°2), ce domaine étant assimilé à une extension du domaine de formation de la phase α_{WI} .

Nous présentons dans ce chapitre uniquement les résultats de simulation obtenus à partir du jeu de données n°2. Les résultats correspondant au cas du troisième domaine de transformation non pris en compte (jeu de données n°1) sont présentés en Annexe V.

V.1.1.1 Cinétiques anisothermes simulées

Les évolutions au cours du temps du taux de phase α global sont présentées sur la figure V.2 pour l'ensemble des vitesses de refroidissement testées. Sur cette figure, nous avons également reporté l'évolution du taux maximal de phase α pouvant être formé à l'équilibre ("courbe dite d'équilibre" d'après [3]). Pour une température et une vitesse de refroidissement données, l'écart existant entre la cinétique anisotherme et la courbe d'équilibre traduit la force motrice de la transformation encore disponible pour la transformation.

Puis, nous étudions de manière détaillée, pour trois vitesses de refroidissement (1°C/s , 600°C/h et 150°C/h), l'influence de la vitesse de refroidissement sur les cinétiques des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} . Ces cinétiques sont présentées sur la figure V.3. Si nous considérons la cinétique globale de transformation, nous pouvons mettre en évidence les trois points suivants :

- lorsque la vitesse de refroidissement diminue, la température de début de transformation augmente, ceci étant illustré sur la figure V.2 : en effet, elle varie de 840°C pour une vitesse de 75°C/h à 790°C et 720°C pour des vitesses de refroidissement respectivement égales à 600°C/h et 2°C/s , le sens de variation de ces températures d'apparition étant celui attendu ;
- pour des vitesses de refroidissement comprises entre 2°C/s et 300°C/h , un changement de pente significatif est observé vers 640°C pour une vitesse de 2°C/s et vers 680°C pour une vitesse de 300°C/h . Ce changement de pente, correspondant à une accélération de la cinétique de transformation, est significatif de l'apparition de la phase α_{WI} ;

- pour des vitesses de refroidissement inférieures ou égales à $0,5^{\circ}\text{C/s}$, les cinétiques globales de transformation rejoignent la courbe d'équilibre. Ces cinétiques ralentissent à partir de la jonction à la courbe d'équilibre, et le taux de phase α augmente ensuite lentement en suivant la variation du taux de phase α à l'équilibre. Par conséquent, le taux global de transformation atteint à 200°C est voisin du taux maximal de phase α pouvant être formé, c'est à dire 65% à 66%.

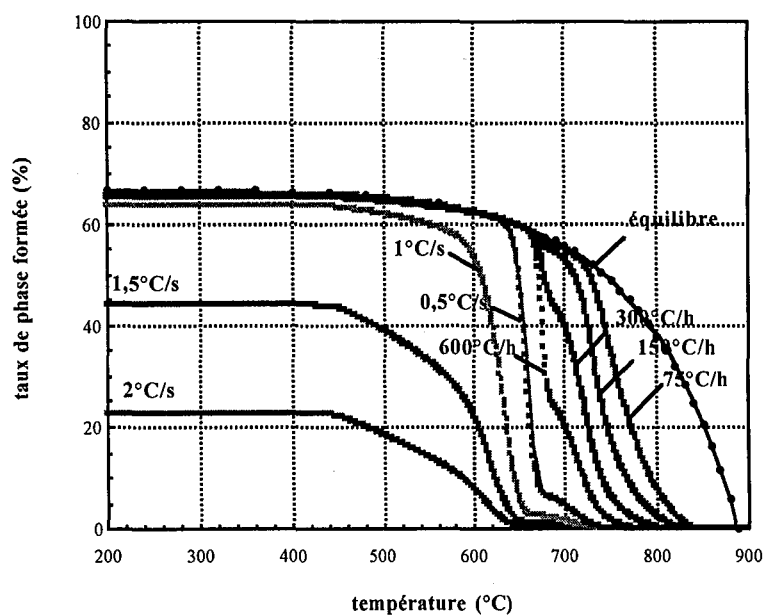


Figure V.2 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Si nous considérons les vitesses de refroidissement faibles, c'est-à-dire inférieures à 30°C/h , la presque totalité de la phase α formée est constituée par $(\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}})$, et elle se forme entre 860 et 680°C . Pour ces vitesses de refroidissement, la phase α_{WI} commence à apparaître vers 710 - 720°C . L'essentiel de la précipitation de la phase α_{WI} a lieu entre 680 et 480°C , mais la quantité de phase α_{WI} formée reste faible. Par exemple, pour un refroidissement de 75°C/h , le taux final global de phase α_{WI} formée est de 9% si le troisième domaine de transformation est pris en compte et de 6,3% dans le cas contraire (cf. Annexe V.) : 6,3% de phase α_{WI} se forme entre 700 et 590°C et les 2,7% restants, caractéristiques de la prise en compte du troisième domaine de transformation, se sont formés entre 590° et 490°C . En outre, la cinétique globale rejoint la courbe d'équilibre à des températures de l'ordre de 660°C , quand la précipitation de la phase α_{WI} commence à apparaître. Le taux de phase α formé à ces températures de jonction est voisin de 55%. Par

conséquent, la cinétique globale est rapide entre 860 et 660°C et correspond à la formation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) : 85% de phase α pouvant se former, précipitent dans cet intervalle de température. La cinétique globale est considérablement ralentie lorsqu'elle rejoint la courbe d'équilibre.

Lorsque la vitesse de refroidissement est égale à 150°C/h (Figures V.2 et V.3), le domaine de précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) devient plus étroit à cause de la diminution de la température de début de transformation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), la "limite inférieure" du domaine restant égale à 680°C. En effet, 99% de la transformation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) se passe entre 841°C et 680°C pour une vitesse de refroidissement de 75°C/h, et entre 829 et 680°C pour une vitesse de refroidissement de 150°C/h, la fin de précipitation de ces phases se situant vers 670°C (cf. figure V.3). En ce qui concerne le domaine de précipitation de la phase α_{WI} , la figure V.3 montre que cette précipitation apparaît vers 680°C pour une vitesse de 150°C/h et la cinétique ralentit très rapidement lorsque la température diminue. L'apparition de cette phase se traduit par un point d'inflexion sur la courbe d'évolution du taux de phase global en fonction de la température. La cinétique globale rejoint la courbe d'équilibre vers 650°C et le taux de phase α global formé à cette température est de l'ordre de 60%. Enfin, la contribution de la phase α_{WI} au taux de phase global est de l'ordre de 15% lorsque le troisième domaine de transformation est pris en compte, et légèrement inférieur à 12% dans le cas contraire.

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 300°C/h et 0,5°C/s, les domaines de précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} se chevauchent davantage que pour les vitesses inférieures. De plus, l'étendue de chacun de ces domaines diminue quand la vitesse de refroidissement augmente. Ceci est illustré pour la vitesse de 600°C/h. En effet, le domaine de précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est compris entre 760°C et 690°C pour une vitesse de 600°C/h (figure V.3). La limite inférieure de ce domaine s'est déplacée de 10°C seulement vers des températures plus élevées. Par contre, l'étendue de ce domaine a diminué de manière significative. Lorsque la phase α_{WI} peut commencer à précipiter (à partir de 690°C), la quantité de phase α déjà formée est beaucoup plus faible que précédemment, ce qui permet une formation plus importante et plus rapide de phase α_{WI} alors que le taux de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) varie peu.

Pour des vitesses de refroidissement supérieures ou égales à 1°C/s, l'étendue du domaine de précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) augmente quand la vitesse de refroidissement augmente jusqu'à disparition du domaine. Pour un refroidissement continu de 1°C/s (Figures V.2 et V.3), 94% du taux final de la phase α_{WI} se sont formés entre 660°C et 540°C. Si la vitesse de refroidissement est de 3°C/s, l'essentiel de la transformation a lieu entre 640°C et 450°C.

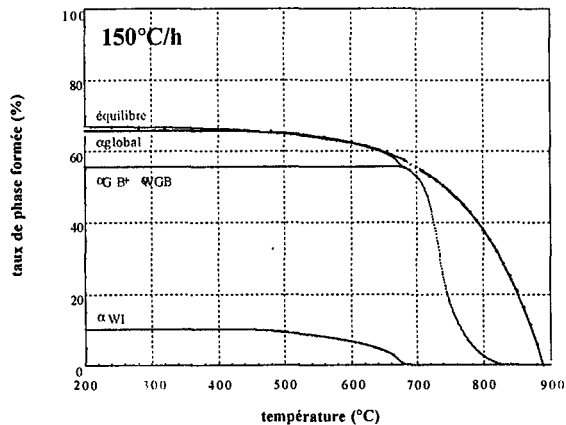
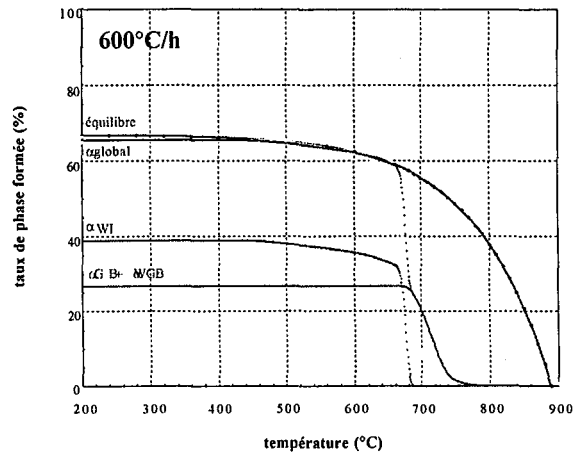
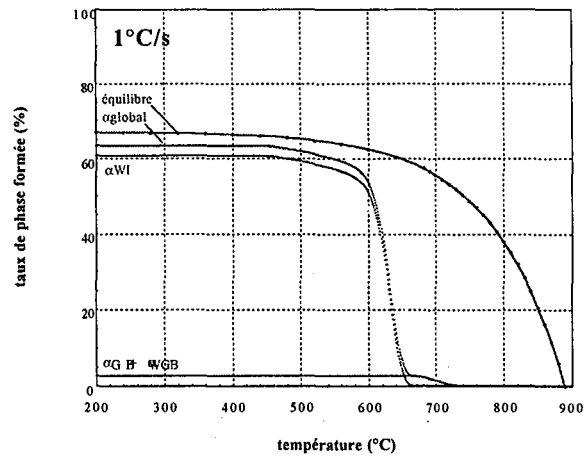


Figure V.3 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α et les cinétiques des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

V.1.1.2 Taux des différentes phases formées à 200°C

Les variations en fonction de la vitesse de refroidissement utilisée du taux global de phase α et des taux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , sont présentées sur la figure V.4.

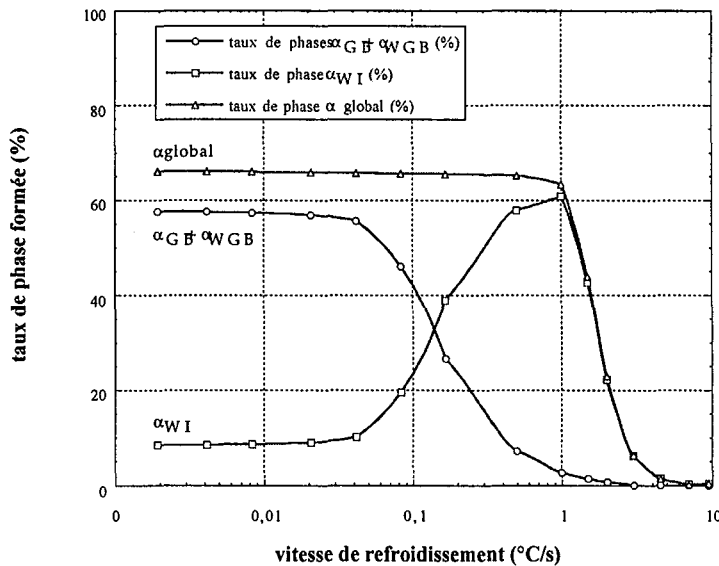


Figure V.4 : Evolutions en fonction de la vitesse de refroidissement des taux finaux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} et du taux final global de phase α (3ème domaine de transformation pris en compte).

• Taux de phase α global

Quel que soit le jeu de données utilisé, la diminution de la vitesse de refroidissement conduit à une augmentation du taux global de phase α calculé et de la contribution relative du taux de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) au taux global.

Pour des vitesses supérieures à 9,5°C/s, le taux global de phase α calculé est égal à 0. Entre 9,5°C/s et 4,5°C/s, ce taux augmente très peu, d'à peine plus de 1%. Il augmente de manière sensible à partir de 4,5°C/s jusqu'à 1°C/s, et atteint 63% lorsque la vitesse de refroidissement est égale à 1°C/s. Lorsque celle-ci est inférieure à 1°C/s, le taux global de phase α est proche du taux global de phase α à l'équilibre (67%).

Les taux globaux de phase α sont plus élevés lorsque le troisième domaine de transformation de précipitation est pris en compte (cf. Annexe V). En effet, pour des vitesses de refroidissement faibles, la poursuite de la transformation à des températures inférieures à 600°C, lorsque le troisième domaine est pris en compte, conduit à des taux de phase α plus

élevés d'environ 3% par rapport à ceux obtenus dans le cas où le troisième domaine n'est pas pris en compte. Les différences les plus significatives entre les taux de phase α calculés à partir des deux jeux de données se situent entre 3°C/s et 1,5°C/s : pour une vitesse de refroidissement de 3°C/s, il y a déjà 6% d'écart, et cet écart s'élève à 17% lorsque la vitesse diminue jusqu'à 1,5°C/s. Pour des vitesses de refroidissement très élevées, c'est à dire supérieures à 4,5°C/s, les taux globaux sont très faibles (inférieurs à 2%) et ne diffèrent donc que de 1% au plus.

o Taux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$)

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 9,5°C/s et 4,5°C/s, le taux de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), calculé en fin de refroidissement continu est nul. Il est très faible pour des vitesses comprises 4,5 et 1°C/s (inférieur à 3% pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s). Une augmentation significative est observée pour ces phases à partir de 0,5°C/s jusqu'à 150°C/h. La contribution des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) au taux de phase α global, est de l'ordre de 11% pour une vitesse de refroidissement de 0,5°C/s et augmente ensuite progressivement. A partir d'une vitesse de refroidissement de 300°C/h, le taux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) devient supérieur au taux de phase α_{WI} et la contribution de ces phases au taux global de phase α devient majoritaire et représente 61% à 85% du taux de phase α global lorsque la vitesse varie de 300 à 150°C/h. Pour des vitesses de refroidissement inférieures 150°C/h, le taux de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est sensiblement constant ; il représente 86% du taux de phase α total (58% en valeur absolu) à l'issue du refroidissement simulé de 7°C/h.

o Taux de phase α_{WI}

Les variations du taux de phase α_{WI} en fonction de la vitesse de refroidissement ont une allure très différente de celles des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$). La contribution de la phase α_{WI} au taux global de phase α est essentielle pour des vitesses de refroidissement comprises entre 9,5°C/s et 1°C/s. Entre 9,5°C/s et 4,5°C/s, le taux de phase α_{WI} est égal au taux de phase α global ; il est très faible, légèrement supérieur à 1%, lorsque la vitesse de refroidissement est égale à 4,5°C/s.

On observe une nette augmentation du taux de phase α_{WI} à partir de 4,5°C/s : le taux de phase α_{WI} varie de 1% à 61% entre 4,5°C/s et 1°C/s. La contribution de la phase α_{WI} au taux de phase α global est cependant constante et est égale ou proche de 100% car il n'y a pas ou pratiquement pas de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) formées.

Lorsque la vitesse de refroidissement diminue et est comprise entre 1°C/s et 0,5°C/s, le taux de phase α_{WI} a atteint sa valeur maximale. Cependant, lorsque l'on compare les deux vitesses de refroidissement (1°C/s et 0,5°C/s), la contribution relative de la phase α_{WI} au

taux de phase α global commence car il y a formation croissante de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) lorsque la vitesse de refroidissement diminue : pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s , cette contribution est égale à 96%, tandis que pour une vitesse de refroidissement de $0,5^\circ\text{C/s}$, elle est égale à 89%.

Le taux de phase α_{WI} subit une diminution significative et constante à partir de $0,5^\circ\text{C/s}$ jusqu'à 150°C/h . Le taux de phase α_{WI} représente 89% du taux de phase α global pour une vitesse de refroidissement de $0,5^\circ\text{C/s}$, et il diminue ensuite progressivement pour atteindre 39% à 400°C/h . Pour des vitesses de refroidissement inférieures à 150°C/h , le taux de phase α_{WI} ne subit pratiquement plus de modifications : il atteint 8% à l'issue d'un refroidissement simulé de 7°C/h .

V.1.1.3 Diagrammes TRC

Les variations en fonction de la vitesse de refroidissement utilisée, des domaines de début et fin d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , et celles de la température T_e , ont permis le tracé du diagramme TRC simulé. Ce diagramme est présenté sur la figure V.5.

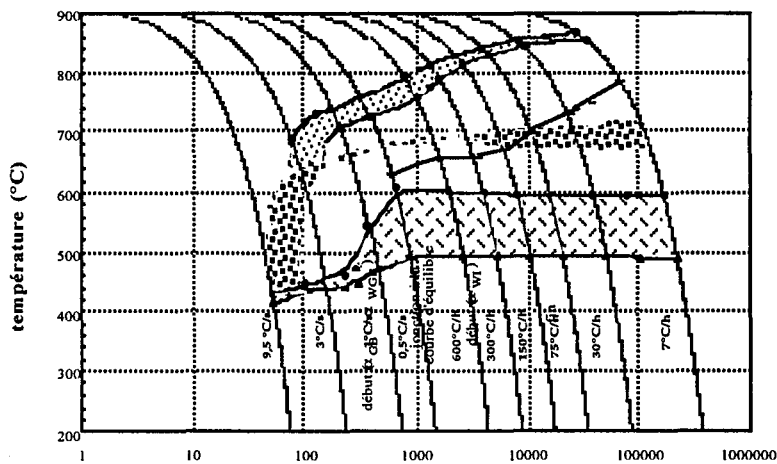


Figure V.5 : Diagramme TRC de l'alliage β -Cez obtenu par simulation numérique (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

o Domaines de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$)

Les résultats du calcul montrent qu'il n'y a pas de transformation possible pour des vitesses de refroidissement supérieures à 10°C/s. La diminution de la vitesse de refroidissement conduit à un déplacement et un rétrécissement sensible des domaines de température de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) vers les températures élevées. Pour des vitesses de refroidissement supérieures ou égales à 3°C/s, la limite inférieure du domaine de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est représentée par un segment de droite verticale, car le pourcentage final est inférieur à 1%.

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 1,5°C/s et 400°C/h, l'intervalle de température dans lequel se forme 1% de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est sensiblement constant et varie entre 30 et 40°C : pour une vitesse de 400°C/h, le domaine de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est compris entre 818 et 788°C, tandis que pour une vitesse de 1,5°C/s, 1% de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) se forme entre 728 et 685°C. Cet intervalle se rétrécit considérablement à partir de 400°C/h.

Pour une vitesse de 150°C/h, il devient deux fois plus petit que le précédent intervalle et, pour une vitesse de 30°C/h, quatre fois plus petit : le domaine de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est compris entre 829 et 814°C pour une vitesse de 150°C/h, et entre 854 et 845°C pour une vitesse de 30°C/h. A partir 15°C/h, on observe un léger élargissement de cet intervalle, qui s'explique aisément par le fait que la cinétique globale de précipitation simulée est excessivement lente à ces vitesses de refroidissement : le domaine de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est compris entre 867 et 853°C.

o Domaines de début d'apparition des phases α_{WI}

Le domaine d'apparition de la phase α_{WI} en fonction de la vitesse de refroidissement est très dépendant de la prise en compte ou non du troisième domaine de transformation, et plus particulièrement pour les vitesses de refroidissement supérieures à 9,5°C/s. Les résultats du calcul montrent que, le domaine de début d'apparition de la phase α_{WI} ne se déplace en se rétrécissant vers les hautes températures que pour des vitesses de refroidissement comprises entre 9,5°C/s et 600°C/h.

Si la vitesse de refroidissement est égale à 9,5°C/s, la formation de phase α est essentiellement liée à l'existence du troisième domaine de transformation, puisque la transformation n'est pas possible si celui-ci n'est pas pris en compte (cf. Annexe V). Pour des vitesses supérieures ou égales à 9,5°C/s, la limite inférieure du domaine de début d'apparition de la phase α_{WI} est représentée par une droite verticale car le taux final de phase α_{WI} formée est inférieur à 1%.

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 3°C/s et 0,5°C/s, l'intervalle de température dans lequel se forme 1% de phases α_{WI} diminue considérablement avec la vitesse de refroidissement pour atteindre 1/6 de sa valeur à 3°C/s : pour une vitesse de 3°C/s, le domaine de début d'apparition de la phase α_{WI} est compris entre 644 et 601°C, tandis que pour une vitesse de 0,5°C/s, 1% de phase α_{WI} se forme entre 679 et 672°C. Cet intervalle s'élargit ensuite de manière sensible pour atteindre une valeur constante d'environ 50°C à partir d'une vitesse de refroidissement de 30°C/h :

- la limite supérieure de ce domaine (limite correspondant à l'ensemble des températures atteintes lorsque la somme de Scheil devient égale à un) augmente très légèrement de 700°C à 721°C lorsque la vitesse de refroidissement varie de 600°C/h à 7°C/h. Ceci est attendu compte tenu du modèle mathématique ;
- par contre, la limite inférieure reste constante à 683°C lorsque la vitesse de refroidissement varie de 600°C/h à 300°C/h, et diminue ensuite de manière sensible avec la vitesse de refroidissement pour atteindre une valeur constante de 667°C à partir de 30°C/h. Ceci est significatif de la cinétique d'avancement très lente de cette phase, due au faible taux de phase α pouvant encore être formée lorsqu'il y a apparition de la phase α_{WI} .

o Température de jonction à la courbe d'équilibre

La diminution de la vitesse de refroidissement conduit à une augmentation de la température T_e lorsque la jonction à l'équilibre existe, c'est à dire pour des vitesses inférieures à 0,5°C/s. Pour les vitesses supérieures ou égales à 1°C/s, le taux global de phase α formée étant très inférieur au taux maximal de phase α pouvant être formée, la courbe d'équilibre n'est jamais atteinte. Pour une vitesse de refroidissement de 0,5°C/s, la température T_e est de l'ordre de 620°C, et correspond à 94% d'avancement de la transformation. La température T_e augmente de 35°C lorsque la vitesse de refroidissement diminue de 0,5°C/s à 600°C/h. Lorsque la vitesse de refroidissement varie de 600°C/h à 150°C/h, la température T_e reste quasiment stationnaire à 655°C. La température T_e augmente ensuite très sensiblement et atteint 780°C pour une vitesse de refroidissement de 7°C/h.

o Domaines de fin de transformation

La diminution de la vitesse de refroidissement conduit à un déplacement des domaines de fin de transformation vers des températures plus élevées, ainsi qu'à un élargissement important de ces mêmes domaines. Lorsque les vitesses de refroidissement varient de 9,5°C/s à 1,5°C/s, le domaine de fin de transformation se décale d'environ 40°C vers des températures plus

élevées ; l'intervalle de température délimitant ce domaine varie de 13°C à 22°C. Le domaine de fin de transformation est compris entre 428 et 415°C pour une vitesse de 9,5°C/s, et entre 472 et 450°C pour une vitesse de 1,5°C/s. Un élargissement significatif d'une centaine de degrés vers des températures plus élevées est ensuite observé pour des vitesses de refroidissement comprises entre 1,5°C/s et 0,5°C/s ; cet élargissement va de pair avec un décalage significatif de 130°C de la limite supérieure de ce domaine alors que la limite inférieure ne se décale que de 40°C.

Pour des vitesses de refroidissement inférieures à 600°C/h, le domaine de fin de transformation ne subit pratiquement aucune modification, à part un très faible rétrécissement de quelques degrés, s'expliquant par une diminution identique de la valeur prise par la limite inférieure ; l'étendue moyenne de ce domaine se situe aux environs d'une centaine de degrés : il est compris entre 600 et 490°C pour des vitesses inférieures à 600°C/h. Pour de tels refroidissements, l'étendue moyenne du domaine de fin de transformation dépend du jeu de données utilisé. En effet, elle est d'environ 100°C dans le cas d'une simulation à partir du deuxième jeu de données, alors qu'elle n'est que de 50°C dans le cas d'une simulation à partir du premier jeu de données (cf. Annexe V). Ceci s'explique aisément par le fait que pour le premier jeu de données il n'y a plus de transformation possible en dessous de 550°C, alors que pour le deuxième jeu de données, celle-ci se poursuit bien au-dessous de 500°C.

V.1.2 Alliage 10.2.3

Les cinétiques de transformation au cours de refroidissements continus ont également été calculées pour l'alliage 10-2-3. L'ensemble des calculs a été réalisé à partir d'un jeu de données ne tenant pas compte du troisième domaine de transformation. Les vitesses de refroidissement testées sont les mêmes que celles utilisées pour l'alliage β -Cez.

V.1.2.1 Cinétiques anisothermes calculées

Les évolutions, en fonction de la température, du taux de phase α global sont présentées sur la figure V.6 pour l'ensemble des vitesses de refroidissement testées. De même que pour l'alliage β -Cez, nous avons également porté sur cette figure l'évolution du taux maximal α de phase pouvant être formé à l'équilibre [4] en fonction de la température.

De plus, nous avons également étudié, pour trois vitesses de refroidissement (1°C/s, 600°C/h et 150°C/h) l'influence de la vitesse de refroidissement sur les cinétiques des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} . Ces cinétiques sont présentées sur la figure V.7.

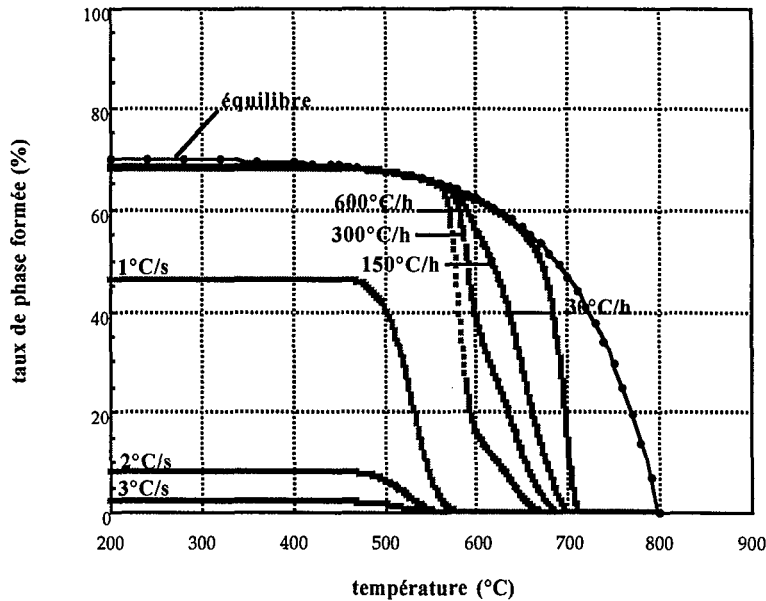


Figure V.6 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α dans le cas des simulations numériques appliquées à l'alliage 10.2.3.

De même que pour l'alliage β -Cez, la figure V.6 montre que lorsque la vitesse de refroidissement augmente, la température de début de précipitation de la phase α diminue. Au cours de la transformation, un changement de pente est également observé pour des vitesses de refroidissement de 600°C/h et 300°C/h, changement correspondant à l'apparition de la phase α_{WI} . Enfin, pour des vitesses de refroidissement supérieures ou égales à 1°C/s, le taux de phase α final est très inférieur au taux maximal de phase α pouvant être formé.

Si nous analysons l'évolution des taux des phases pour différentes vitesses de refroidissement, nous pouvons en dégager les points suivants :

- Pour des vitesses de refroidissement très faibles, c'est-à-dire inférieures à 30°C/h, la presque totalité des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), c'est à dire 99% du taux final de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), se forme entre 720 et 600°C. La fin de précipitation de ces phases se situe à 580°C. La phase α_{WI} commence à apparaître vers 660°C, mais sa contribution reste très faible jusqu'à 600°C, l'essentiel de la précipitation de la phase α_{WI} ayant lieu entre 600 et 480°C.

Pour ces vitesses, la contribution de la phase α_{WI} au taux de phase global est faible (8%), et l'essentiel de la transformation, de type cellulaire, se passe entre 720°C et 600°C. En outre, la cinétique globale rejoint la courbe d'équilibre vers 660°C environ, température pour laquelle le taux de phase α global formé à cette température est de l'ordre de 50% de transformation. A cette température, la phase α_{WI} n'est pas encore apparue ;

- Lorsque la vitesse de refroidissement augmente jusqu'à 150°C/h, la température de début de précipitation diminue légèrement. Pour ces vitesses de refroidissement (comprises entre 30°C/h et 150°C/h), il y a essentiellement formation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$). Ainsi, pour une vitesse de refroidissement de 150°C/h, seules les phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) se forment entre 700 et 620°C. La phase α_{WI} n'apparaît à partir de 630°C et sa contribution augmente entre 620 et 500°C, tandis que l'augmentation du taux de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) devient faible, voire nulle.

Pour ces vitesses de refroidissement, la cinétique globale rejoint la courbe d'équilibre à des températures vers 564°C lorsque la vitesse est égale à 150°C/h, température pour laquelle le taux de phase α global formé est de l'ordre de 65%. A cette température, le ralentissement de la cinétique globale commence plus tardivement que dans le cas de refroidissements plus lents, car le degré d'avancement de la transformation est de 95% lors de la jonction à la courbe d'équilibre ;

- Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 300°C/h et 0,5°C/s, les domaines de précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} se chevauchent davantage que pour les vitesses inférieures. Pour une vitesse de refroidissement de 300°C/h, 27,6 % (en absolu) de phase α précipite entre 689°C et 620°C et correspond à 27,3 % de phase ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et 0,3 % de phase α_{WI} . La fin de la précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) se situe à 580°C avec 34 % de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) formées. La phase α_{WI} commence à apparaître vers 640°C et sa contribution n'évolue sensiblement qu'à partir de 620°C. L'essentiel de la précipitation de la phase α_{WI} a lieu entre 620°C, température à laquelle on observe un net changement de pente de la cinétique globale de transformation ;

- Pour une vitesse de refroidissement de 600°C/h, le domaine de température de précipitation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) se déplace de 10°C environ vers des températures plus basses mais l'étendue de ce domaine ne subit pas de modification. De même que pour une vitesse de 300°C/h, un taux de 15% de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) s'est formé entre 674°C et 610°C, et la transformation se poursuit plus faiblement entre 610 et 580°C. La précipitation de la phase α_{WI} a essentiellement lieu entre 610 et 560°C.

Pour de telles vitesses de refroidissement (entre 300°C/h et 600°C/h), la cinétique globale rejoint la courbe d'équilibre à des températures comprises entre 557°C et 549°C, températures pour lesquelles le taux de phase α global formé à ces températures de jonction est de l'ordre de 65-66%. Ces températures sont à peine inférieures à celles rencontrées pour des vitesses comprises entre 30°C/h et 150°C/h ;

- La vitesse de refroidissement de 0,5°C/s constitue une vitesse "charnière". Au-delà de cette vitesse, le taux global final de phase α formée n'est plus maximal et la cinétique globale de transformation ne rejoint plus la courbe d'équilibre. Pour des vitesses de refroidissement supérieures ou égales à 1°C/s, il n'y a plus formation de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$). La presque totalité de la phase α_{WI} précipite entre 600 et 480°C.

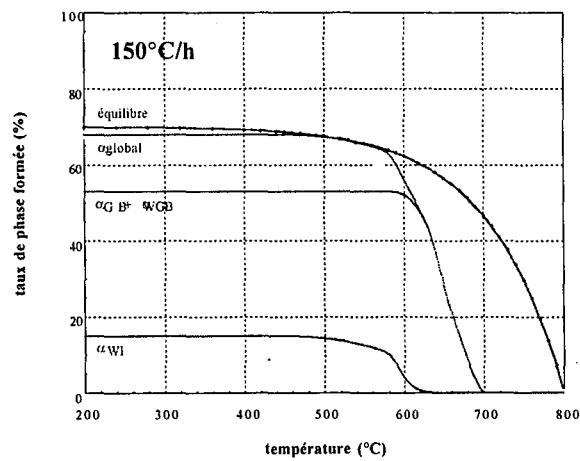
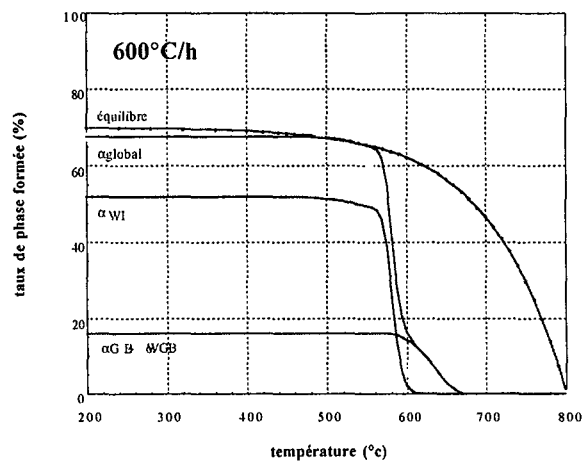
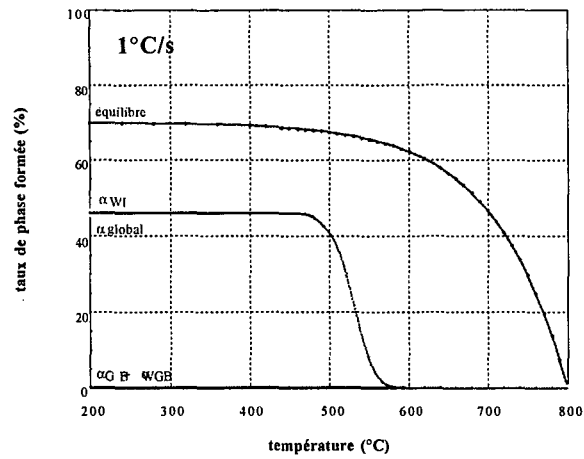


Figure V.7 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α et les cinétiques des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

V.1.2.2 Taux des différentes phases formées

Les variations du taux global final de phase α et des taux finaux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} en fonction de la vitesse de refroidissement utilisée sont présentées sur la figure V.8. Ces taux ont été calculés à la température de 100°C.

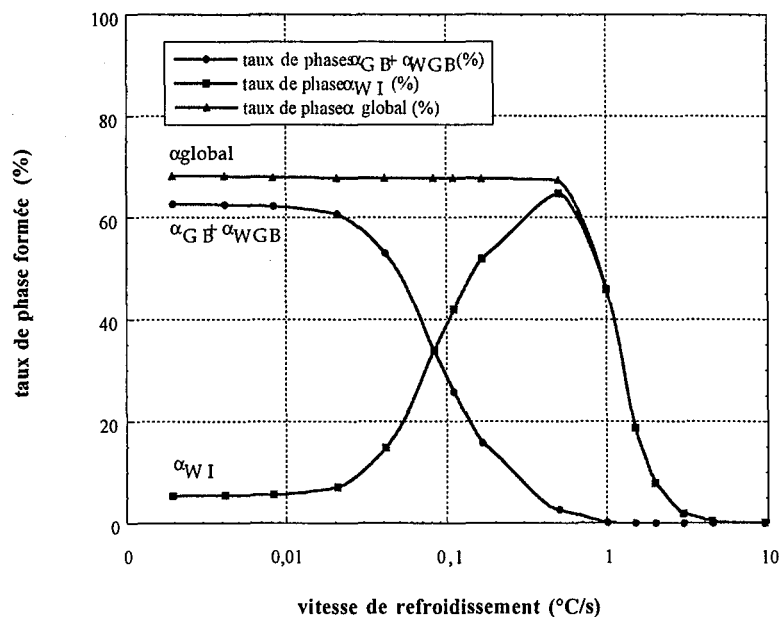


Figure V.8 : Evolutions en fonction de la vitesse de refroidissement des taux finaux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} et du taux final global de phase α (3ème domaine de transformation non pris en compte).

o Taux de phase α global

Lorsque les vitesses de refroidissement varient depuis 9,5°C/s jusqu'à 3°C/s, le taux global de phase α calculé varie très peu, de 0% à 2%. Une augmentation nette du taux global est observée pour des vitesses variant de 3 à 0,5°C/s. Pour cette dernière vitesse, le taux atteint une valeur proche du taux maximal de phase pouvant être formée à l'équilibre. Lorsque la vitesse de refroidissement varie de 0,5°C/s à 7°C/h, le taux global de phase α calculé augmente ensuite légèrement : il varie de 67% à 68%, qui est le taux de phase maximal pouvant être formée à l'équilibre.

o Taux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$)

Pour des vitesses de refroidissement variant de 9,5°C/s à 1,5°C/s, le taux de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), calculé en fin de refroidissement continu, est nul. Entre 1,5 et 0,5°C/s, il est très faible : il est inférieur à 3% pour une vitesse de 0,5°C/s. Une augmentation significative est observée à partir de 0,5°C/s jusqu'à 150°C/h. La contribution des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) au taux global de phase α est de l'ordre de 4% pour une vitesse de refroidissement de 0,5°C/s ; elle augmente ensuite progressivement pour atteindre 50% à 300°C/h. Pour des vitesses de refroidissement inférieures à 300°C/h, la contribution des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) devient essentielle et ne subit pratiquement plus de modifications à partir de 75°C/h.

o Taux de phase α_{WI}

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 9,5°C/s et 0,5°C/s, le taux de phase α_{WI} augmente continûment jusqu'à un taux proche du taux maximal de phase α pouvant être formée. La contribution de la phase α_{WI} est essentielle et représente respectivement 100% et 96% du taux global de phase α . Lorsque les vitesses de refroidissement sont égales ou inférieures à 0,5°C/s, le pourcentage de phase α_{WI} formée subit une diminution significative et constante à partir de 0,5°C/s jusqu'à 75°C/h : il est égal à 65% pour une vitesse de refroidissement de 0,5°C/s, et il diminue ensuite progressivement jusqu'à 34% pour une vitesse de refroidissement de 300°C/h. Enfin, pour les vitesses de refroidissement les plus faibles, le taux de phase α_{WI} minimal s'élève à 7%.

V.1.2.3 Diagrammes TRC

A partir des résultats précédents, nous avons pu tracer le diagramme TRC, sur lequel sont représentés les domaines d'existence des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , c'est à dire les domaines de début et fin de transformation ainsi que les températures T_e (cf. figure V.9).

Les résultats du calcul montrent qu'il n'y a pas de transformation possible pour des vitesses de refroidissement supérieures à 9,5°C/s. Une transformation ne peut apparaître qu'à partir de vitesses inférieures ou égales à 9,5°C/s.

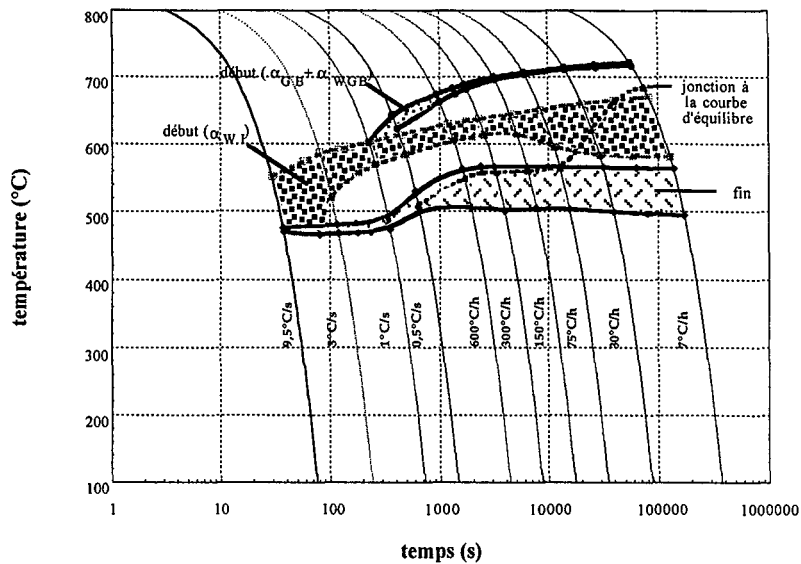


Figure V.9 : Diagramme TRC de l'alliage 10.2.3 obtenu par simulation numérique (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

o Domaines de début d'apparition des phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$)

Pour des vitesses de refroidissement supérieures ou égales à 1°C/s, il n'y a quasiment pas formation de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), le taux de ces phases étant inférieur à 1%. La diminution de la vitesse de refroidissement conduit à un déplacement et un rétrécissement sensible des domaines de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) vers les températures élevées. Lorsque la vitesse de refroidissement varie de 0,5°C/s à 150°C/h, l'intervalle de température dans lequel se forme 1% de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) se rétrécit considérablement de 21°C à 3°C : pour une vitesse de 0,5°C/s, 1% de phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{GB}$) se forme entre 643 et 622°C, tandis que pour une vitesse de 150°C/h, le domaine de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est compris entre 700 et 696°C. Cet intervalle de température reste du même ordre de grandeur pour des vitesses de refroidissement comprises inférieures ou égales à 150°C/h.

o Domaines d'apparition des phases α_{WI}

Le domaine de début d'apparition de la phase α_{WI} se déplace en se rétrécissant vers les températures élevées pour des vitesses de refroidissement comprises entre 9,5°C/s et 300°C/h. De même que pour l'alliage β -Cez, la limite inférieure du domaine de début d'apparition de la phase α_{WI} n'est pas indiquée sur la figure V.9 pour des vitesses de

refroidissement supérieures ou égales à 4,5°C/s, car le taux final de phase α_{WI} formée est inférieur à 1%. Pour ces vitesses de refroidissement, il y a formation de phase α_{WI} mais en quantité très faible.

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 3°C/s et 400°C/h, l'intervalle de température dans lequel se forme 1% de phase α_{WI} , diminue considérablement avec la vitesse de refroidissement pour atteindre à 400°C/h un tiers de sa valeur initiale : le domaine de début d'apparition des phases α_{WI} est compris entre 588 et 520°C pour une vitesse de refroidissement de 3°C/s, et entre 633 et 611°C pour une vitesse de refroidissement de 400°C/h.

Cet intervalle s'élargit ensuite de manière sensible de plus de 55°C entre 400°C/h et 30°C/h. Là encore, la limite supérieure de ce domaine, correspondant à l'ensemble des températures atteintes lorsque la somme de Scheil devient égale à un, celle-ci augmente continûment depuis 637°C (30°C/h) jusqu'à 670°C (7°C/h). Par contre, la limite inférieure, correspondant à l'ensemble des températures atteintes lorsque 1% de phase α_{WI} s'est formée, diminue de manière significative avec la vitesse de refroidissement entre 150°C/h et 75°C/h, ceci étant lié à la formation des phases ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$).

o Température de jonction à la courbe d'équilibre

La diminution de la vitesse de refroidissement conduit à une variation de la température T_e semblable à celle observée pour l'alliage β -Cez. L'existence de cette température n'est observée que pour des vitesses de refroidissement inférieures à 0,5°C/s. Pour des vitesses de refroidissement variant de 0,5°C/s à 150°C/h, la température T_e est assez basse, et est située dans le domaine de fin de transformation. Pour les vitesses supérieures ou égales à 1°C/s, le taux global de phase α formée étant très inférieur au taux maximal de phase α pouvant être formée, la courbe d'équilibre n'est jamais atteinte..

o Domaines de fin de transformation

La diminution de la vitesse de refroidissement conduit à un déplacement des domaines de fin de transformation vers des températures plus élevées ainsi qu'à un élargissement important de ces mêmes domaines. Pour des vitesses de refroidissement supérieures ou égales à 1°C/s, le domaine de "fin de transformation" est très étroit, de l'ordre de 12 ou 13°C : il est compris entre 487 et 474°C pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s. Un intervalle aussi étroit s'explique par la non-prise en compte du troisième domaine de transformation pour l'alliage 10.2.3. Un élargissement net de 42 degrés, allant de pair avec un décalage significatif de ce domaine vers des températures plus élevées, est observé entre 1°C/s et 600°C/h.

V.2 Analyse et discussion du modèle de calcul

Dans ce chapitre, nous comparons les résultats de simulation présentés auparavant aux résultats expérimentaux obtenus au cours de refroidissements continus sans déformation, ainsi qu'à ceux provenant des études expérimentales réalisées par C. Angelier [2, 3], S. Bein [4], et R. Sanguinetti [8, 21]. Puis, nous présentons une analyse critique du module de calcul, décrivant l'évolution de l'avancement de la transformation.

V.2.1 Comparaison expérience-simulation

Pour chaque alliage étudié, c'est à dire le β -cez et le 10.2.3, nous avons comparé :

- i) les domaines de températures de début de transformation de chacune des phases,
- ii) les températures T_e de jonction à la courbe d'équilibre et les domaines de fin de transformation obtenus par simulation numérique, qui ont respectivement été comparées aux températures de début de croissance compétitive [4] et de fin de transformation, déterminées par mesure de la résistivité électrique.

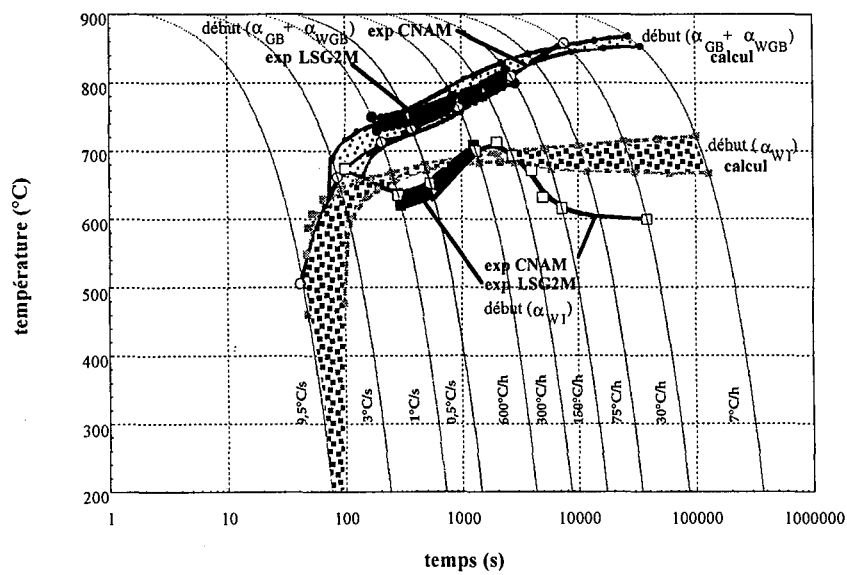
Dans les comparaisons expérience-calcul présentées, le 3^{ème} domaine de transformation est pris en compte pour l'alliage β -cez (simulation à partir du jeu de données n°2), tandis que pour l'alliage 10-2-3, ce domaine n'est pas pris en compte. Les taux de phase α globaux obtenus en fin de simulation sont comparés aux taux de phase déterminés par diffraction RX.

Par contre, en ce qui concerne les taux respectifs des différentes phases en présence, seule l'étude microstructurale permettra de justifier ou non la validité de ces résultats numériques. En ce qui concerne les évolutions au cours du temps des différentes phases formées, les cinétiques anisothermes simulées sont comparées aux cinétiques expérimentales obtenues par mesure de la résistivité électrique pour trois vitesses de refroidissement différentes : 150°C/h, 600°C/h et 1°C/s.

V.2.1.1 Alliage β -cez

Diagrammes TRC

Les variations en fonction de la vitesse de refroidissement, des domaines de début d'apparition des phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et α_{WI} d'une part, et celles des température T_e de jonction avec la courbe d'équilibre et des domaines de "fin de transformation" d'autre part, sont respectivement présentées sur les figures V.10 et V.11.



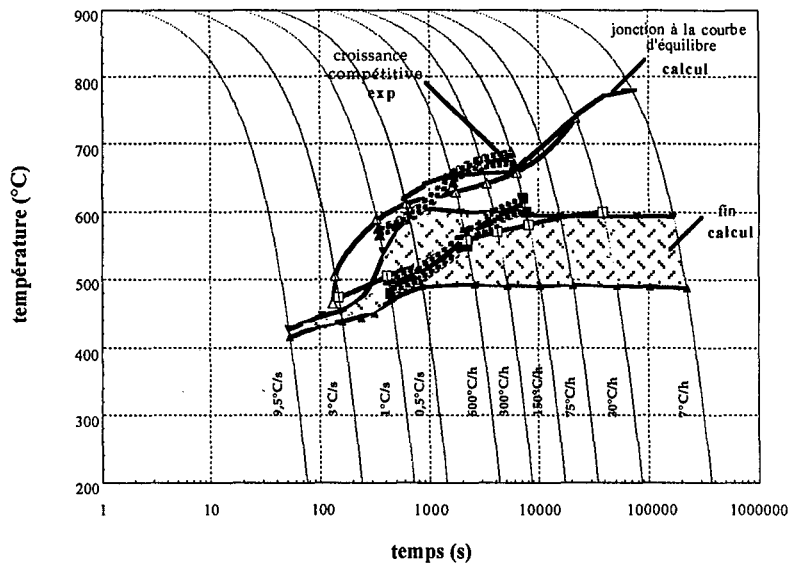


Figure V.11 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé (jeu de données n°2) de l'alliage β -Cez : températures de jonction à la courbe d'équilibre et de fin de transformation.

La comparaison des résultats montrent que l'évolution du diagramme TRC expérimental est traduite de manière très satisfaisante par l'ensemble des résultats numériques.

"Début" de transformation :

Les températures expérimentales de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) sont comprises entre les limites inférieure et supérieure du domaine de température de début d'apparition de ces phases déterminées par simulation numérique.

Pour des vitesses de refroidissement de 1 et 0,5°C/s, les températures expérimentales de début d'apparition de la phase α_{WI} sont inférieures aux températures correspondantes déterminées par simulation numérique : pour une vitesse de 0,5°C/s, l'écart "expérience-calcul" est d'environ 20°C, tandis que pour une vitesse de 1°C/s, l'écart est plus important, en moyenne 40°C.

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 600°C/h et 300°C/h, les températures expérimentales de début d'apparition de la phase α_{WI} sont décrites de manière très satisfaisante par les températures correspondantes déterminées par simulation numérique. Pour des vitesses de refroidissement inférieures à 150°C/h, les températures expérimentales de début d'apparition de la phase α_{WI} sont largement inférieures aux températures

déterminées par simulation numérique. Il faut cependant garder en mémoire que les valeurs calculées du taux de phase α_{WI} , sont très faibles puisqu'elles sont de l'ordre de 8%. De plus, la valeur du taux de phase α_{WI} prévue par le calcul à la température expérimentale de début de formation de cette phase est inférieure à 2%. Ceci relativise les écarts observés, d'autant plus que la détermination des températures expérimentales de début de formation de la phase α_{WI} est également délicate.

"Fin" de transformation :

L'évolution en fonction de la vitesse de refroidissement de la température T_e de "jonction à la courbe d'équilibre" est similaire à l'évolution des températures de début de croissance compétitive, qui ont été définies par S. Bein comme étant les températures de début de ralentissement de la cinétique anisotherme de précipitation [4]. Un ralentissement de la cinétique anisotherme calculée est effectivement observé à partir de la température de jonction avec la courbe d'équilibre. Pour l'ensemble des vitesses de refroidissement testées, les températures expérimentales de fin d'avancement de la cinétique de transformation sont comprises entre les limites inférieure et supérieure du domaine de température de fin de transformation déterminé par simulation numérique.

Taux de phase α global à l'issue du refroidissement continu

Les variations en fonction de la vitesse de refroidissement utilisée du pourcentage global de phase α formée, sont présentées dans le tableau V.1. Les valeurs du taux global de phase α , calculées en ne tenant pas compte du troisième domaine de transformation, sont également reportées dans ce tableau.

Pour des vitesses de refroidissement inférieures ou égales à $0,5^\circ\text{C/s}$, on obtient des taux de phase α globaux proches, voire égaux, des taux maxima de phase α pouvant être formée, tant pour l'expérience que pour le calcul, surtout si le troisième domaine de transformation est pris en compte. Les pourcentages finaux calculés en fin de refroidissement à partir des deux jeux de données ne diffèrent que de 2% ou 3%.

Pour des vitesses de refroidissement très lentes, c'est à dire inférieures à 150°C/h , les taux de phase α globaux prédits par le calcul, sont toujours égaux aux taux maxima de phase α pouvant être formée, alors que le taux de phase α expérimental commence à diminuer à partir de 150°C/h [4]. Cet écart, qui pourrait être considéré comme non significatif quant au taux de phase mis en jeu, traduit peut-être une limitation au niveau de l'hypothèse d'additivité de la formation de $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$.

Vitesse de refroidissement	Taux de phase α global obtenu par simulation (LSG2M)		Taux de phase α global expérimental (LSG2M)		Taux de phase α global expérimental (CNAM)	
	3ème domaine non pris en compte	3ème domaine pris en compte	LSG2M 2 Sanguinetti	LSG2M 1 E.Laude	CNAM 2 C.Angelier	CNAM 1 S.Bein
20°C/s	0	0	0	-	-	-
9,5°C/s	0	0,004		-	0	-
4,5°C/s	0,1	1,3	37	-	-	-
3°C/s	1,7	6,3		-	-	21
1,5°C/s	24,5	44	60	-	-	-
1°C/s	57,6	63,4		57 - 58	> 50	-
0,5°C/s	62,7	65,1		-	-	73
600°C/h	62,9	65,5		65 - 66	58,5	69
300°C/h	62,9	65,6		-	60,3	66
150°C/h	62,9	65,7		66	59,7	62
75°C/h	63,1	65,9		-	60,3	-
30°C/h	63,4	66		-	63,3	61
15°C/h	63,6	66		-	63,1	-
7°C/h	63,7	66		-	65,9	-

Tableau V.1 : Influence de la loi de refroidissement sur les différents taux de phases formées ; comparaison expérience -calcul.

Pour des vitesses de refroidissement comprises entre 0,5 et 3°C/s, nous pouvons considérer que la prévision par le calcul des taux de ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et α_{WI} est bonne. Mais nous ne disposons que d'une seule vitesse de comparaison, à savoir 1°C/s, qui a, par ailleurs, également été choisie comme "vitesse de contrôle" de la bonne adéquation ou non entre les résultats calculés et les résultats expérimentaux.

Pour des refroidissements plus rapides, dont la vitesse est supérieure à 3°C/s, l'écart observé entre la valeur du taux de phase calculé et celle évaluée expérimentalement par diffraction RX, est assez important, même dans le cas d'une simulation réalisée en considérant le troisième domaine de transformation : pour un refroidissement de 3°C/s, la valeur calculée est d'environ 6% alors que la valeur expérimentale est évaluée à 21% [4].

En outre, l'étude expérimentale des microstructures obtenues à l'issue de refroidissements continus réalisée par R. Sanguinetti [8], montre que, pour une vitesse de refroidissement continue de 1,5°C/s, la structure est fortement marquée au niveau des ex-joints de grain β , et la précipitation intragranulaire de phase α_{WI} non négligeable. Pour cette vitesse de

refroidissement, le taux de phase α mesuré par diffraction RX est égal à 60% alors que le taux de phase α calculé s'élève à 44%. Pour une vitesse de refroidissement de 4,5°C/s, nous pouvons observer une précipitation de phase α_{GB} et quelques colonies d'aiguilles au niveau des joints de grain, ainsi qu'une faible quantité de fines aiguilles de α_{WI} à l'intérieur des grains [8]. Pour cette vitesse de refroidissement (4,5°C/s) le taux de phase α expérimental s'élève à 37% mais semble cependant être surestimé par rapport à la microstructure, tandis que le taux de phase α calculé est de l'ordre de 1%.

Ces écarts peuvent s'expliquer par le fait que, lorsque la troisième transformation est prise en compte, les données cinétiques isothermes correspondant à cette transformation sont issues de l'exploitation des courbes de variation de la résistivité (cf. Chapitres I et II) obtenues lors de transformation isothermes à des températures inférieures à 550°C. Or, nous n'avons pas pu vérifier si ces courbes de variation de résistivité correspondaient effectivement à la cinétique de transformation, car nous ne disposons pas de données expérimentales suffisantes pour le faire (dosage RX d'échantillons maintenus pendant des durées variables à des températures de maintien inférieures à 550°C).

Etude microstructurale

Sur la figure V.12, sont présentées l'évolution en fonction de la vitesse de refroidissement des taux finaux calculés des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , ainsi que les taux expérimentaux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , estimés à partir de l'étude microstructurale présentée au Chapitre III. Cette étude est illustrée par les figures V.13 à V.15

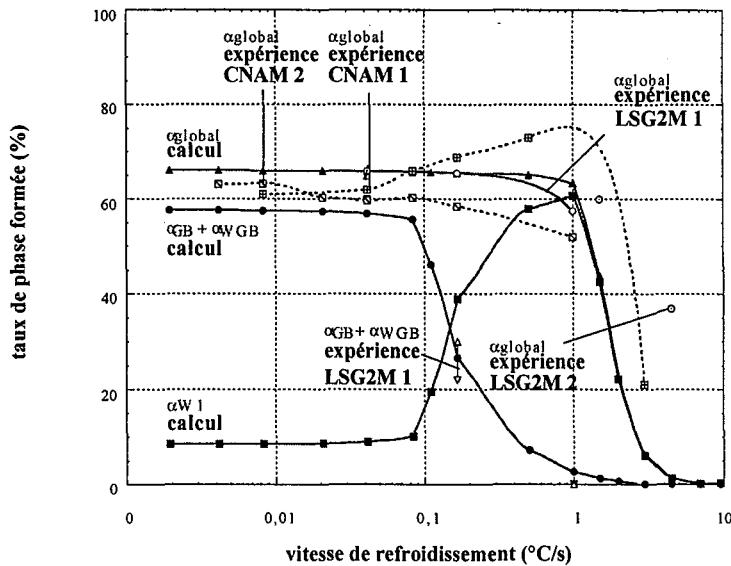


Figure V.12 : Comparaison des taux globaux finaux expérimentaux et calculés, ainsi que ceux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) pour l'alliage β -Cez.

Nous pouvons observer sur les microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement lent de 150°C/h (Figure V.13), que la phase α précipite essentiellement au niveau des ex-joints de grain β , formant ainsi un liseré assez épais de phase α_{GB} (cf. Chapitre III). La phase α s'est développée "massivement" vers l'intérieur du grain sous forme de colonies de lamelles de phase α_{WGB} plutôt épaisses ; les valeurs calculées du taux de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) sont en accord avec ces observations microstructurales, car elles sont de l'ordre de 58% et correspondent à 90% du taux global final.

Le faible taux final de phase α_{WI} observé correspond à la présence de lamelles assez fines de phase α_{WI} , ayant germé dans la matrice β entre les lamelles de phase α_{WGB} . Cependant, les valeurs calculées du taux de α_{WI} semblent un peu élevées par rapport à la quantité de phase α_{WI} réellement formée, car elles sont de l'ordre de 10% de la phase totale transformée.

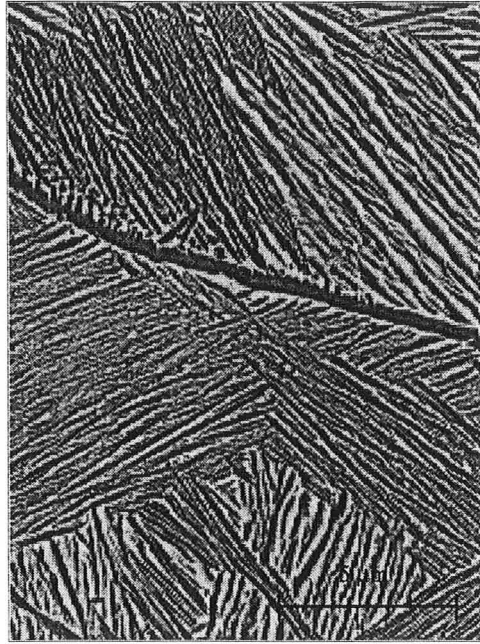


Figure V.13 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 150°C/h.

Les microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 600°C/h (cf. Chapitre III et figure V.14), sont composées à la fois de liserés épais de phase α_{GB} et de colonies de plaquettes de phase α_{WGB} , ainsi que de fines lamelles de phase α_{WI} . Les deux mécanismes de précipitation mis en jeu (cf. chapitre II) conduisent chacun à une quantité importante de phases α_{GB} et α_{WGB} d'une part, et de phase α_{WI} d'autre part. Les taux des phases formées prévus par le calcul sont conformes à ces observations, car le taux de $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ calculé est légèrement inférieur à la moitié du taux global de phase α formée.

Les microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement de 0,5°C/s [4] ou 1°C/s (Figure V.15), montrent que la structure est essentiellement composée de phase α_{WI} , mais on observe également un liseré continu mais peu épais de phase α_{GB} ainsi que la présence de quelques colonies de plaquettes de phase α_{WGB} . En ce qui concerne les résultats issus du calcul, le taux de $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ calculé est très faible : il est de l'ordre de 7% pour un refroidissement simulé de 0,5°C/s et inférieur à 3% pour un refroidissement de 1°C/s.

Les observations microstructurales réalisées à l'issue de refroidissements très rapides (dont les vitesses sont supérieures à 3°C/s), montrent d'une part que la quantité de phase α formée est très faible et qu'elle est essentiellement constituée de phase α_{WI} , et d'autre part que la vitesse critique de trempe est voisine de 10°C/s. Les taux de phase α calculés sont généralement faibles par rapport à ces observations.

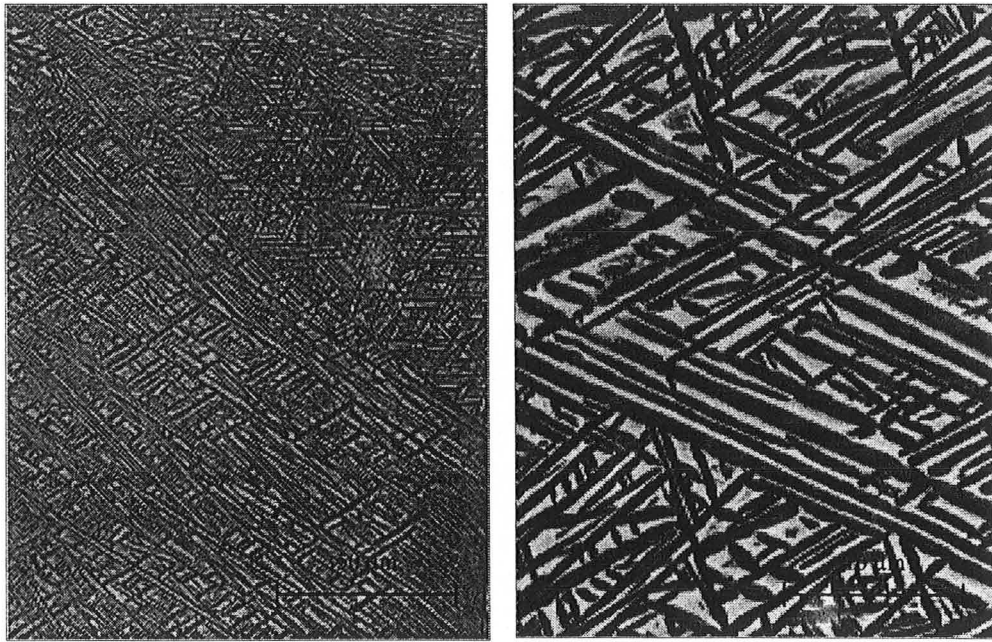


Figure V.14 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 600°C/h.

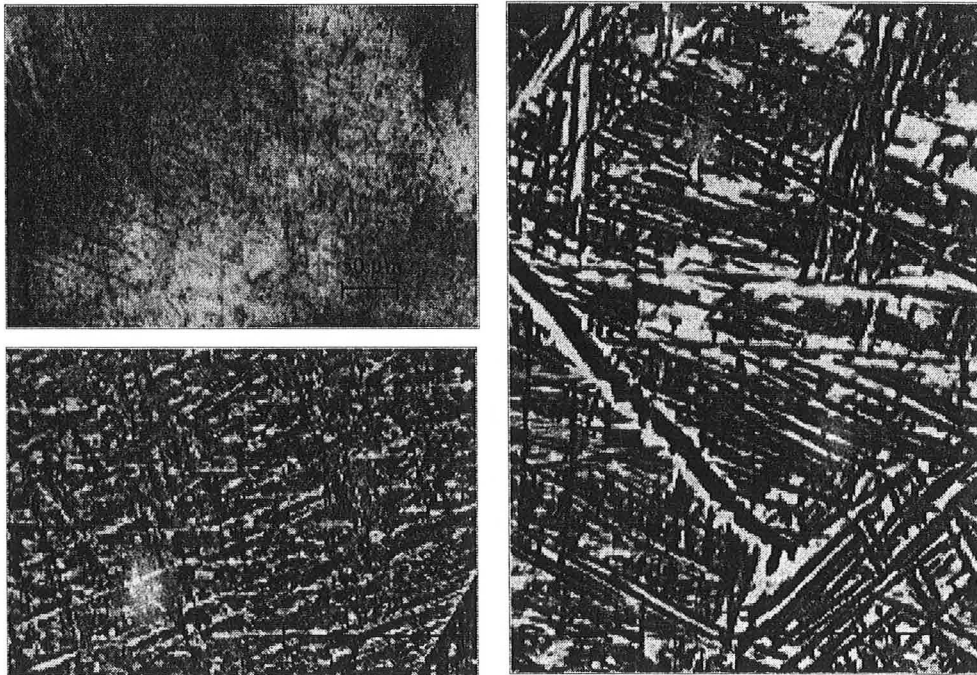


Figure V.15 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 1°C/s.

Épaisseur des lamelles de phase α_{WGB}

Nous avons comparé les épaisseurs de lamelles que nous pouvons estimer par le calcul à partir des domaines de transformation, avec celles réellement mesurées à l'issue de refroidissements calculés.

Pour une vitesse de refroidissement de $600^{\circ}\text{C}/\text{h}$, le domaine de précipitation de la phase α prédit par le calcul est compris entre 690 et 760°C . D'après la courbe d'évolution de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction de la température de transformation, présentée figure II.25 au chapitre II, l'épaisseur de phase α est voisine de $0,6\ \mu\text{m}$ à 760°C et de $0,35\ \mu\text{m}$ à 690°C . Sur la figure III.24 au Chapitre III, est présentée la courbe de variation de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{WGB} en fonction de la vitesse de refroidissement. Les valeurs reportées sur cette figure pour un refroidissement continu de $600^{\circ}\text{C}/\text{h}$ sont comprises entre $0,4\ \mu\text{m}$ et $0,6\ \mu\text{m}$: elles sont comparables à celles estimées par le calcul à partir des domaines de transformation.

De même, pour une vitesse de refroidissement de $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$, la phase α précipite entre 830 et 680°C si l'on se base sur les résultats du calcul. D'après la figure II.25, nous pouvons en déduire que l'épaisseur de phase α varie entre $0,3$ et $1\ \mu\text{m}$. La figure III.24 montre que l'épaisseur moyenne des lamelles à l'issue d'un refroidissement continu de $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$ varie entre $0,6\ \mu\text{m}$ et $0,8\ \mu\text{m}$. Ces valeurs appartiennent à l'intervalle de variation des valeurs estimées par le calcul.

Cinétiques de transformation anisothermes

Les cinétiques anisothermes obtenues par simulation numérique, ont été comparées, aux cinétiques anisothermes expérimentales déterminées par résistivimétrie, pour les trois vitesses de refroidissement expérimentales étudiées : $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$, $600^{\circ}\text{C}/\text{h}$ et $1^{\circ}\text{C}/\text{s}$. Ces cinétiques sont présentées sur la figure V.16.

Sur cette figure, sont également reportés les résultats expérimentaux de S. Bein [4], correspondant aux taux de phase α transformée obtenus lorsque la cinétique de précipitation de la phase démarre, et aux taux de début de croissance compétitive. Ces points, pour lesquels sont également indiqués le degré de transformation estimé par résistivité, sont issus des courbes TRC déterminées par S. Bein [4]. Afin de pouvoir les comparer aux courbes d'évolution des taux de phase α calculés, ces taux de variation de résistivité électrique sont multipliés par le taux de phase α déterminé par diffraction RX à l'issue du refroidissement continu. Nous avons procédé de la même manière en ce qui concerne les mesures de variation de résistivité électrique réalisées au laboratoire.

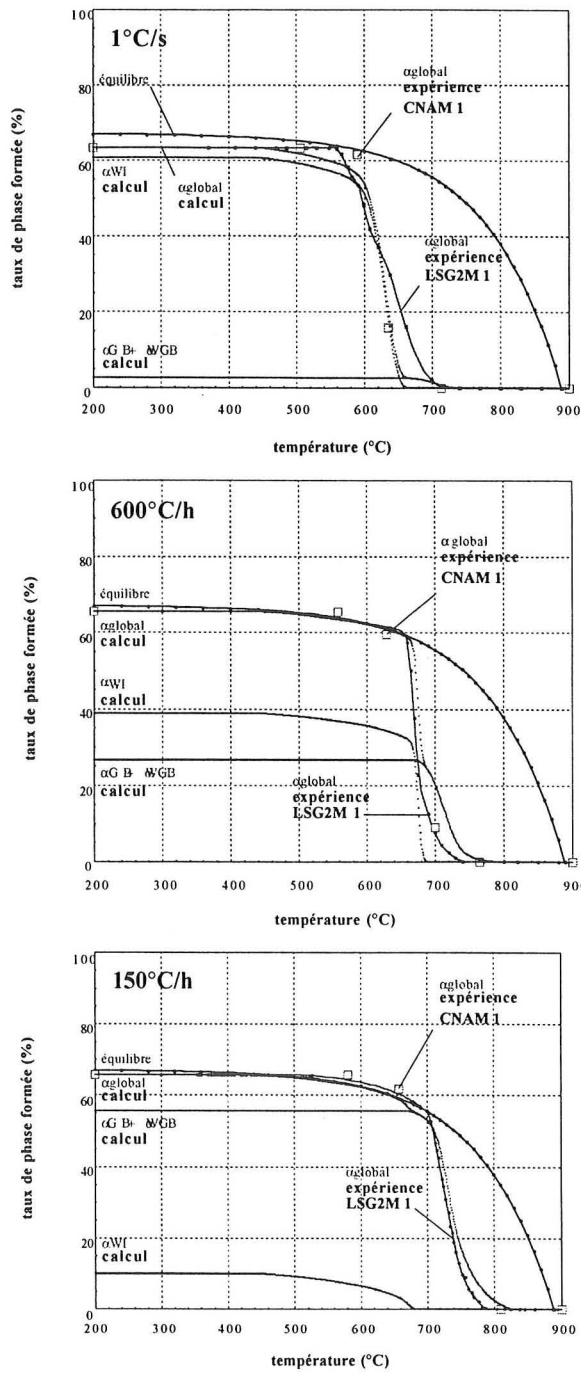


Figure V.16 : Comparaison des cinétiques globales, expérimentale et simulée, dans le cas d'une transformation de phase en régime anisotherme de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

L'accord entre l'expérience et le calcul est très satisfaisant pour des refroidissements de 600°C/h et 150°C/h. Il est satisfaisant pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s, cependant la comparaison des cinétiques expérimentale et simulée est à considérer avec prudence. En effet, la contribution de la phase α_{WI} au taux global de phase α formée, est largement prépondérante à l'issue d'un tel refroidissement. Nous avons montré au Chapitre II, que l'évolution des variations de résistivité au cours d'un maintien isotherme est en retard par rapport à celle des variations du taux de phase α déterminées par diffraction des RX, lorsque le mécanisme de transformation dominant est celui conduisant à la formation de α_{WI} . Nous ne l'avons pas vérifié pour des transformations au cours de refroidissement continu.

V.2.1.2 Alliage 10.2.3.

De même que pour les données cinétiques isothermes de transformation, nous nous appuyons sur les résultats de S.Bein [4] pour comparer nos résultats obtenus par simulation numérique avec ses résultats expérimentaux.

Diagramme TRC

Les variations en fonction de la vitesse de refroidissement, des domaines de début d'apparition des phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et α_{WI} , de la température T_e de jonction avec la courbe d'équilibre et des domaines de fin de transformation, sont respectivement présentées sur les figures V.17 et V.18.

De même que pour l'alliage β -Cez, la comparaison des résultats expérimentaux et calculés montrent que l'évolution du diagramme TRC expérimental est traduite de manière très satisfaisante par l'ensemble des résultats numériques, tant pour les températures de début et de fin de formation des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , que pour les températures T_e de jonction à la courbe d'équilibre.

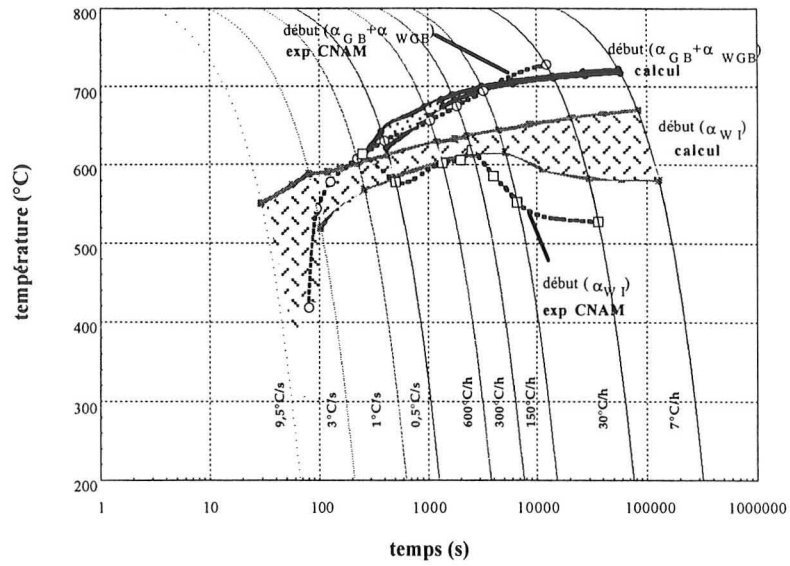


Figure V.17 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage 10.2.3 : températures de début d'apparition des phases $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ et α_{WI} .

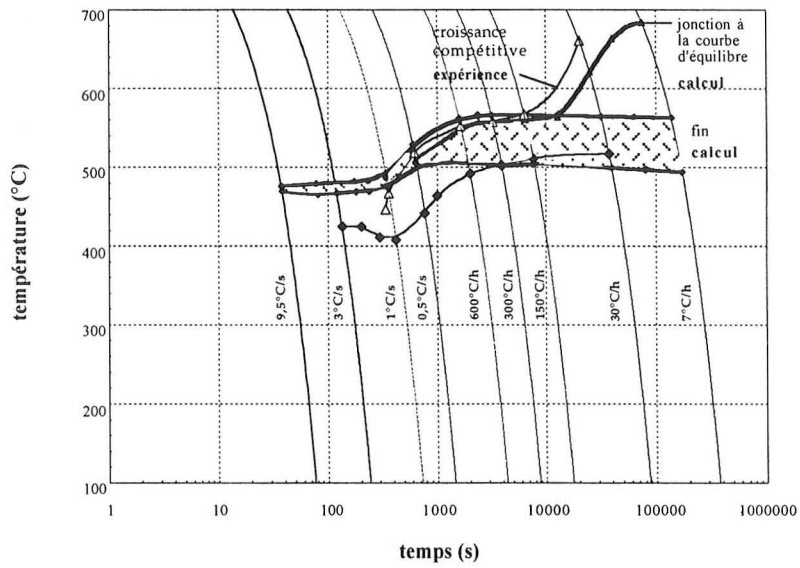


Figure V.18 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage 10.2.3 : températures de jonction à la courbe d'équilibre et de fin de transformation.

Taux de phase α global

Les variations en fonction de la vitesse de refroidissement utilisée, du pourcentage total de phase α formée, sont présentées dans le tableau V.2.

Vitesse de refroidissement	Taux de phase α global calculé (LSG2M)	Taux de phase α global expérimental (CNAM)
1°C/s	46	46
0,5°C/s	67	54
600°C/h	68	64
300°C/h	68	71
150°C/h	68	59
30°C/h	68	68

Tableau V.2 : Influence de la loi de refroidissement sur le taux global de phase α formée ; comparaison calcul-expérience.

Lorsque la vitesse de refroidissement diminue, le taux de phase α calculé augmente de manière continue. Lorsque la vitesse de refroidissement diminue, le calcul prédit une augmentation du taux de phase plus rapide que celle observée expérimentalement. Pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s, le taux de phase α calculé est voisin de celui mesuré expérimentalement. Pour une vitesse de refroidissement de 0,5°C/s, le taux de phase α prédit par le calcul est égal à 67%, tandis que celui déterminé expérimentalement est égal à 54%. De même que pour l'alliage β -Cez, le taux de phase α expérimental commence à diminuer à partir de 300°C/h. Ceci n'est pas pris en compte dans le modèle de calcul.

Cinétiques anisothermes

Les cinétiques anisothermes obtenues par simulation numérique ont été comparées, aux cinétiques anisothermes expérimentales déterminées par S. Bein [4], pour les trois vitesses de refroidissement expérimentales étudiées : 150°C/h, 600°C/h et 1°C/s. Ces cinétiques sont présentées sur la figure V.19. De même que pour l'alliage β -Cez, les points de comparaison expérimentaux sont les taux de phase α déterminés par résistivité [4], correspondant d'une part aux taux de phase α formée atteints lorsque la précipitation de la phase α_{WI} démarre et d'autre part, à ceux de début de croissance compétitive.

L'accord calcul-expérience est excellent pour l'ensemble des vitesses de refroidissement testées. Cependant, de même que pour l'alliage β -Cez, la comparaison des cinétiques

expérimentale et simulée, est à considérer avec prudence pour une vitesse de refroidissement de 1°C/s.

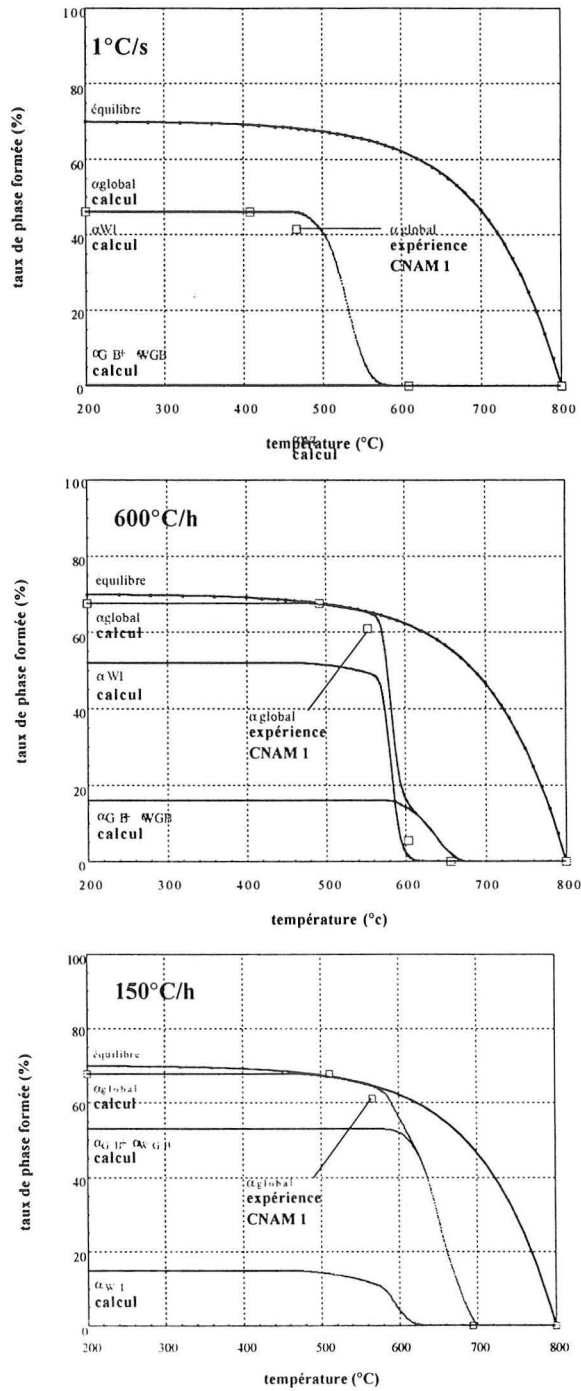


Figure V.19 : Comparaison des cinétiques globales expérimentale et simulée, dans le cas d'une transformation de phase en régime anisotherme de l'alliage 10.2.3.

V.2.2 Discussion des différents résultats issus du calcul

Les résultats présentés tout au long de ce chapitre, ont permis de mener une analyse des différents aspects de la modélisation de l'avancement de la transformation d'un alliage de titane lors de refroidissements continus.

Les différents exemples traités montrent que la prévision par le calcul des taux de phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et α_{WI} est généralement bonne, tant pour l'alliage β -cez, que pour l'alliage 10.2.3. Ces exemples justifient en partie la validité des hypothèses émises sur lesquelles s'appuient les calculs d'incubation et de progression de la transformation.

Cependant, si nous prenons le cas de l'alliage β -Cez, les confrontations des résultats issus du calcul avec les résultats expérimentaux, montrent que cela s'applique surtout pour des vitesses de refroidissement continu comprises entre 150°C/h et 1°C/s. En outre, cette bonne adéquation entre le calcul et l'expérience n'a pu être obtenue que dans la mesure où un réel travail méthodique et approfondi d'exploitation des données expérimentales (obtenues par résistivimétrie et diffraction RX principalement) a été réalisé, et plus particulièrement dans les domaines de transformation bicinétique (cf. Chapitre IV).

Pour des vitesses de refroidissement très élevées, c'est à dire supérieures à 1°C/s, la quantité de phase α calculée, principalement α_{WI} , est généralement trop faible par rapport à la quantité de phase α observée sur les microstructures ou mesurée par diffraction RX. Cette moins bonne adéquation entre les résultats expérimentaux et ceux issus du calcul pour de telles vitesses de refroidissement, pourrait très vraisemblablement provenir de la manière dont le troisième domaine de transformation est pris en compte dans le traitement des données d'entrée.

Nous avons montré au Chapitre II que, pour le premier domaine de transformation correspondant à la formation des phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$), les données cinétiques d'entrée (t_d , t_{10} et t_{90}) pouvaient directement être obtenues à partir des mesures de variation de résistivité électrique. Pour le domaine de formation de α_{WI} , les cinétiques proviennent des mesures de taux de phase par diffraction des RX, et dans le domaine de coexistence des phases ($\alpha_{WGB} + \alpha_{GB}$) et α_{WI} , il est nécessaire d'utiliser conjointement la microscopie et la diffraction RX.

Nous avons procédé différemment pour le troisième domaine de transformation. D'une part, ce troisième domaine, caractérisé par la formation de ω à partir de α_{WI} pour des températures inférieures ou égales à 560°C, est pris en compte dans les données d'entrée de la phase α_{WI} . D'autre part, nous ne disposons pas, pour les températures concernées, de mesures autres que celles de variations de résistivité électrique. Etant donné que nous

n'avons pas utilisé, parallèlement à ces mesures de méthode discontinue permettant d'avoir accès aux cinétiques de transformation de phase, nous ne savons pas si la cinétique de variation de résistivité est représentative ou non de la cinétique de transformation de phase. Par conséquent, nous n'avons pas pu vérifier la validité des données d'entrée pour des températures inférieures ou égales à 560°C.

Pour pouvoir atteindre une prédiction plus correcte de la cinétique de transformation de phase pour des vitesses de refroidissement supérieures à 1°C/s, il est indispensable de disposer de données d'entrée fiables dans ce domaine de température. En outre, il sera également nécessaire d'approfondir les mécanismes de formation de α_{WGB} à basse température.

Pour des vitesses de refroidissement très faibles (inférieures ou égales à 150°C/h pour l'alliage β -Cez), le taux global de phase α prédit par le calcul est toujours égal au taux maximal de phase α pouvant être formée, alors que le taux de phase α expérimental a tendance à diminuer à partir de 150°C/h. Cet écart traduit une limitation quant à la validité du principe d'additivité de la croissance de α_{WGB} .

Si la phase α_{WGB} se forme essentiellement à une température élevée (supérieure ou égale à 790°C), occupant ainsi la totalité du grain, alors la phase β résiduelle (entre les lamelles de phase α) aura une composition chimique différente de la phase β initiale. En effet, lorsque la phase α_{WGB} se forme, il y a apparition d'une "colonie" de phase α_{WGB} et de phase β enrichie. La phase α a sensiblement la même composition chimique quelle que soit la température de transformation, alors que la composition de la phase β enrichie varie avec la température de transformation (cf. Annexe IV). La composition de la phase β parente varie peu. A température constante, la croissance est additive, ce qui se traduit par une occupation du grain β initial par les colonies. Au cours d'un refroidissement continu, lorsque la température de transformation décroît, le principe d'additivité pourra toujours s'appliquer au taux d'occupation du grain. Par contre, comme la composition chimique d'équilibre de la phase β "formée" varie, le taux maximal de phase α pouvant être formé varie également et il peut y avoir épaississement des lamelles. Cette croissance se fait par diffusion et la force motrice de la transformation est liée à l'écart entre la composition de la phase β formée à température élevée et la composition d'équilibre de phase β à la nouvelle température. Cette force motrice est bien évidemment plus faible que celle correspondant à la transformation cellulaire.

Dans le modèle de calcul de transformation de phase que nous avons établi, ces deux mécanismes de croissance ne sont pas pris en compte. De plus, nous avons supposé dans ce modèle que, par l'intermédiaire de la variation de $y_{max}(T)$ avec la température de transformation, la cinétique de croissance des épaisseurs de lamelles de phase α est équivalente à celle de la transformation cellulaire.

Par conséquent, le calcul du taux de phase α est surestimé pour les vitesses faibles, et plus particulièrement lorsque le taux de phase α calculé suit la courbe d'équilibre $y_{max}(T)$, c'est à dire lorsque tout le grain est occupé par des colonies. Ainsi, la loi de la cinétique de formation de α_{WGB} pour les vitesses faibles, ainsi que le mécanisme de formation de α_{WI} , devront être considérés de manière plus approfondie.

La bonne adéquation existant entre le calcul et l'expérience pour des vitesses plus élevées (comprises entre 150°C/h et 1°C/s) s'explique par le fait que, dans les domaines de température où la transformation cellulaire se produit, $y_{max}(T)$ varie peu avec la température et est proche de la valeur de $y_{max}(T)$ à température ambiante. La comparaison des épaisseurs de lamelles, pouvant être estimées par le calcul à partir des domaines de transformation, avec celles réellement mesurées à l'issue de refroidissement continu, nous permet également de corroborer la bonne adéquation existant entre le calcul et l'expérience.

VI CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET PERSPECTIVES

L'étude expérimentale des transformations de phase ($\beta \rightarrow \alpha$) de l'alliage β -Cez sans déformation montre que, dans le domaine des températures supérieures à 750°C, le mécanisme de transformation de la phase α est de type cellulaire, la cinétique de croissance des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) étant contrôlée par la diffusion. Dans ce domaine de température, les variations de résistivité électrique permettent d'estimer de manière fiable les cinétiques de transformation de phase.

Dans le domaine de coexistence des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} , c'est à dire pour des températures comprises entre 700 et 600°C, la formation de la phase α_{WI} présente un caractère displacif et sa formation est indépendante de celle des phases α_{GB} et α_{WGB} . Dans ce domaine de température, seule une méthode discontinue permet d'atteindre, à partir des échantillons partiellement transformés, une estimation des cinétiques respectives des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} . Pour ces températures de transformation, il serait intéressant d'établir l'origine des écarts observés entre les cinétiques de variation de la résistivité, les cinétiques d'apparition des phases en présence et les cinétiques de variation des paramètres de maille. Les mécanismes de formation de ces phases aux tout premiers instants de la précipitation devront être approfondis afin de voir si les produits de transformation évoluent au cours du temps, notamment quant à la composition chimique. Enfin, une étude similaire devra également être réalisée pour les températures inférieures, correspondant au troisième domaine de transformation.

L'analyse critique de l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus au cours de l'étude des transformations de phase ($\beta \rightarrow \alpha$) sans déformation, a permis de disposer, à partir des données établies sous conditions isothermes sans déformation, de points de comparaison pour l'étude de l'effet d'une déformation sur la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$.

Cette étude a montré que l'application d'une déformation préalable a pour effet d'accélérer la cinétique de transformation de phase par le biais de la vitesse de germination de la phase α_{GB} . Ainsi, dans le domaine de précipitation des phases α_{GB} et α_{WGB} , l'influence de la déformation est importante lorsque la déformation conduit à une accélération de la saturation des sites de germination, que sont les joints de grain, voire les sous-joints. La croissance de la phase α_{WGB} n'est cependant pas affectée. Par contre, à des températures plus basses, pour lesquelles la saturation des sites est rapide même sans déformation, la déformation ne modifie pas la cinétique globale de formation de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$). Elle conduit à une accélération de la cinétique de germination de la phase α_{WI} .

L'analyse de la formation des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} menée au cours de cette étude, a permis également de développer un modèle de prévision de la formation des différentes morphologies apparaissant au cours d'un refroidissement continu. Nous avons montré qu'à partir de l'analyse et de l'exploitation méthodique d'un ensemble de résultats expérimentaux, il était possible de définir les données d'entrée nécessaires au calcul des cinétiques anisothermes de transformation de phase à partir du modèle établi, tant pour l'alliage β -Cez que pour l'alliage 10.2.3. La prévision par le calcul de l'évolution des taux de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} au cours d'un refroidissement continu est globalement satisfaisante pour ces deux alliages. Néanmoins, pour des vitesses de refroidissement élevées (supérieures à 1°C/s pour l'alliage β -Cez) ou très lentes (inférieures à 150°C/h), l'adéquation entre les résultats expérimentaux et ceux issus du calcul est moins bonne.

Pour y remédier, il sera nécessaire en premier lieu, d'une part d'approfondir les mécanismes de formation de la phase α_{WI} à basse température, et d'autre part d'estimer le degré d'épaississement possible des lamelles de phase α_{WGB} au cours d'un refroidissement continu et d'en tenir compte dans le calcul .

Ce travail pourra alors être amélioré en établissant des lois cinétiques à partir de lois de germination et croissance. Ces lois devront tenir compte, en ce qui concerne la phase α_{GB} , de la cinétique de saturation des joints de grain, et en ce qui concerne la phase α_{WGB} , d'une croissance de type cellulaire de α_{WGB} sur α_{GB} , voire de l'épaississement des lamelles. Ce calcul devrait permettre d'atteindre non seulement les taux et les domaines de précipitation des différentes phases formées au cours de la transformation, mais également les épaisseurs de lamelles et le nombre de colonies.

Pour la phase α_{WI} , il faudra au préalable comprendre les mécanismes de la transformation de phase ; seule une étude couplée cinétique et structurale en *Microscopie Electronique à Transmission (MET)* permettra de progresser dans cette voie.

La dernière étape consisterait à prendre en compte l'effet de la déformation dans le calcul de la transformation de phase au cours de maintiens isothermes ou anisothermes. Cela devrait *a priori* être possible pour ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) dans la mesure où le modèle serait construit à partir de la cinétique de saturation des sites de germination et de l'augmentation de ces sites.

Annexe I
Simulateur thermomécanique DITHEM

Simulateur thermomécanique DITHEM

Les essais thermiques et thermomécaniques ont été réalisés sur le simulateur thermomécanique DITHEM permettant d'appliquer à l'éprouvette de traction un cycle thermomécanique contrôlé [18]. La gestion, la régulation du cycle thermomécanique et l'acquisition des données sont assurées de manière numérique par un ordinateur Macintosh. Il est possible d'avoir accès au cours d'un traitement à la mesure simultanée de la température, de la contrainte et de la déformation. Un programme se compose d'une succession de segments représentatifs de chaque étape de l'essai. L'opérateur indique à chaque segment la température, le temps, le pas d'acquisition souhaité (10 ms), ainsi que le paramètre de régulation mécanique (force, déplacement ou déformation), ces différents paramètres étant mis en mémoire à chaque segment.

Appareillage

Un schéma de principe de l'appareil ainsi qu'une photo sont présentés sur les figures A.I.1 et A.I.2.

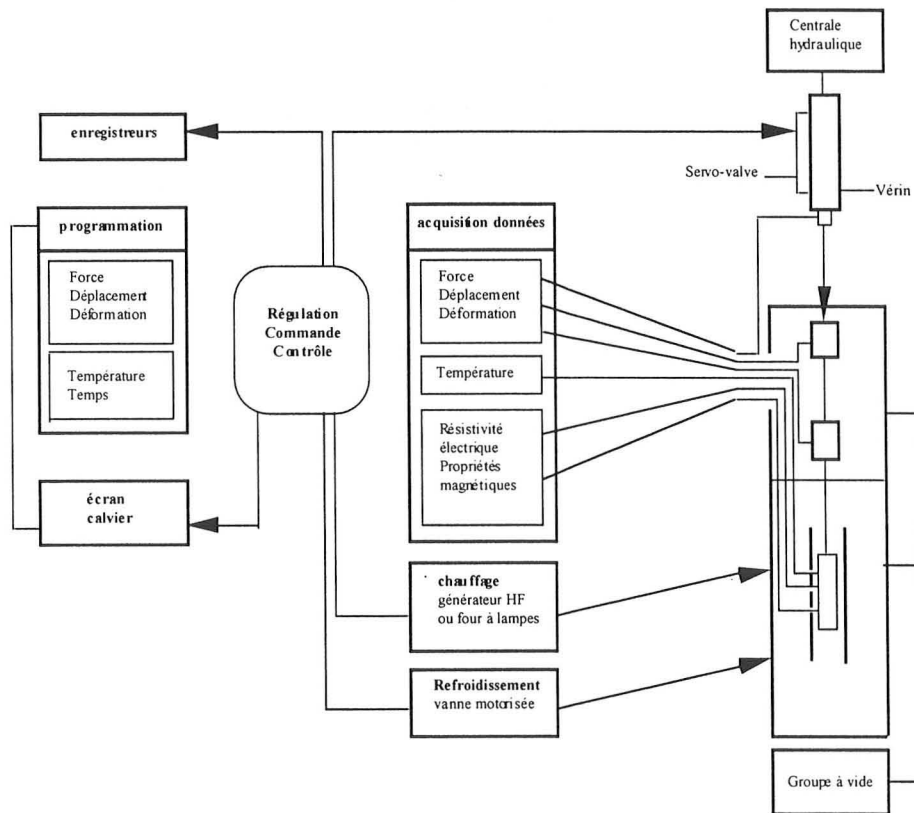


Figure A.I.1 : Schéma de principe de fonctionnement du simulateur d'essais thermomécaniques DITHEM [18].

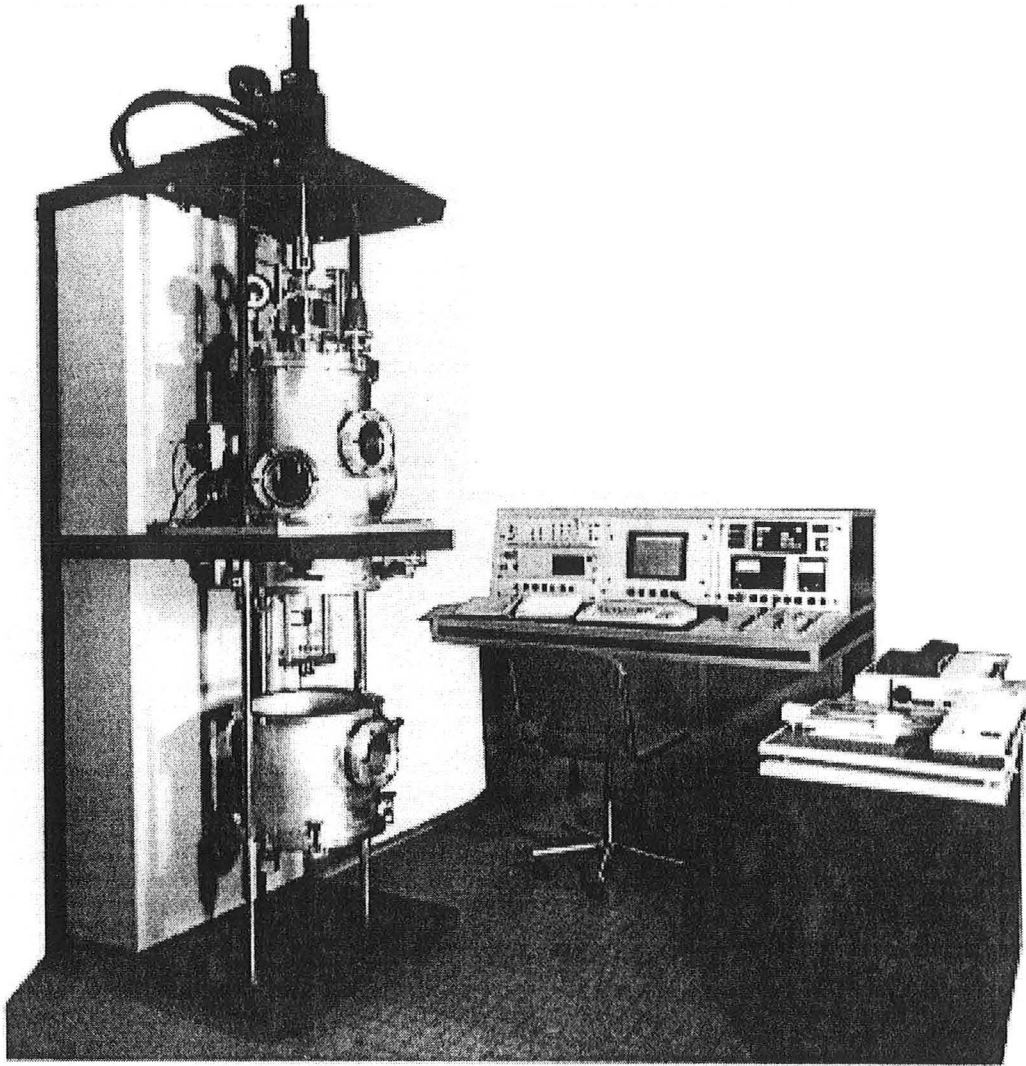


Figure A.I.2 : Photographie du simulateur d'essais thermomécaniques DITHEM [18].

L'appareil se compose de deux enceintes hermétiques. L'enceinte inférieure est mobile : dans cette zone sont situés l'échantillon, son support et les dispositifs de chauffage et de refroidissement. L'enceinte supérieure est fixe et contient les pièces de raccordement des thermocouples et les capteurs de déformation et de force. Les essais peuvent être réalisés sous vide. Dans notre cas, le chauffage est assuré sous un vide secondaire dynamique de 10^{-6} bar.

Le chauffage

Le chauffage est réalisé par induction par l'intermédiaire d'un générateur de puissance (6 kW). L'inducteur est un solénoïde en tube de cuivre refroidi à l'eau, dont la position peut être modifiée au cours de l'essai par un déplacement vertical et motorisé, qui permet de réduire les écarts de température et de tendre vers l'homogénéité thermique du matériau. Les

vitesses de chauffage sont pilotées et régulées grâce à un thermocouple directement soudé sur la surface de l'échantillon. trois types de thermocouple peuvent être utilisés afin de couvrir une large étendue de températures (types K, S et J).

L'homogénéité de température dans la zone utile de l'échantillon est une condition indispensable pour atteindre des résultats pertinents. Afin de contrôler en continu l'homogénéité de température de l'échantillon, nous avons soudé en plus du thermocouple de régulation Pt-Pt Rh 10 %, deux autres thermocouples Pt-Pt Rh 10 % aux extrémités de la partie utile de l'échantillon, à proximité des têtes. Pour améliorer l'homogénéité de température, nous avons intercalé entre l'inducteur et l'échantillon, un tube en alumine. L'alumine est un matériau isolant électrique insensible aux courants inductifs. Ce tube en alumine nous permet d'éviter les pertes thermiques par rayonnement dans le vide et de limiter l'écart maximal entre le centre et les têtes de l'échantillon à plus ou moins 5°C.

Le refroidissement

Le refroidissement est régulé en agissant sur une vanne à débit gazeux variable et sur le dispositif de chauffage. En fonction de la vitesse de refroidissement et des profils thermiques suivis pendant le refroidissement, différentes configurations de commande de la vanne de soufflage et du générateur à induction sont déterminées. Les gaz de refroidissement sont, au choix, l'air, l'azote hydrogéné ou l'hélium.

Dans le cas des essais isothermes réalisés, l'éprouvette de traction est refroidie naturellement et sous vide secondaire entre la température d'homogénéisation (choisie égale à 920°C dans le cas du β -Cez) et la température de transformation étudiée. Les échantillons de titane sont refroidis à l'hélium à partir de la température de transformation isotherme jusqu'à la température ambiante, pour atteindre des vitesses de refroidissement très élevées et figer la structure des échantillons partiellement transformés.

Dans le cas des essais anisothermes, l'éprouvette de traction subit un refroidissement contrôlé et sous vide secondaire à partir de la température d'homogénéisation jusqu'à la température ambiante

La partie mécanique

Un vérin hydraulique à double effet permet d'appliquer une charge maximale de 2000 daN en traction ou en compression. Le système hydraulique est piloté par l'intermédiaire d'une servovalve, dont le pilotage peut se faire dans un des trois modes suivants : force, déplacement du vérin ou déformation de l'échantillon. Un changement automatique et programmé du mode d'asservissement (force, déplacement ou déformation) est possible en cours d'essais : pendant le chauffage ou pendant un palier de température, une faible

précharge (10 daN) est appliquée à l'échantillon afin que le contact entre le mors et la butée fixe soit assuré pendant toute la durée de l'essai, le mode de régulation étant la force. Au moment de la traction, la régulation se fait en mode déformation, et lorsque la traction est terminée, elle se fait de nouveau en force. Le pourcentage de déformation et la durée de l'essai, indiqués par l'opérateur dans son programme, permettent de réaliser une traction à vitesse de déformation constante ($\dot{\epsilon} = dl/l_0$), la longueur de la partie utile l_0 de l'échantillon étant un des paramètres d'entrée du programme.

La mesure de la déformation

La mesure de la déformation de l'éprouvette est assurée par des tiges de silice directement en contact avec l'échantillon. Le montage expérimental est schématisé sur la figure A.I.3. Les deux tiges qui se déplacent dans les têtes creuses de l'éprouvette, permettent la mesure de la déformation d'une zone voisine de la partie utile de l'échantillon.

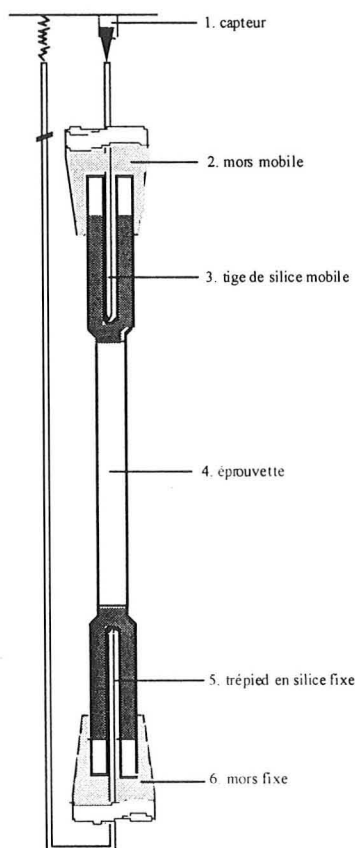


Figure A.I.3 : Schéma du dispositif utilisé pour la mesure de la déformation de l'échantillon.

Annexe II
Diffraction des rayons X

Diffraction des rayons X

L'exploitation de l'ensemble des résultats est basée sur les travaux de B. Cormier [5]. Tous les dosages ainsi que les calculs ont été faits au laboratoire par M. Zandona. La quantification des phases α et β a été réalisée à partir des trois raies de la phase cubique centrée (β) et des huit raies de la phase hexagonale (α).

Les acquisitions ont été faites sur un goniomètre quatre cercles xyz afin d'éviter l'effet de la taille de grain. Les échantillons analysés ont préalablement été polis afin d'éliminer au moins partiellement l'érouissage superficiel pouvant apparaître lors du découpage de l'échantillon. Les échantillons sont montés sur un support tournant (600 tr/mn) qui permet simultanément la rotation en φ (ou ϕ) (phi) et le balayage $\theta/2\theta$. A chaque passage de l'échantillon, ce dernier est incliné d'un degré suivant l'axe χ (douze heures de temps d'acquisition). L'inclinaison après chaque pas de temps varie de 0° à 30° . En amont de l'échantillon, se trouve une anode au cobalt avec un filtre en fer et un collimateur avant de diamètre 3 mm. En aval de l'échantillon est placé un détecteur à localisation linéaire et en avant de celui-ci, un filtre en fer afin d'atténuer la fluorescence. Rappelons la définition de l'intensité diffractée par une famille de plans $\{hkl\}$:

$$I = \left(\frac{I_0 \cdot e^4}{m^2 \cdot c^4} \right) \left(\frac{\lambda^3 \cdot A}{32\pi r} \right) \left(\frac{1}{V^2} \right) \left(F \cdot F^* \cdot P \cdot \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2\theta \cdot \cos\theta} \right) \left(\frac{e^{-2M}}{2\mu} \right) \quad (\text{A.II.1})$$

I_0 : Intensité du rayonnement incident

e, m : respectivement charge et masse de l'électron

c : vitesse de la lumière

λ : longueur d'onde du rayonnement incident

r : rayon de la chambre de Debye Scherer (D.S)

A : volume de la maille cristalline

F : facteur de structure

P : facteur de multiplicité des plans $\{hkl\}$

e^{-2M} : facteur de température de Debye

μ : coefficient d'absorption linéaire des rayons X par l'alliage

L'intensité diffractée par une famille de plans {hkl} d'une phase donnée dépend également de la proportion de cette phase dans le matériau analysé. Cette expression est par conséquent directement utilisable pour la quantification de phases d'un échantillon donné. De la même manière que l'a présentée B. Cormier [5], la relation (A.II.1) peut être simplifiée en posant :

$$K = \left(\frac{I_0 \cdot e^4}{m^2 \cdot c^4} \right) \left(\frac{\lambda^3 \cdot A}{32\pi r} \right) \quad (\text{A.II.2})$$

$$R = \left(F \cdot F^* \cdot P \cdot \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2\theta \cdot \cos\theta} \right) e^{-2M} \quad (\text{A.II.3})$$

$$I = K R (2\mu)^{-1} \quad (\text{A.II.4})$$

Comme l'alliage β -cez est biphasé, le rapport des taux de phases α et β est égal au rapport des intensités intégrées de ces mêmes phases :

$$\frac{C_\alpha}{C_\beta} = \frac{\frac{1}{n_\alpha} \sum n_\alpha \frac{I_{(hkl)}^\alpha}{R_{(hkl)}^\alpha}}{\frac{1}{n_\beta} \sum n_\beta \frac{I_{(hkl)}^\beta}{R_{(hkl)}^\beta}} \quad (\text{A.II.5})$$

$$C_\alpha + C_\beta = 1 \quad (\text{A.II.6})$$

avec

$I_{(hkl)}^\alpha$ = aire d'un pic α

$I_{(hkl)}^\beta$ = aire d'un pic β

n_α = nombre de pics α

n_β = nombre de pics β

Les différents facteurs intervenant dans cette expression, sont calculés à partir du logiciel LAZY PULVERIX.

Annexe III

Analyse de la composition chimique locale

sur des échantillons ayant subi une transformation isotherme sans déformation à partir du domaine β

A.III.1. Méthode expérimentale

Les analyses de composition chimique par microsonde sont précédées d'une sélection des zones d'intérêt à partir d'images obtenues par microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés). Les variations de concentration en éléments d'alliage sont mesurées dans ces zones suivant certains axes d'étude, dont le choix dépend des morphologies des phases en présence. L'étendue de la mesure suivant ces axes est déterminée précisément en fixant le premier et le dernier point d'analyse, ainsi que le nombre total de points à analyser sur chaque axe étudié.

Détermination des axes de mesure

Les axes choisis se classent suivant trois catégories différentes et sont schématisés sur la figure A.III.1.

- L'axe de type **A** est parallèle à la direction commune des lamelles de phase α_{WGB} d'une colonie donnée. L'analyse de la variation de composition chimique se fait à partir du joint de grain suivant une lamelle de phase α_{WGB} , puis se poursuit à l'intérieur du grain.
- L'axe de type **B** est parallèle à la direction du joint de grain ex- β présentant de la phase α_{GB} . Cet axe est aussi parallèle au front de croissance de la colonie de lamelles de phase α_{WGB} . Il est tracé à différentes distances du joint de grain et traverse transversalement les lamelles de α_{WGB} ainsi que les espaces interlamellaires.
- L'axe de type **C** débute au niveau du front de croissance de la colonie et s'étend jusqu'à l'intérieur du grain.

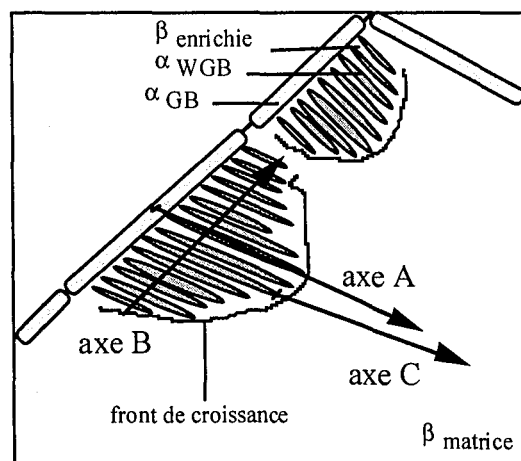


Figure A.III.1 : Représentation schématique des différents axes d'analyse

En ce qui concerne les axes de type A, leur détermination manuelle ne conduit pas toujours au choix d'un axe idéal, c'est à dire caractérisé par des points d'analyse se trouvant dans un domaine monophasé α (à l'intérieur d'une lamelle de phase α WGB exactement) pour la première partie de l'axe et se terminant à l'intérieur du grain (domaine monophasé β). En fait, il suffit que l'axe dévie de quelques degrés de l'axe idéal pour qu'il traverse successivement dans le sens longitudinal, la phase α et la phase β interlamellaire. La composition chimique mesurée le long de cet axe en aval du front de croissance, est en fait celle du mélange ($\alpha+\beta$ interlamellaire) et non pas celle de la phase α uniquement. Ceci est illustré par la figure A.III.2.

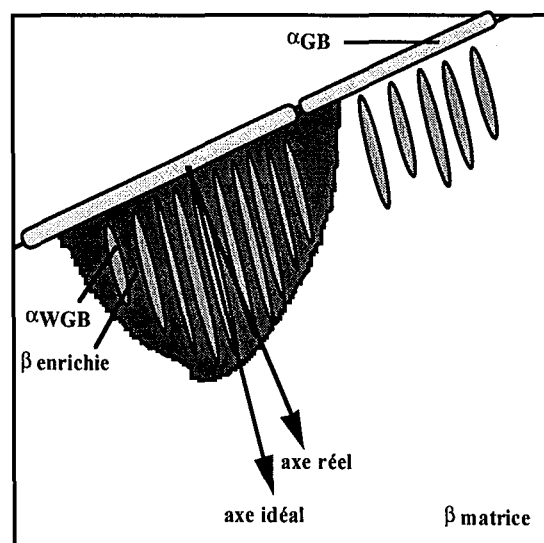


Figure A.III.2 : Représentation schématique des axes réel et idéal.

Résultats

Profils de concentration

Nous présentons sur la figure A.III.3 les profils de concentration des éléments d'alliage du β -Cez lors d'une transformation complète à 830°C (axe 1), et sur la figure A.III.4 les profils obtenus lors d'une transformation de 36 mn à 790°C (axe 6).

On distingue sur la figure A.III.3 un gradient de concentration délimité par les premier et deuxième points d'analyse et dont l'étendue n'est que de 3 ou 4 μm . Il correspond au profil "classique" de diffusion des éléments d'alliage au niveau de l'interface α/β . On observe au niveau du deuxième point d'analyse, un appauvrissement net de la concentration en aluminium, qui devient inférieure à sa teneur moyenne, ainsi qu'un enrichissement en éléments bétagènes juste devant l'interface.

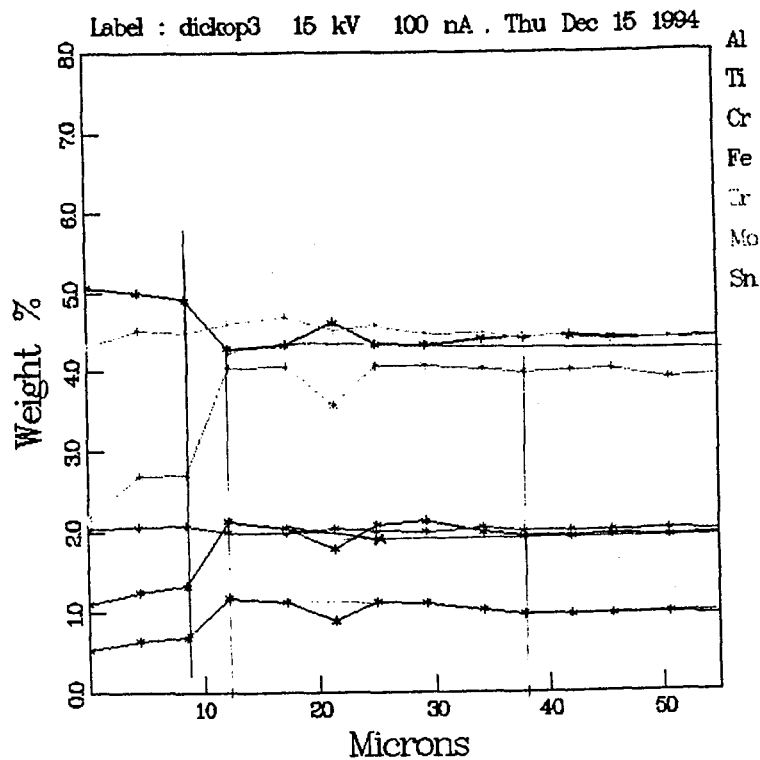


Figure A.III.3 : Profils de concentration des éléments d'alliage du β -CeZ lors d'une transformation complète à 830°C (axe 1).

L'ensemble du mécanisme complet de diffusion des éléments d'alliage au travers de l'interface α/β est en fait délimité par les points 1 à 6. Au niveau du deuxième point d'analyse, la teneur en aluminium a atteint sa valeur la plus faible. La concentration en aluminium augmente ensuite légèrement de moins de 0,3% pour atteindre au point 6 sa valeur d'équilibre dans le domaine monophasé β . En ce qui concerne les éléments bétagènes, leurs teneurs ont atteint leurs valeurs maximales au point 2 et diminuent ensuite entre les points 2 et 6 en même temps que l'augmentation de la teneur en aluminium. L'étendue de diffusion de ces éléments d'alliage à partir de l'interface α/β jusqu'au coeur du grain, est de l'ordre de 30 μm (distance entre les points 2 et 6).

Les profils de concentration présentés sur la figure A.III.3 mettent en évidence l'enrichissement en éléments bétagènes juste devant le front de croissance. Les teneurs en étain et zirconium (éléments neutres) ne varient pratiquement pas d'un domaine à l'autre quelle que soit la température de transformation étudiée. Cependant, l'étain semble montrer une légère tendance alphasène alors que le comportement du zirconium est plus proche de celui d'un élément bétagène. La teneur en étain est maximale dans le domaine α où la teneur en aluminium est aussi la plus élevée, alors que la teneur en zirconium dans ce même domaine est minimale. Les amplitudes de variation de concentration de ces éléments sont cependant beaucoup plus faibles que celles rencontrées dans le cas de l'aluminium.

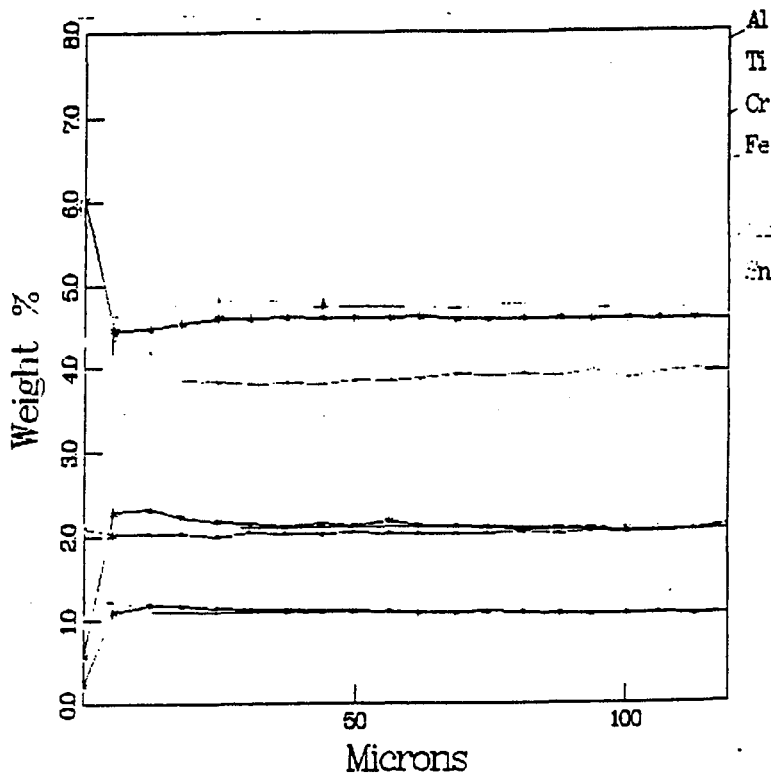


Figure A.III.4 : Profils de concentration des éléments d'alliage du β -Cez lors d'une transformation de 36 mn à 790°C (axe 6).

D'un point de vue quantitatif, les concentrations en éléments d'alliage sont exprimées en pourcentages massiques. Pour chaque température et durée de maintien isotherme, les valeurs des teneurs mesurées sont reportées suivant chaque axe d'étude dans les différents tableaux présentés ci-après. Les résultats sont présentés de la manière suivante : on reporte, dans le cas de aluminium, deux valeurs, qui sont successivement la teneur maximale dans les phases riches en α (désignées par 1) et la teneur minimale dans les phases riches en β (désignées par 2), et inversement dans le cas des éléments bétagènes. Les désignations "phases riches en éléments alphagènes" (1) et "phases riches en éléments bétagènes" (2) ont été choisies car les mesures effectuées ne permettent pas toujours de parler de domaine monophasé α ou β . L'étendue de diffusion des éléments d'alliages a été mesurée dans le domaine riche en phase β . La classification des types d'axes est également présentée dans le tableau A.III.1 Lorsque les profils de concentration ne permettent pas une détermination explicite des valeurs des étendues de diffusion, celles-ci ne sont pas reportées dans le tableau. D'autre part, les concentrations mesurées pour des axes de type B n'apparaissent pas dans le tableau, car les mesures de concentration réalisées transversalement aux lamelles de α_{WGB} sont fortement influencées par l'épaisseur de ces lamelles. Nous ne présentons que les résultats les plus significatifs.

température de transformation	domaine	Ti %	Al % e	Cr % e	Fe % e	Cr % e	Mo % e	Sn % e	Type d'axe
-------------------------------	---------	------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	------------

830°C/FT

axe n°1	1	85,3	6,0	0,6	0,2	4,3	1	2,1	C
	2	80,5	4,5 32,6	2,3 76,6	1,2 75,2	4,6 24,8	4,6 12,4	2,1 -	
axe n°3	1	78,7	4,5	2,2	1	4,6	3,8	2,0	C
	2	78,2	4,3 35,1	2,4 35,7	1,2 53,3	4,7 -	4,2 12,3	2,0 -	
axe n°6	1	80,1	5,8	0,5	0,1	4,2	3,8	2,1	A
	2	75,3	4,1 39,8	2,3 22,7	1,1 22,7	4,6 2,6	5,0 16,0	2,1 -	

790°C/36'

axe n°1	1	77,8	5,2	1,4	0,8	4,4	3,1	2,1	C
	2	76,2	4,3 4,5	2,3 4,5	1,1 22,3	4,6 26,5	4,4 4,5	2,0 -	
axe n°2	1	80,1	5,4	0,8	0,3	4,4	1,6	2,1	C
	2	75,4	4,3 4,4	2,2 4,4	1,1 17,8	4,6 31,2	4,3 4,4	2,0 -	
axe n°4	1	74,4	4,6	1,6	0,7	4,5	3,2	2,0	C
	2	72,4	3,9 19,5	2,5 14,7	1,3 19,5	4,6 20,0	4,7 14,7	2,0 -	
axe n°6	1	76,5	5,1	1,1	0,5	4,3	2,2	2,0	C
	2	74,0	4,3 12,8	2,9 12,8	1,1 12,8	4,6 -	4,1 12,8	2,10 -	

790°C/26'

axe n°2	1	81,3	4,9	1,7	0,8	4,6	3,5	2,8	A
	2	79,7	4,6 28,1	2,2 28,1	1,1 28,1	4,4 -	4,4 28,1	2,7 -	

750°C/6'

axe n°2	1	76,5	4,5	2,0	0,9	4,7	4,0	2,1	C
	2	76,7	4,6 3,1	1,8 3,1	0,8 3,1	4,6 -	3,8 3,1	2,0 -	

légende :

e : étendue de la diffusion (μm)

1 : correspond à la phase "riche en α "

2 : correspond à la phase "riche en β "

A : axe de type A

C : axe de type C

FT : attribué dans le cas d'un maintien isotherme réalisé jusqu'à la fin de la transformation

Remarques

1) La concentration en aluminium dans la phase riche en α atteint sa valeur la plus élevée dans la cas d'une transformation à 830°C . Les valeurs obtenues pour les axes 1 et 7, qui sont des axes quasi-idéaux, s'accordent l'une avec l'autre, puisqu'elles sont respectivement égales à 6,0 et 6,1%. La concentration maximale de l'aluminium dans les phases riches en α est inférieure à ces valeurs lorsqu'il ne s'agit pas d'axes idéaux mais d'axes réels. D'autre part, on observe également une diminution de la teneur maximale en aluminium dans ces zones lorsque la température de transformation diminue (5,6% à 790°C et 4,9% à 750°C). Ces variations peuvent *a priori* être attribuées à deux facteurs:

- i) une variation en fonction de la température de la teneur en aluminium dans la phase riche en α
- ii) l'analyse d'un mélange ($\alpha+\beta$), moins riche en phase α .

Or, C. Angelier [2] a montré, par l'analyse des concentrations des différents éléments d'alliage dans la phase α , que la teneur en aluminium dans cette phase ne varie pratiquement pas avec la température de transformation. Aussi est-ce le deuxième facteur qui est à prendre en considération. Ceci n'est guère étonnant si l'on considère que l'épaisseur moyenne des lamelles diminue avec la température de transformation. En effet, l'épaisseur des lamelles est à 790°C déjà inférieure à la taille de la zone analysée, alors qu'à 830°C , l'épaisseur moyenne est supérieure à la taille de la zone analysée. Par conséquent, lorsque la température de transformation diminue, la probabilité d'analyser un mélange ($\alpha+\beta$) augmente car l'épaisseur des lamelles diminue. Par conséquent, les résultats concernant la phase riche en α correspondent le plus souvent à la mesure de concentration dans un mélange ($\alpha+\beta$), sauf pour les cas $830^\circ\text{C}/1^{\text{er}}$ axe et $830^\circ\text{C}/2^{\text{ème}}$ axe. Il est difficile dans ces cas là de déterminer la composition de la phase α .

2) L'étendue de diffusion de l'aluminium de la phase α vers la phase β est de l'ordre de 30 μm à l'issue d'une transformation complète à 830°C. Elle est comprise entre 15 et 20 μm pour des transformations complètes à 790°C. Pour une température de transformation de 750°C, elle n'est plus que de 3 μm . Ce comportement est logique car la mobilité des éléments est favorisée dans le domaine des températures élevées, de sorte qu'à haute température, ces éléments diffusent sur des distances élevées depuis l'extrémité des lamelles jusqu'à des zones éloignées du front de croissance.

Annexe IV

Mesure des taux de phases et des paramètres de maille par diffraction des rayons X

sur des échantillons ayant subi une transformation isotherme
avec ou sans déformation depuis le domaine β

Maintiens isothermes sans déformation

1. Evolution des taux de phase α en fonction du temps

L'ensemble des résultats réalisés lors de maintiens sans déformation jusqu'à la fin de la transformation sont reportés dans le tableau A.IV.1. L'ensemble des résultats réalisés lors de maintiens sans déformation interrompus sont rassemblés dans les tableaux A.IV.2 , A.IV.3, A.IV.4 et A.IV.5.

Température (°C)	Taux de phase			
	α final (%)	a_{β} (Å)	a_{α} (Å)	c_{α} (Å)
830 (170 mn)	29 - 30	3,2601 ± 0,00027	2,9339 ± 0,00023	4,6892 ± 0,00074
790 (81 mn)	39 - 40	3,2560 ± 0,00083	2,9355 ± 0,00026	4,6899 ± 0,00040
750 (61 mn)	46 - 47	3,2520 ± 0,00050	2,9358 ± 0,00023	4,6899 ± 0,00106
700 (36 mn)	56 - 57	3,2418 ± 0,0018	2,9367 ± 0,00023	4,6901 ± 0,00027
600 (14 mn)	61 - 62	3.237	2.9405	4.682

Tableau A.IV.1 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fin de transformation en fonction de la température de transformation isotherme($\epsilon=0$).

Température de transformation isotherme : 790°C

Durée du maintien	Taux de phase			
	α final (%)	a_{β} (Å)	a_{α} (Å)	c_{α} (Å)
26 mn	12	3,2607 ± 0,00026	2,9363 ± 0,00014	4,6913 ± 0,00041
36 mn	20	3,2599 ± 0,00026	2,9359 ± 0,00036	4,6908 ± 0,00097
46 mn	22	3,2602 ± 0,00038	2,9369 ± 0,00048	4,6886 ± 0,00138
56 mn	28 - 29	3,2601 ± 0,00035	2,9344 ± 0,00020	4,6903 ± 0,00033
81 mn	39 - 40	3,2560 ± 0,00083	2,9355 ± 0,00026	4,6899 ± 0,0004

Tableau A.IV.2 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 790°C($\epsilon=0$).

Température de transformation isotherme : 750°C

<i>Durée du maintien</i>	<i>Taux de phase α final (%)</i>	a_{β} (Å)	a_{α} (Å)	c_{α} (Å)
6 mn	11	3,2611 ± 0,00029	2,9297 ± 0,00013	4,7055 ± 0,00037
16 mn	22	3,2611 ± 0,00045	2,9361 ± 0,00013	4,6894 ± 0,00037
26 mn	30	3,26010 ± 0,00035	2,9630 ± 0,00034	4,6907 ± 0,00035
36 mn	48	3,2500 ± 0,00044	2,9354 ± 0,00019	4,6894 ± 0,00064
61 mn	46 - 47	3,2520 ± 0,00050	2,9358 ± 0,00023	4,6899 ± 0,00106

Tableau A.IV.3 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 750°C($\epsilon=0$).

Température de transformation isotherme : 700°C

<i>Durée du maintien</i>	<i>Taux de phase α final (%)</i>
2 mn	20
4 mn	47
6 mn	47
36 mn	56 - 57

Tableau A.IV.4 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 700°C($\epsilon=0$).

Température de transformation isotherme : 600°C

<i>Durée du maintien</i>	<i>Taux de phase α final (%)</i>	a_{β} (Å)	a_{α} (Å)	c_{α} (Å)
90 s	29	-	-	-
120 s	49	3,2616 ± 0,00026	-	-
150 s	53	3,2588 ± 0,00051	2,9418 ± 0,0068	4,6678 ± 0,00078
270 s	60	3,2413 ± 0,00036	2,9408 ± 0,00082	4,6678 ± 0,00078
840 s	61 - 62	3.237	2.9405	4.682

Tableau A.IV.5 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 600°C($\epsilon=0$).

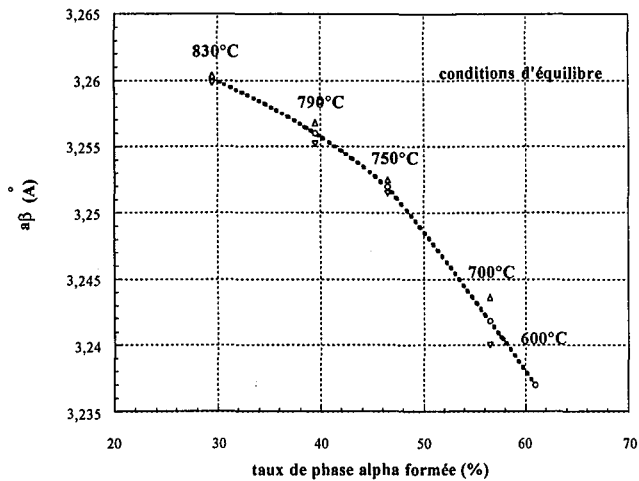


Figure A.IV.1 : Variations du paramètre de maille a_β en fonction de la température de transformation (conditions d'équilibre).

2. Evolution des paramètres de maille en fonction du temps

Formation de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$)

L'évolution en fonction du temps des paramètres de maille, a été comparée aux cinétiques de variation de résistivité et d'évolution des taux de phase α .

Paramètre a_β

L'évolution du paramètre a_β en fonction du temps est illustrée sur la figure A.IV.2 pour des transformations isothermes à 790 et 750°C. Cette figure montre que les évolutions du paramètre de maille de la phase β et du taux de phase α ne sont pas corrélées à 790 et 750 °C, la première étant décalée vers des temps nettement plus longs par rapport à la deuxième.

Lors d'un maintien isotherme à 790°C, le paramètre a_β reste invariant durant les 56 premières minutes de la transformation et ne commence à décroître qu'à partir de cet instant de la transformation. Cette décroissance est notable et continue jusqu'aux derniers instants de la précipitation. Le taux de phase formée après 56 mn de maintien est de 29%, ce qui signifie que 72% du taux maximal de phase α pouvant se former à cette température se sont déjà formés. En d'autres termes, à 790°C, le paramètre a_β ne varie que pendant le dernier quart de la transformation.

Pour une température de transformation de 750°C , le paramètre a_{β} commence à diminuer au bout de 16 mn de maintien. Cette décroissance n'est significative qu'à partir de 26 mn et elle est continue jusqu'à 36 mn. On observe une très légère croissance de ce paramètre après 36 mn de maintien. Il est intéressant de constater que le taux de phase formée après 26 mn de maintien s'élève à 30% et correspond de ce fait à un degré d'avancement de la transformation égal à 64%. Après 36 mn de maintien, la totalité de la phase α pouvant se former à 750°C a précipité. Finalement, nous pouvons en conclure que, pour une température de transformation de 750°C , le paramètre a_{β} ne varie que pendant le dernier tiers de la transformation. Une fois la transformation achevée, ce paramètre ne varie pratiquement plus même si l'on peut observer une très légère croissance de celui-ci.

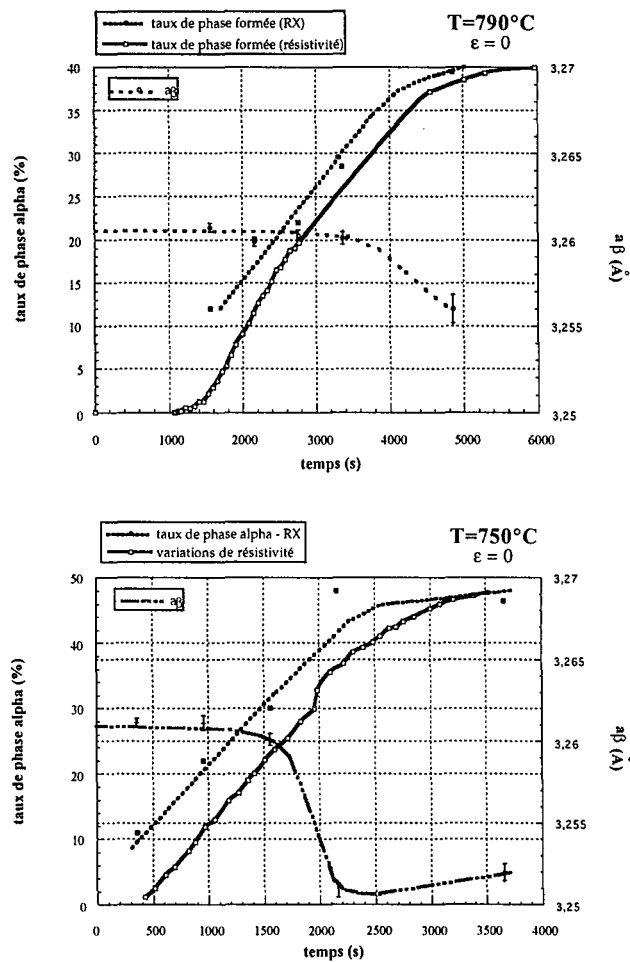


Figure A.IV.2 : Variations du paramètre de maille a_{β} de la phase β au cours de transformations isothermes à 790°C (a) et 750°C (b)

Paramètre c_α

L'évolution du paramètre c_α en fonction du temps est illustrée sur la figure A.IV.3 pour des transformations isothermes à 790 et 750°C. Nous observons que ce paramètre varie légèrement au cours d'un maintien isotherme à 790 ou 750°C.

Pour une température de maintien de 790°C, ce paramètre diminue de manière continue pendant les 46 premières minutes et se stabilise ensuite. De la même manière, la variation de ce paramètre est achevée au bout de 16 mn de maintien à 750°C. Il est intéressant de noter que pour ces deux températures de transformation, la diminution de c_α est terminée bien avant que le paramètre a_β ne commence lui-même à diminuer. De plus, le taux de phase α qui est atteint lorsque ce paramètre cesse de diminuer, est égal à 22% à 790°C et à 750°C.

En d'autres termes, dans ce domaine de température, ce paramètre ne varie qu'au début de la transformation et cesse de diminuer une fois achevé le premier quart de la transformation.

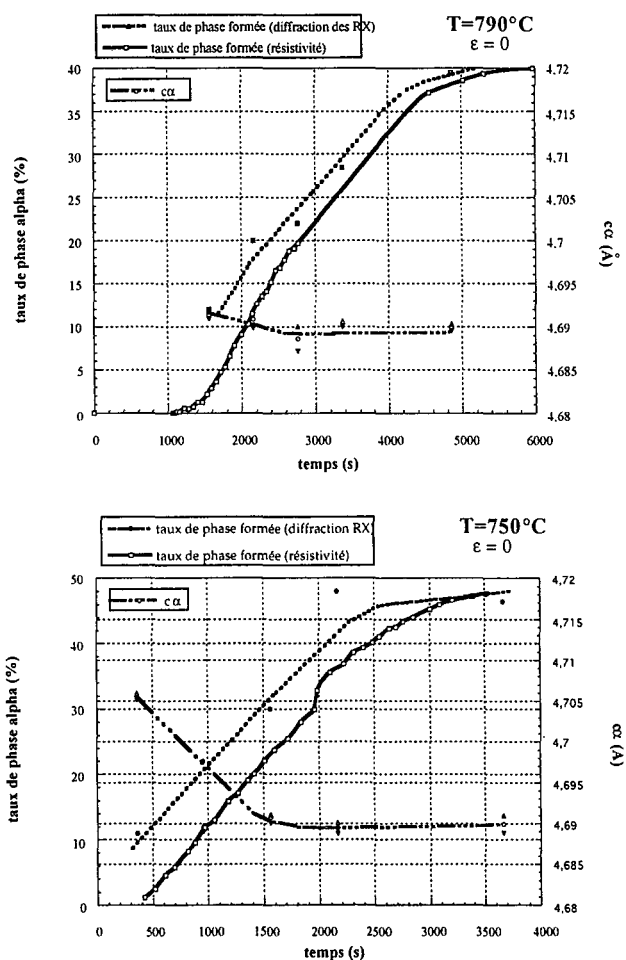


Figure A.IV.3 : Variations du paramètre de maille c_α de la phase α au cours de transformations isothermes à 790°C(a) et 750°C (b)

Paramètre a_α

L'évolution du paramètre a_α en fonction du temps est illustrée sur la figure A.IV.4 pour une transformation isotherme à 790°C. A cette température de transformation, la diminution du paramètre a_α se situe dans l'intervalle de temps compris entre 46 mn et 56 mn, c'est à dire juste avant que le paramètre a_β ne commence à décroître et juste après la variation de c_α .

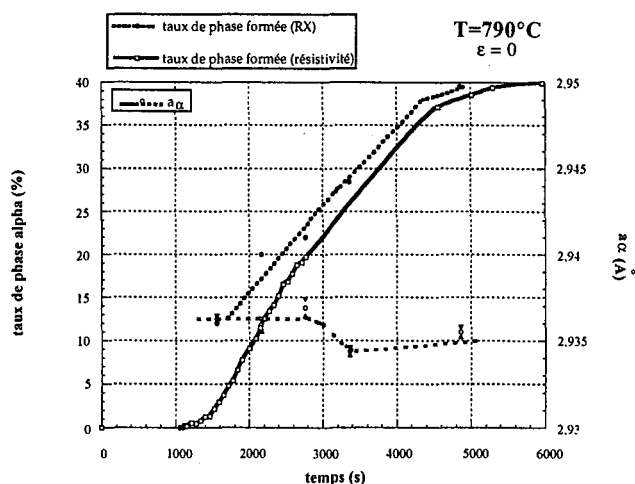


Figure A.IV.4 : Variations du paramètre de maille a_α de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 790°C

Formation de α WI

L'évolution en fonction du temps des paramètres de maille, a été comparée aux cinétiques de variation de résistivité et d'évolution des taux de phase α pour une température de transformation isotherme de 600°C.

Paramètre a_β

L'évolution du paramètre a_β en fonction du temps est illustrée sur la figure A.IV.5. On observe une nette diminution du paramètre a_β pendant les cinq premières minutes du maintien isotherme. Les résultats obtenus par S.Bein [3] montrent que ce paramètre n'a pas évolué pendant la première minute de maintien isotherme, alors que 50% de phase α se sont déjà formés, ce qui signifie que plus de 80% de la transformation est déjà achevée lorsque le paramètre commence à peine à diminuer.

En ce qui concerne les résultats déterminés au laboratoire, le taux de phase formée n'atteint 50% qu'au bout de 2 mn de maintien de transformation, ce qui laisse supposer que la valeur du paramètre était constante jusqu'à cet instant.

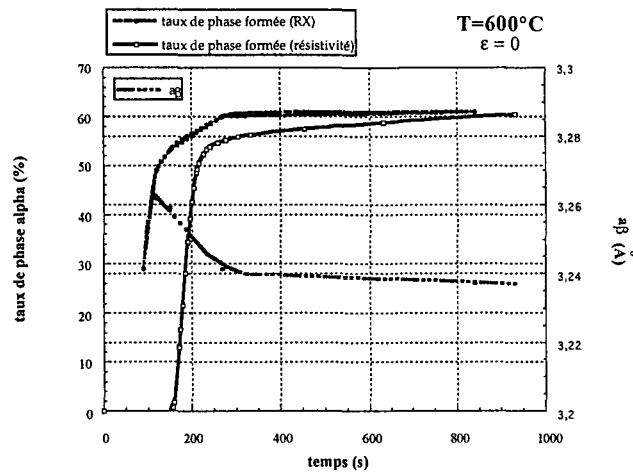


Figure A.IV.5 : Variations du paramètre de maille a_{β} de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 600°C

Paramètre c_{α}

L'évolution du paramètre c_{α} en fonction du temps est illustrée sur la figure A.IV.6. Pour une température de 600°C , le paramètre c_{α} augmente de façon continue pas en fonction du temps à partir de 2 mn de maintien, mais nous ne pouvons rien en conclure quant aux premiers instants de la transformation.

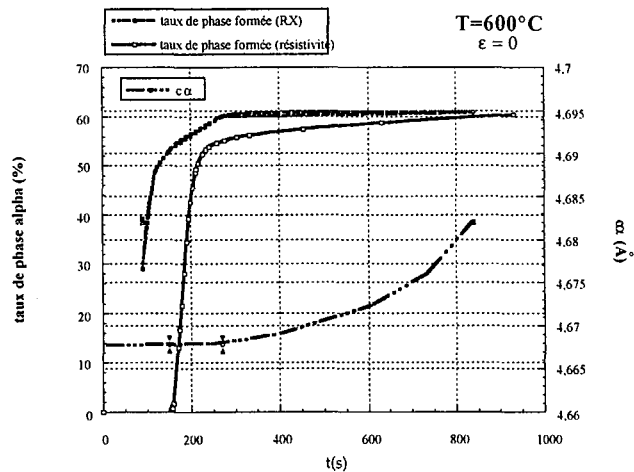


Figure A.IV.6 : Variations du paramètre de maille c_{α} de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 600°C

Paramètre a_α

L'évolution du paramètre a_α en fonction du temps est illustrée sur la figure A.IV.7. Nous n'observons pas de variations sensibles du paramètre a_α à basse température.

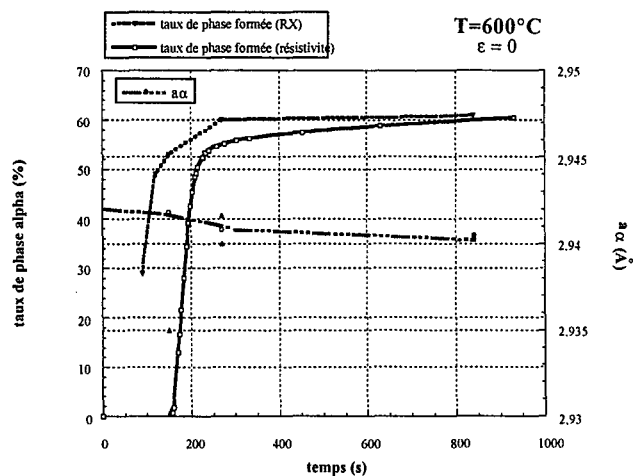


Figure A.IV.7 : Variations du paramètre de maille c_α de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 600°C

Maintiens isothermes avec déformation

L'ensemble des résultats réalisés lors de maintiens avec déformation jusqu'à la fin de la transformation sont reportés dans le tableau A.IV.6. L'ensemble des résultats réalisés lors de maintiens avec déformation interrompus sont rassemblés dans les tableaux A.IV.7 et A.IV.8.

<i>Température de transformation isotherme (°C)</i>	<i>Taux de phase α final (%)</i>
830 (200 mn)	30
790 (60 mn)	34
750 (50 mn)	43
700 (6 mn)	51
600 (8 mn)	59

Tableau A.IV.6 : Variation des taux de phase α en fin de transformation en fonction de la température de transformation isotherme ($\epsilon=0,25$).

Température de transformation isotherme 700°C

<i>Durée du maintien</i>	<i>Taux de phase α final (%)</i>
2 mn	22
4 mn	27
6 mn	51

Tableau A.IV.7 : Variation des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 700°C ($\epsilon=0,25$).

Température de transformation isotherme 600°C

<i>Durée du maintien</i>	<i>Taux de phase α final (%)</i>
2 mn	32
2 mn 30 s	62
4 mn 30 s	64
8 mn	59

Tableau A.IV.8 : Variation des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 600°C ($\epsilon=0,25$).

Annexe V
Cinétique de transformation de phase sous conditions
anisothermes

A.V.1 Simulation de la cinétique de transformation de phase au cours d'un refroidissement continu

A.V.1.1 Alliage β -Cez

o Troisième domaine de transformation non pris en compte (jeu de données n°1)

Cinétiques anisothermes simulées

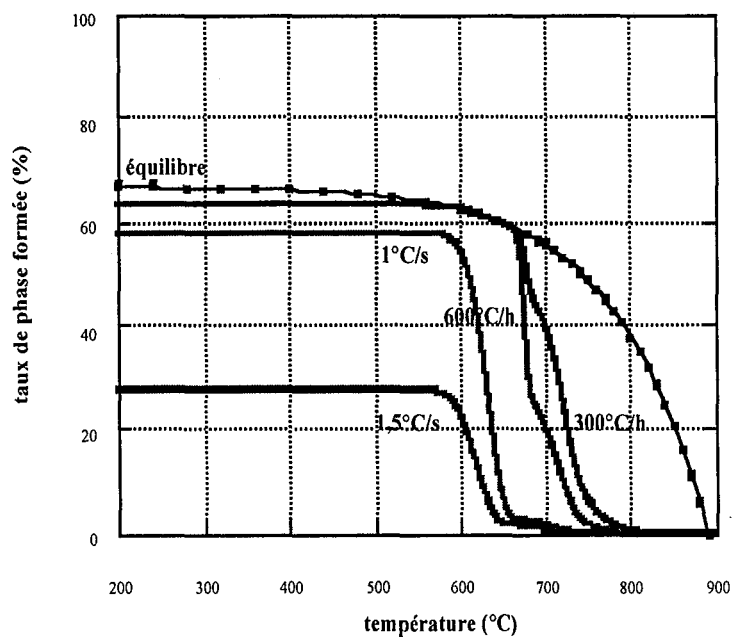


Figure A.V.1 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Taux des différentes phases formées

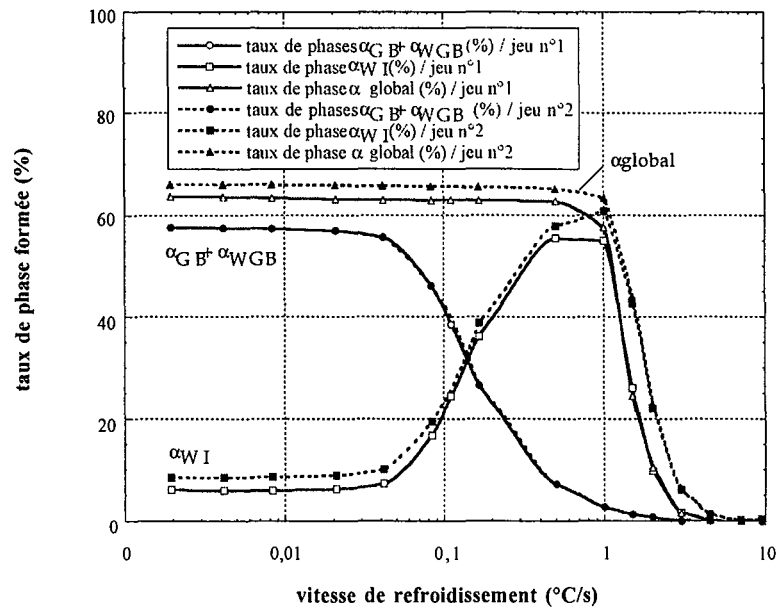


Figure A.V.2 : Evolutions en fonction de la vitesse de refroidissement des taux finaux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} et du taux final global de phase α (3ème domaine de transformation non pris en compte).

Diagrammes TRC

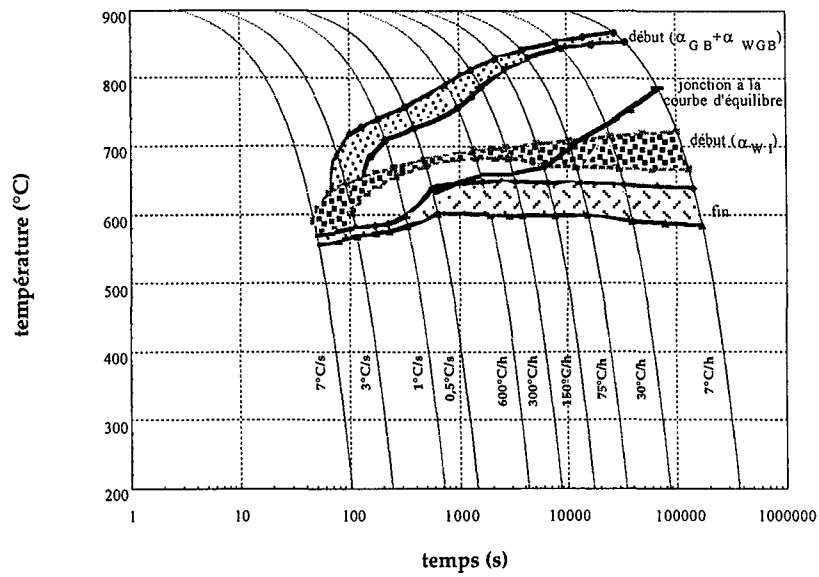


Figure A.V.3 : Diagramme TRC de l'alliage β -Cez obtenu par simulation numérique (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Vitesse de refroidissement	Températures de début ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) (°C)	Températures de début α_{WI} (°C)	Température T_e de jonction à la courbe d'équilibre (°C)
9,5°C/s	-	-	
7°C/s	-	591 - /	-
4,5°C/s	-	629 - /	-
3°C/s	687 - /	645 - 602	-
2°C/s	716 - /	654 - 632	-
1,5°C/s	727 - 685	660 - 643	-
1°C/s	739 - 708	668 - 656	-
0,5°C/s	758 - 726	680 - 672	621
600°C/h	791 - 757	693 - 684	653
400°C/h	804 - 774	696 - 684	653
300°C/h	812 - 787	698 - 683	654
150°C/h	829 - 813	703 - 672	657
75°C/h	841 - 830	707 - 670	663
30°C/h	853 - 845	713 - 668	725
15°C/h	861 - 850	717 - 667	765
7°C/h	867 - 853	721 - 667	781

Tableau A.V.1 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de début de transformation et sur la température de jonction à la courbe d'équilibre (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Vitesse de refroidissement	Domaine de fin de transformation (°C) (jeu de données n°1)
9,5°C/s	-
4,5°C/s	574 - 562
3°C/s	580 - 568
2°C/s	583 - 572
1,5°C/s	586 - 575
1°C/s	598 - 586
0,5°C/s	638 - 602
600°C/h	648- 600
300°C/h	648 - 599
150°C/h	647 - 599
75°C/h	645 - 594
30°C/h	643 - 590
15°C/h	641 - 587
7°C/h	639 - 584

Tableau A.V.2 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de fin de transformation (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Vitesse de refroidissement	Taux de phase ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) final (%)	Taux de phase α_{WJ} final (%)	Taux de phase α global final (%)	Taux de phase α global (%) formée à la température T_e
9,5°C/s	0	0	0	-
7°C/s	0	0,0001	0,0001	-
4,5°C/s	0	0,1	0,1	-
3°C/s	0,1	1,6	1,7	-
2°C/s	0,7	9,8	11	-
1,5°C/s	1,3	26	27	-
1°C/s	2,7	55	58	-
0,5°C/s	7,2	55	62	61
600°C/h	27	36	63	59
400°C/h	39	24	63	59
300°C/h	46	17	63	59
150°C/h	56	7,3	63	59
75°C/h	57	6,3	633	55
30°C/h	57	6	6339	52
15°C/h	58	6	64	49
7°C/h	58	6	64	43

Tableau A.V.3 : Influence de la loi de refroidissement sur les taux de phase α formée (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

o Troisième domaine de transformation pris en compte (jeu de données n°2)

Vitesse de refroidissement	Températures de début ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) (°C)	Températures de début α_{WI} (°C)	Température T_e de jonction à la courbe d'équilibre (°C)
9,5°C/s	-	461 - /	
7°C/s	-	588 - /	-
4,5°C/s	-	629 - 477	-
3°C/s	687 - /	644 - 601	-
2°C/s	716 - /	654 - 632	-
1,5°C/s	728 - 685	660 - 643	-
1°C/s	739 - 708	668 - 656	-
0,5°C/s	758 - 726	679 - 672	625
600°C/h	791 - 757	693 - 683	653
300°C/h	812 - 788	699 - 684	650
150°C/h	829 - 814	703 - 673	650
75°C/h	842 - 830	707 - 670	659
30°C/h	854 - 845	713 - 669	660
15°C/h	861 - 850	717 - 667	740
7°C/h	867 - 853	721 - 667	742

Tableau A.V.4 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de début de transformation et sur la température de jonction à la courbe d'équilibre (3^{ème} domaine de transformation pris en compte)

Vitesse de refroidissement	Domaine de fin de transformation (°C) (jeu de données n°2)
9,5°C/s	428 - 415
4,5°C/s	447 - 435
3°C/s	454 - 439
2°C/s	461 - 444
1,5°C/s	472 - 450
1°C/s	543 - 473
0,5°C/s	607 - 491
600°C/h	600 - 493
300°C/h	600 - 491
150°C/h	595 - 491
75°C/h	594 - 492
30°C/h	593 - 491
15°C/h	593 - 490
7°C/h	593 - 488

Tableau A.V.5 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de fin de transformation (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Vitesse de refroidissement	Taux de phase ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) final (%)	Taux de phase α_{WI} final (%)	Taux de phase α global final (%)	Taux de phase α global (%) formée à la température T_e
9,5°C/s	0	0,004	0,004	-
7°C/s	0	0,2	0,2	-
4,5°C/s	0	1,3	1,3	-
3°C/s	0,1	6,2	6,3	-
2°C/s	0,7	22	23	-
1,5°C/s	1,3	43	44	-
1°C/s	2,7	61	64	-
0,5°C/s	7,2	58	65	61
600°C/h	27	39	66	59
300°C/h	46	20	66	59
150°C/h	56	10	66	59
75°C/h	57	9	66	55
30°C/h	57	8,60	66	52
15°C/h	58	8,5	66	49
7°C/h	58	8,4	66	43

Tableau A.V.6 : Influence de la loi de refroidissement sur les taux de phase α formée (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

A.V.1.2 Alliage 10.2.3

Vitesse de refroidissement	Température de début ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) (°C)	Température de début α_{WI} (°C)	Température T_e de jonction à la courbe d'équilibre : (°C)
9,5°C/s	-	551 - /	-
4,5°C/s	-	574 - /	-
3°C/s	-	588- 520	-
2°C/s	-	591 - 546	-
1,5°C/s	-	595 - 557	-
1°C/s	602 - /	602 - 569	-
0,5°C/s	643 - 622	613 - 584	510
600°C/h	674 - 663	629 - 605	549
400°C/h	683 - 675	633 - 611	558
300°C/h	689 - 682	637 - 614	557
150°C/h	700 - 696	644 - 616	560
75°C/h	707 - 704	652 - 595	564
30°C/h	714 - 711	660 - 583	574
15°C/h	719 - 714	665 - 582	664
7°C/h	722 - 717	670 - 581	684

Tableau A.V.7 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de début de transformation et sur la température de jonction à la courbe d'équilibre (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Vitesse de refroidissement	Domaine de fin de transformation (°C)
9,5°C/s	475 - 470
4,5°C/s	479 - 466
3°C/s	480 - 467
2°C/s	481 - 469
1,5°C/s	483 - 470
1°C/s	487 - 474
0,5°C/s	529 - 505
600°C/h	562 - 506
300°C/h	566 - 500
150°C/h	567 - 505
75°C/h	567 - 503
30°C/h	565 - 499
15°C/h	564 - 497
7°C/h	563 - 494

Tableau A.V.8: Influence de la loi de refroidissement sur les températures de fin de transformation (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Vitesse de refroidissement	Taux de phase ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) final (%)	Taux de phase α_{WI} final (%)	Taux de phase α global final (%)	Taux de phase α global (%) formée à la température T_e
9,5°C/s	0	0,02	0,02	-
4,5°C/s	0	0,5	0,5	-
3°C/s	0	2,1	2,1	-
2°C/s	0	8	8	-
1,5°C/s	0	19	19	-
1°C/s	0,2	46	46	-
0,5°C/s	3	65	68	64
600°C/h	16	52	68	65
400°C/h	26	42	68	65
300°C/h	34	34	68	65
150°C/h	53	15	68	65
75°C/h	61	7	68	65
30°C/h	62	5,7	68	64
15°C/h	63	5,5	68,5	54
7°C/h	63	5,49	68,23	50

Tableau A.V.9 : Influence de la loi de refroidissement sur les taux de phase α formée (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

A.V.2 Comparaison expérience-simulation :

Alliage β -Cez et troisième domaine de transformation non pris en compte

Diagrammes TRC

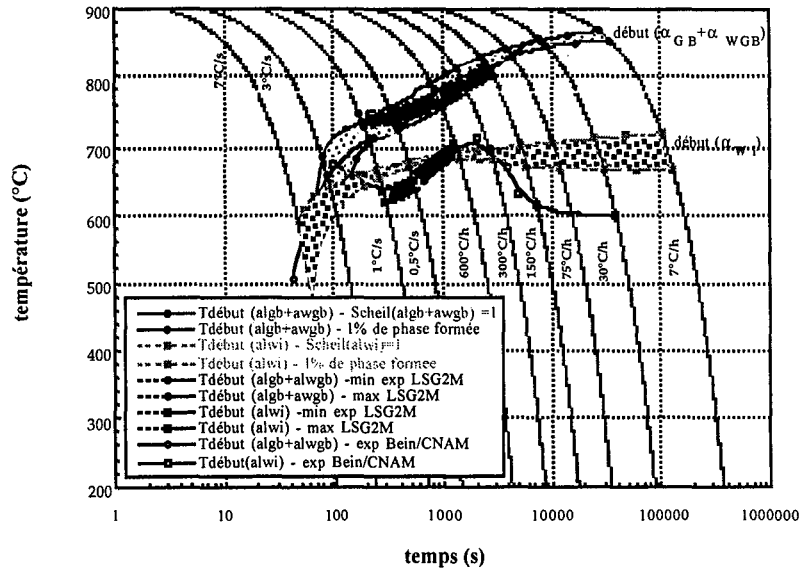


Figure A.V.4 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage β -Cez : températures de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} .

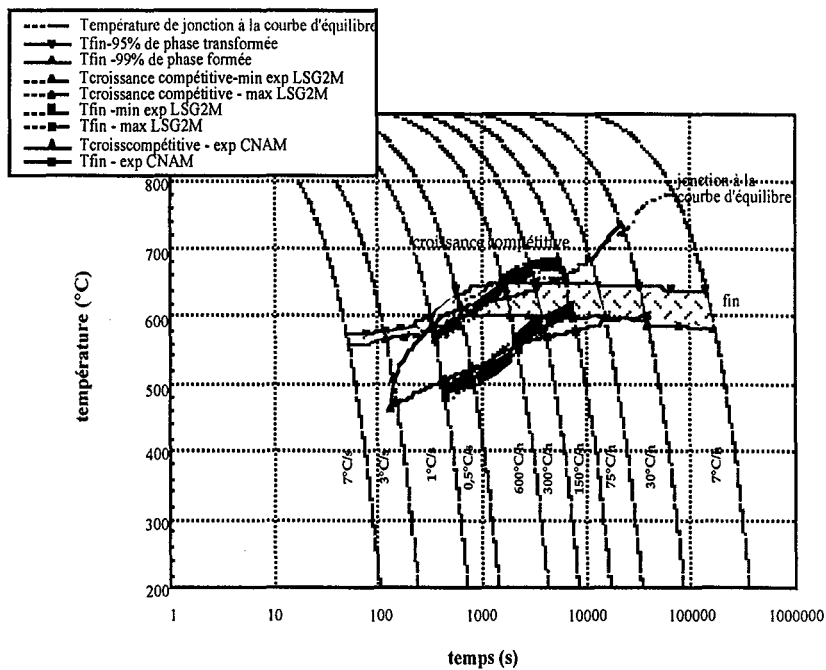


Figure A.V.5 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage β -CeZ : températures de jonction à la courbe d'équilibre et de fin de transformation.

Cinétiques de transformation anisothermes

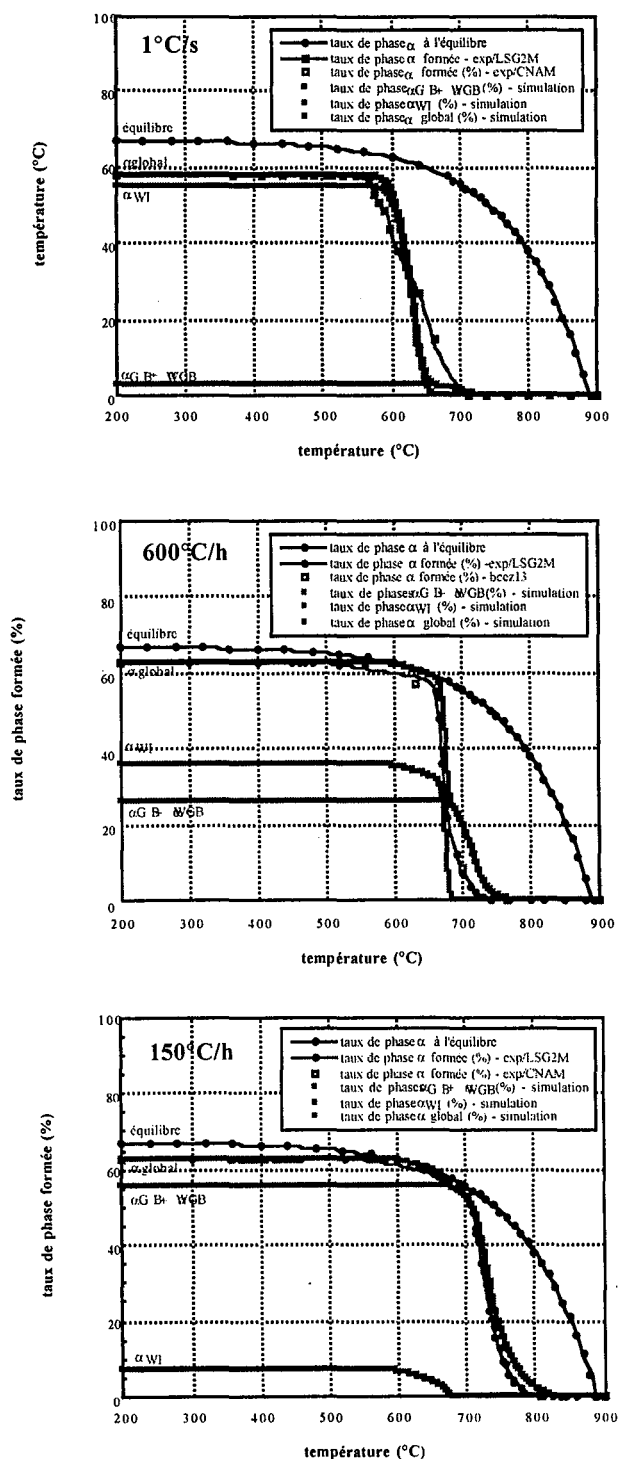


Figure A.V.6 : Comparaison des cinétiques globales, expérimentale et simulée, dans le cas d'une transformation de phase en régime anisotherme de l'alliage β -CeZ (3ème domaine de transformation non pris en compte).

TABLE DES ILLUSTRATIONS

Chapitre I

Figure I.1 : Représentation Schématique du diagramme pseudo-binaire d'alliages de titane.

Tableau I.1 : Composition chimique de l'alliage β -cez : analyse chimique sur le lingot de la coulée 201111 d'après les mesures réalisées par CEZUS.

Figure I.2 : Schéma d'une éprouvette de traction.

Figure I.3 : Cycles thermomécaniques effectués pour l'étude de l'influence de la déformation sur la transformations de phase $\beta \rightarrow \alpha$ sous conditions isothermes.

Figure I.4 : Cycles thermomécaniques effectués pour l'étude de l'influence de la déformation sur la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ sous conditions anisothermes.

Figure I.5 : Mesure de la résistivité électrique par la méthode des quatre pointes alignées [22].

Figure I.6 : Enregistrement de la variation de ddp lors d'un maintien isotherme sans déformation à 790°C.

Figure I.7 : Microstructure d'un échantillon ayant subi une transformation isotherme à 750°C pendant 36 mn.

Figure I.8 : Représentation schématique du taux d'occupation de la phase β transformée pour des températures de transformation supérieures à 750°C.

Chapitre II

Figure II.1 : Représentation schématique de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans l'alliage Ti-6Al-4V d'après H.Fujii et al [31].

Figure II.2 : Diagramme TTT de l'alliage β -Cez.

Figure II.3 : Cinétiques de variation de résistivité pour des maintiens isothermes entre 830°C et 650°C.

Figure II. 4 : Cinétiques de variation de résistivité pour des maintiens isothermes entre 600°C et 350°C.

Figure II.5 : Comparaison des variations de résistivité avec l'évolution des taux de phase α en fonction du temps. Influence de la température de transformation.

Figure II.6 : Comparaison des variations de résistivité en fonction du temps avec les variations de β transformée à 750°C.

Figure II.7 : Comparaison des variations de résistivité en fonction du temps avec les variations de β transformée à 700°C.

Figure II.8 : Comparaison des variations de résistivité avec les variations du taux de phase α en fonction du temps et celles du taux de β transformée à 750°C.

Figure II.9 : Comparaison des variations de résistivité avec les variations du taux de phase α en fonction du temps et celles du taux de β transformée à 700°C.

Figure II.10 : Comparaison des diagrammes TTT obtenus au LSG2M et au CNAM, par mesure des variations électriques.

Figure II.11 : Représentation des cinétiques de transformation de phase expérimentales à 830 et 750°C, sous la forme $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-t_d))$.

Figure II.12 : Représentation de la cinétique de transformation de phase expérimentale à 600°C sous la forme $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-t_d))$.

Figure II.13 : Représentation de la cinétique de transformation de phase expérimentale à 700°C sous la forme $\ln[\ln(1/1-y(t))] = f(\ln(t-t_d))$.

Figure II.14 : Variations du taux de phase α obtenu en fin de maintien isotherme en fonction de la température de transformation (conditions d'équilibre).

Tableau II.1 : Tableau récapitulatif des essais isothermes sans déformation réalisés.

Figure II.15 : Microstructure obtenue en fin de maintien isotherme à 830°C.

Figure II.16 : Microstructures obtenues à 790°C :

a) à l'issue d'un maintien de 26 mn,

b) à l'issue d'un maintien de 36 mn;

Figure II.17 : Microstructures obtenues à 790°C à l'issue d'un maintien de 55 mn

Figure II.18 : Microstructure obtenue en fin de maintien isotherme à 750°C.

Figure II.19 : Microstructures obtenues à 750°C :

a) à l'issue d'un maintien de 6 mn,

b) à l'issue d'un maintien de 16 mn,

c) à l'issue d'un maintien de 26 mn.

Figure II.20 : Microstructures obtenues à 750°C à l'issue d'un maintien de 36 mn

Figure II.21 : Microstructures obtenues à 700°C :

a) à l'issue d'un maintien de 2 mn,

b) à l'issue d'un maintien de 4 mn,

c) à l'issue d'un maintien de 6 mn.

Figure II.22 : Microstructures obtenues à 600°C :

a) à l'issue d'un maintien de 2 mn 30 s,

b) à l'issue d'un maintien de 4 mn 30 s.

Figure II.23 : Evolution de l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain en fonction de la température pour des maintiens isothermes jusqu'à la fin de la transformation.

Figure II.24 : Nombre de colonies de lamelles par grain en fonction du temps et de la température. Influence de la température de transformation.

Figure II.25 : Variation de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction de la température pour un maintien jusqu'à la fin de la transformation.

Figure II.26 : évolution en fonction du temps de l'épaisseur des lamelles de phase α et du rapport épaisseur/longueur de ces lamelles à 600°C.

Figure II.27 : Représentation schématique de la transformation cellulaire, adaptée au cas d'un alliage de titane β , d'après H. Fujii et al [42].

Figure II.28 : Epaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction du rapport $[T\beta/(T\beta - T)]$.

Figure II.29 : Diagramme TTT de l'alliage β -Cez : déconvolution du diagramme en trois courbes en C.

Chapitre III

Figure III.1 : Influence de la déformation sur les cinétiques de transformation isotherme à 830, 790 et 750°C.

Tableau III.1 : Influence d'une déformation plastique sur le temps de début et la durée de la transformation en fonction de la température.

Figure III.2 : Influence du taux de déformation sur la cinétique de transformation isotherme à 790°C pour une déformation appliquée à 920°C.

Figure III.3 : Influence du taux de déformation sur la cinétique de transformation isotherme à 790°C pour une déformation appliquée à 790°C.

Figure III.4 : Influence du taux de déformation sur la cinétique de transformation isotherme à 750°C pour une déformation appliquée à 790°C.

Tableau III.2. : Influence de la température de déformation sur la modification des temps de début et de la durée de la transformation.

Figure III.5 : Influence de la température de déformation sur la cinétiques de transformation isotherme à 790°C.

Tableau III.4 : Influence de la déformation sur la variation du taux de phase α en fin de transformation en fonction de la température de transformation.

Tableau III.5 : Tableau récapitulatif des essais isothermes réalisés avec ou sans déformation.

Figure III.6. : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 830°C :

- a) sans déformation,
- b) avec déformation de 25% à 920°C.

Figure III.7. : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 790°C :

- a) sans déformation ,
- b) avec déformation de 25% à 920°C,
- c) avec déformation de 25% à 830°C.

Figure III.8. : Microstructures d'échantillons obtenues à 790°C :

- a) sans déformation pendant 36 mn,
- b) avec déformation de 25% à 920°C pendant 30 mn,
- c) avec déformation de 25% à 790°C pendant 30 mn.

Figure III.9 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain en fonction de la température pour des maintiens isothermes jusqu'à la fin de la transformation.

Figure III.10 : Influence de la déformation et de la température de déformation sur le nombre de colonies de lamelles en fonction du temps pour des essais isothermes à 790°C et 700°C.

Figure III.11 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α en fonction de la température pour un maintien jusqu'à la fin de la transformation.

Figure III.12 : Influence de la déformation sur les cinétiques de variations de résistivité à 700°C et 600°C.

Figure III.13 : Comparaison des cinétiques de variations de résistivité avec l'évolution des taux de phase α en fonction du temps pour des maintiens isothermes à 700°C et 600°C. Influence de la déformation.

Tableau III.6 : Tableau récapitulatif des essais isothermes réalisés, avec ou sans déformation.

Figure III.14 : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 700°C :

- a) sans déformation,
- b) avec déformation de 25% à 920°C.

Figure III.15 : Microstructures d'échantillons obtenues à 700°C :

- a) maintien pendant 2 mn sans déformation,
- b) maintien pendant 2 mn avec déformation de 25% à 920°C,
- c) maintien pendant 4 mn sans déformation,
- d) maintien pendant 4 mn avec déformation de 25% à 920°C.

Figure III.16 : Microstructures d'échantillons obtenues en fin de transformation à 600°C :

- a) sans déformation,
- b) avec déformation de 25% à 920°C.

Figure III.17 : Microstructures d'échantillons obtenues à 600°C

- a) maintien pendant 2 mn 30 s sans déformation,
- b) maintien pendant 2 mn 30 s avec déformation de 25% à 920°C,
- c) maintien pendant 4 mn 30 s sans déformation,
- d) maintien pendant 4 mn 30 s avec déformation de 25% à 920°C.

Figure III.18 : Influence de la déformation sur l'évolution en fonction du temps de l'épaisseur moyenne des lamelles de phase α_{W} à 600°C.

Figure III.19 : Influence de la déformation sur l'évolution en fonction du temps du rapport de l'épaisseur sur la longueur des lamelles de phase α_{W} à 600°C.

Tableau III.7. : Influence de la déformation sur le taux de phase α en fin de transformation en fonction de la vitesse de refroidissement.

Tableau III.8 : Variation des taux de phase α en fonction de la vitesse de refroidissement ($\epsilon=0$) pour des refroidissements continus réalisés au CNAM [3, 4].

Figure III.20 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 150°C/h :

a) sans déformation,

b) déformation de 25% à 920°C.

Figure III.21 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 600°C/h :

a) sans déformation,

b) déformation de 25% à 920°C.

Figure III.22 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 1°C/s :

a) sans déformation,

b) déformation de 25% à 920°C.

Figure III.23 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne de phase α au joint de grain, en fonction de la vitesse de refroidissement

Figure III.24 : Influence de la déformation sur l'épaisseur moyenne finale des lamelles de phase α_{WGB} en fonction de la vitesse de refroidissement.

Tableau III.9 : Influence de la déformation sur le rapport épaisseur / longueur des lamelles de α_{WI} à l'issue d'un refroidissement continu de 1°C/s.

Figure III.25 : Influence de la température de déformation sur la modification des temps de début et de la durée de la transformation.

Chapitre IV

Figure IV.1 : Organigramme du logiciel de calcul de la cinétique de transformation de phase.

Figure IV.2 : Définition des variables utilisées pour le calcul d'incubation.

Figure IV.3 : illustration de la méthode de Pumphrey et Jones : principe du temps virtuel [46, 49].

Figure IV.4 : Organigramme du module de calcul de l'avancement de la transformation.

Figure IV.5 : Evolution des taux de phase α en fonction du temps.

Figure IV.6 : Données cinétiques isothermes de l'alliage β -Cez. Jeu de données n°1 (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Figure IV.7 : Données cinétiques isothermes de l'alliage β -Cez. Jeu de données n°2 (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Figure IV.8 : Données cinétiques isothermes de l'alliage 10.2.3. (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Figure IV.9 : Comparaison des cinétiques globales expérimentale et simulée de l'alliage β -Cez. (jeu de données n°2 : 3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Chapitre V

Figure V.1 : Evolutions au cours du temps des taux des phases ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$) et α_{WI} et du taux global de phase α pour une vitesse de refroidissement de 600°C/h (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Figure V.2 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Figure V.3 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α et les cinétiques des phases ($\alpha_{GB}+\alpha_{WGB}$) et α_{WI} de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Figure V.4 : Evolutions en fonction de la vitesse de refroidissement des taux finaux des phases ($\alpha_{GB+\alpha_{WGB}}$) et α_{WI} et du taux final global de phase α (3ème domaine de transformation pris en compte).

Figure V.5 : Diagramme TRC de l'alliage β -Cez obtenu par simulation numérique (3ème domaine de transformation pris en compte).

Figure V.6 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α dans le cas des simulations numériques appliquées à l'alliage 10.2.3.

Figure V.7 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α et les cinétiques des phases ($\alpha_{GB+\alpha_{WGB}}$) et α_{WI} de l'alliage β -Cez (3ème domaine de transformation non pris en compte).

Figure V.8 : Evolutions en fonction de la vitesse de refroidissement des taux finaux des phases ($\alpha_{GB+\alpha_{WGB}}$) et α_{WI} et du taux final global de phase α (3ème domaine de transformation non pris en compte).

Figure V.9 : Diagramme TRC de l'alliage 10.2.3 obtenu par simulation numérique (3ème domaine de transformation non pris en compte).

Figure V.10 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé (jeu de données n°2) de l'alliage β -Cez : températures de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB+\alpha_{WGB}}$) et α_{WI} .

Figure V.11 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé (jeu de données n°2) de l'alliage β -Cez : températures de jonction à la courbe d'équilibre et de fin de transformation.

Tableau V.1 : Influence de la loi de refroidissement sur les différents taux de phases formées ; comparaison expérience - calcul.

Figure V.12 : Comparaison des taux globaux finaux expérimentaux et calculés, ainsi que ceux des phases ($\alpha_{GB+\alpha_{WGB}}$) pour l'alliage β -Cez.

Figure V.13 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 150°C/h.

Figure V.14 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 600°C/h.

Figure V.15 : Microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu de 1°C/s.

Figure V.16 : Comparaison des cinétiques globales, expérimentale et simulée, dans le cas d'une transformation de phase en régime anisotherme de l'alliage β -Cez (3ème domaine de transformation pris en compte).

Figure V.17 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage 10.2.3 : températures de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB+\alpha_{WGB}}$) et α_{WI} .

Figure V.18 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage 10.2.3 : températures de jonction à la courbe d'équilibre et de fin de transformation.

Tableau V.2 : Influence de la loi de refroidissement sur le taux global de phase α formée ; comparaison calcul-expérience.

Figure V.19 : Comparaison des cinétiques globales expérimentale et simulée, dans le cas d'une transformation de phase en régime anisotherme de l'alliage 10.2.3.

Annexe I

Figure A.I.1 : Schéma de principe de fonctionnement du simulateur d'essais thermomécaniques DITHEM [18].

Figure A.I.2 : Photographie du simulateur d'essais thermomécaniques DITHEM [18].

Figure A.I.3 : Schéma du dispositif utilisé pour la mesure de la déformation de l'échantillon.

Annexe III

Figure A.III.1 : Représentation schématique des différents axes d'analyse.

Figure A.III.2 : Représentation schématique des axes réel et idéal.

Figure A.III.3 : Profils de concentration des éléments d'alliage du β -Cez lors d'une transformation complète à 830°C (axe 1).

Figure A.III.4 : Profils de concentration des éléments d'alliage du β -Cez lors d'une transformation de 36 mn à 790°C (axe 6).

Annexe IV

Tableau A.IV.1 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fin de transformation en fonction de la température de transformation isotherme ($\epsilon=0$).

Tableau A.IV.2 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 790°C ($\epsilon=0$).

Tableau A.IV.3 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 750°C ($\epsilon=0$).

Tableau A.IV.4 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 700°C ($\epsilon=0$).

Tableau A.IV.5 : Variation des paramètres de maille et des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 600°C ($\epsilon=0$).

Figure A.IV.1 : Variations du paramètre de maille a_β en fonction de la température de transformation (conditions d'équilibre).

Figure A.IV.2 : Variations du paramètre de maille a_β de la phase β au cours de transformations isothermes à 790°C (a) et 750°C (b)

Figure A.IV.3 : Variations du paramètre de maille c_α de la phase α au cours de transformations isothermes à 790°C (a) et 750°C (b)

Figure A.IV.4 : Variations du paramètre de maille a_α de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 790°C

Figure A.IV.5 : Variations du paramètre de maille a_β de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 600°C

Figure A.IV.6 : Variations du paramètre de maille c_α de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 600°C

Figure A.IV.7 : Variations du paramètre de maille c_α de la phase α au cours d'une transformation isotherme à 600°C

Tableau A.IV.6 : Variation des taux de phase α en fin de transformation en fonction de la température de transformation isotherme ($\epsilon=0,25$).

Tableau A.IV.7 : Variation des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 700°C ($\epsilon=0,25$).

Tableau A.IV.8 : Variation des taux de phase α en fonction du temps pour une température de transformation isotherme de 600°C ($\epsilon=0,25$).

Annexe V

Figure A.V.1 : Influence de la vitesse de refroidissement sur la cinétique anisotherme globale de la phase α de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Figure A.V.2 : Evolutions en fonction de la vitesse de refroidissement des taux finaux des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} et du taux final global de phase α (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Figure A.V.3 : Diagramme TRC de l'alliage β -Cez obtenu par simulation numérique (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Tableau A.V.1 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de début de transformation et sur la température de jonction à la courbe d'équilibre (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Tableau A.V.2 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de fin de transformation (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Tableau A.V.3 : Influence de la loi de refroidissement sur les taux de phase α formée (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

Tableau A.V.4 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de début de transformation et sur la température de jonction à la courbe d'équilibre (3^{ème} domaine de transformation pris en compte)

Tableau A.V.5 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de fin de transformation (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Tableau A.V.6 : Influence de la loi de refroidissement sur les taux de phase α formée (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Tableau A.V.7 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de début de transformation et sur la température de jonction à la courbe d'équilibre (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Tableau A.V.8 : Influence de la loi de refroidissement sur les températures de fin de transformation (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Tableau A.V.9 : Influence de la loi de refroidissement sur les taux de phase α formée (3^{ème} domaine de transformation pris en compte).

Figure A.V.4 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage β -Cez : températures de début d'apparition des phases ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} .

Figure A.V.5 : Comparaison des diagrammes TRC expérimental et simulé de l'alliage β -Cez : températures de jonction à la courbe d'équilibre et de fin de transformation.

Figure A.V.6 : Comparaison des cinétiques globales, expérimentale et simulée, dans le cas d'une transformation de phase en régime anisotherme de l'alliage β -Cez (3^{ème} domaine de transformation non pris en compte).

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **PRANDI B., ALHERITIERE E., SCHWARTZ F., THOMAS M.**
“ β -Cez, a high performance titanium alloy for aerospace engine”.
Proc. 6th World Conference on Titanium'88, Cannes, Ed. P. Lacombe, R. Tricot
and G. Beranger, (Ed. Physique 1989), p 811-818.
- [2] **ANGELIER C.**
“Transformations structurales par traitements thermiques et thermomécaniques du
 β -Cez et relations avec les propriétés d'emploi”. Thèse de doctorat en Science des
Matériaux du Conservatoire national des Arts et Métiers, Paris 9 Avril 1993.
- [3] **ANGELIER C., BECHET J.**
“Transformations structurales de l'alliage β -Cez. Etude des mécanismes de
précipitation après traitements de mise en solution”.
36 ième Colloque de Métallurgie, INSTN, Juin 1993, Journal de Physique IV,
Colloque C3, Sup Journal de Physique III, Vol 4. Février 1994, p C3 111-116.
- [4] **BEIN S.**
“Transformations de phases dns les alliages de titane $\alpha + \beta$ quasi β . Approches
comparatives des évolutions morphologiques et des mécanismes de précipitation
observés dans l'alliage β -Cez”.
Thèse de doctorat en Science des Matériaux du Conservatoire national des Arts et
Métiers, Paris 24 Janvier 1996.
- [5] **CORMIER B.**
“ Contribution à l'étude des transformations structurales dans les alliages de titane
Ti 15.3.3.3. et β - Cez”. Mémoire d'Ingénieur CNAM, Paris 1989.

[6] DELANNOY D.

“Relations microstructures propriétés des alliages de titane transformés à partir du domaine β ”. Mémoire d’Ingénieur CNAM, Nancy 1997.

[7] LHERMITTE M.

“Contribution à l’étude des transformations structurales dans les alliages de titane”. Mémoire d’Ingénieur CNAM, Paris 1990.

[8] SANGUINETTI R.

“Influence des séquences de traitements thermiques sur les transformations structurales de l’alliage β -Cez (aspects cinétiques et morphologiques)”.
Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux de L’Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy 16 Septembre 1994.

[9] CHAUSSY F.

“Evolutions microstructurales en compression à chaud des alliages de titane Betacez et 6.2.4.6 et influence du forgeage sur la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ ”.
Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux de L’Institut National Polytechnique de Grenoble et de l’Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Mai 1996.

[10] PENELLE R.

“The Titanium Reseach Programme Contract : Means of Action of a french cooperative Reseach Programme in the field of Titanium Alloys”.
Les Alliages de Titane beta, Editions de la Revue de Métallurgie Ed. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, 1994, p 205-211.

[11] PRANDI B.

“Traitements thermiques des alliages de titane”.
Actualisation Techniques de l’ingénieur. Fiche M 1335, p 1-6.

- [12] **DE GELAS B., ARMAND M., SERAPHIN L., TRICOT R.**
"Titane et alliages de titane". Techniques de l'ingénieur. Fiche M 557, p 1-10.
- [13] **CHAMPIN B.**
"Interaction transformation-structures-propriétés dans les alliages de titane".
Traitement thermique, 1982, Vol 163, p 19-31.
- [14] **SERAPHIN L.**
"Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques".
Mémoires Scientifiques Rev Metallurg. LXII N°4, 1965, p 291-298.
- [15] **FLOWER H.M.**
"Microstructural development in relation to hot working of titanium alloys".
Materials Science and Technology, November 1990, Vol.6, p 1082-1092.
- [16] **EYLON D.**
"A Review of beta titanium alloys". Les Alliages de Titane bêta, Editions de la
Revue de Métallurgie Ed. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, 1994, p 75-82.
- [17] **DUERIG T.W., TERLINDE G.T., WILLIAMS J.C.**
"Phase transformations and tensile properties of Ti-10V-2Fe-3Al".
Metallurgical transactions A, December 1980, Vol 11A, p 1987-1998.
- [18] **SIMON A., BOUXIROT F., GAUTIER E., BECK G.**
"Principes de conception et caractéristiques d'un dilatomètre générateur de cycles
thermomécaniques". Mém. Scien. Rev. Métall, 1978, Vol 75, p 33-44.
- [19] **COME - DINGREMONT N.**
"Déformation à chaud et évolutions microstructurales des alliages de titane TA6V et
 β -Cez dans le domaine β ". Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux de
L'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy 18 Décembre 1991.

- [20] **LAUDE E., GAUTIER E., ARCHAMBAUT P., DENIS S.**
"Cinétique de transformation des alliages de titane en fonction du traitement thermomécanique. Etude expérimentale et calcul".
La Revue de Métallurgie - CIT/ Science et Génie des Matériaux, Septembre 1996.
- [21] **SANGUINETTI R.**
"Alpha phase morphology and associated phase transformation sequences during thermal treatments of beta and alpha/beta Titanium alloys".
Les Alliages de Titane bêta, Editions de la Revue de Métallurgie Ed. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, 1994, p 93-99.
- [22] **LAPLUME J.**
"Base théorique de la mesure de la résistivité et la constante de Hall par la méthode des pointes". L'onde électrique XXXV, février 1955, Vol 35, p 113-125.
- [23] **GAUTIER E., HAZOTTE A., SIMON A., BECK G.**
"Caractérisation en continu du comportement thermomécanique et structural des alliages métalliques à l'aide d'un dilatomètre générateur de cycles thermiques et mécaniques rapides". Actes du 24ème Colloque de Métallurgie, Les Traitements Thermomécaniques : Aspects théoriques et applications, 1981, p 181.
- [24] **GAUTIER E., DELANNOY D., LAGRANGE L., SIMON A.**
"Influence d'une prédéformation dans le domaine β sur la précipitation de la phase α de l'alliage β -Cez". Colloque du G.S. Titane, 25-27 Septembre 1991, CNRS Ed. P. Chereau, Y. Honnorat, R. Penelle, J.F. Wadier, p 231.
- [25] **GAUTIER E., DELANNOY D.**
"Effect of thermomechanical treatments on the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation of the β -Cez alloy". Les Alliages de Titane beta, Editions de la Revue de Métallurgie Ed. A.Vassel, D.Eylon, Y.Combres, 1994, p 49-56.

- [26] **KURZ W., MERCIER JP, ZAMBELLI G.**
"1. Introduction à la Science des Matériaux".
Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Deuxième édition revue et
augmentée, 1995, p 203.
- [27] **POTHRAT M.**
" L'analyse quantitative d'images : application à la caractérisation microstructurale
d'un alliage de titane". Diplôme d'Ingénieur CNAM, Paris 1991.
- [28] **DICKOP D.**
"Etude de la cinétique de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de l'alliage β -Cez. Analyse de la
composition chimique locale en fonction de la température et du temps".
Rapport de Stage, Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques, Ecole
des Mines de Nancy, Nancy 28 février 1995.
- [29] **BECHET J., BEIN S.**
"Precipitation mechanisms in metastable beta Titanium alloys".
Les Alliages de Titane bêta, Editions de la Revue de Métallurgie Ed. A. Vassel, D.
Eylon, Y. Combres, 1994, p 83-91.
- [30] **CAMPAGNAC M. H., VASSEL A**
" Age hardening relations and mechanical properties in two near b titanium alloys".
Proc. 6th World Conference on Titanium'88, Cannes, Ed. P. Lacombe, R. Tricot
and G.Beranger (Ed. Physique 1989), p 1619-1624.
- [31] **FUJII H., SUZUKI H.G.**
"New conception on the β to α phase transformation in titanium alloys".
6th World Conference on Titanium, Cannes 1988, S.F.M., Vol III, p 1489 - 1494.
- [32] **BECHET J., BEIN S., GAUTIER E., QUESNE C.**
"Glossaire des microstructures". Publication interne au *GDR Titane*

- [33] **BOURGARIT D., QUESNE C., BAUDIN T., GUICHARD D, PENELLE R.**
"Cinétique de transformation des alliages de titane en fonction du traitement thermomécanique. Etude expérimentale et calcul".
La Revue de Métallurgie - CIT/ Science et Génie des Matériaux, Septembre 1996.
- [34] **MENON E.S.K., AARONSON H.I.**
"Black plate formation in Ti-X alloys".
Acta. Met., 1986, Vol 34, N^o. 10, p 1963 - 1973.
- [35] **AARONSON H.B., AARONSON H.I.**
"Altering the time cycle of the heat treatment by controlling grain boundary and subboundary structure". Metallurgical Transactions, 1971, Vol 1, p 23 - 37.
- [36] **LAUDE E., DELANNOY D., SANGUINETTI R., GAUTIER E.**
"Etude expérimentale et prévision des microstructures des alliages de Titane en relation avec leurs traitements thermomécaniques".
Rapport GDR Titane, Mars 1994, LSG2M Nancy
- [37] **LAUDE E., GAUTIER E., DENIS S.**
"Calculation of transformation kinetics of titanium alloys during continuous cooling. Application to the β -Cez alloy".
7th World Conference on Titanium'95, October 1995 Birmingham.
- [38] **JOHNSON W.A., MEHL R.F.**
" Reaction kinetics in processes of nucleation and growth".
Trans. AIME, 1939, Vol 135, p 416-458.
- [39] **AVRAMI M.**
" Kinetics of phase change. I : General Theory ".
Journal of Chem. Phys., 1939, Vol 7, p 1103-1112.

- [40] **AVRAMI M.**
“ Kinetics of phase change. II : Transformation - time relations for random distribution of nuclei ”. Journal of Chem. Phys., 1940, Vol 8, p 212-224.
- [41] **CAHN J.W.**
“The kinetics of grain boundary nucleated reactions ”.
Acta Met., 1956, Vol 4, p 449-459.
- [42] **PORTER D.A., EASTERLING K.E.**
"Phase transformations in Metals and Alloys".
Ed. Chapman & Hall, Second Edition 1992, p 326 - 333.
- [43] **SORO J.M.**
“Etude de la cinétique de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de l'alliage β -Cez”.
Diplôme d'Etudes Approfondies en Science et Génie des Matériaux, Nancy 29 Juin 1993.
- [44] **CHAUSSY F., DRIVER J.H.**
“Hot deformation and a precipitation in a β -Cez alloy : a microdiffraction study “.
Les Alliages de Titane beta, Editions de la Revue de Métallurgie Ed. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, 1994, p 57-64.
- [45] **DAMKROGER B.K., EDWARDS G.R.**
“Continuous Cooling Transformation Kinetics in alpha - beta Titanium Alloys “.
Simulation and Theory of Evolving Microstructures,
The Minerals, Metals and Materials Society, 1990.
- [46] **BRAZ FERNANDES F.M.**
“Modélisation et calcul de l'évolution de la température et de la microstructure au cours du refroidissement continu des aciers”.
Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux de L'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy 26 Avril 1985.

[47] **SCHEIL E.**

“ Anlaufzeit der Austenitumwandlung ”.

Arch.Eisenhüttenwes., 1935, Vol 8, p 565-567.

[48] **LAUDE E., DELANNOY D., SANGUINETTI R., GAUTIER E.**

"Etude expérimentale et prévision des microstructures des alliages de Titane en relation avec leurs traitements thermomécaniques".

Rapport GDR Titane, Octobre 1994, LSG2M Nancy.

[49] **PUMPHREY W.I. , JONES F.W.,**

“ Inter-relation of hardenability and isothermal transformation data ”.

JISI, 1948, Vol 159, p 137-144.

[50] **STOUVENOT F.**

“ Essai de mise en oeuvre d'un modèle de calcul de l'avancement des transformations de phase lors de refroidissements continus d'aciers ”.

D.E.A. Science des Matériaux, INPL, Nancy, Juin 1982.

**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE
DE LORRAINE**

o o o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Monsieur DRIVER Julian, Directeur de Recherches, Ecole des Mines de Saint-Étienne,

Monsieur GUEDOU Jean-Yves, Docteur d'Etat, SNECMA Evry.

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Mademoiselle LAUDE Emmanuelle

à soutenir devant l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

"Etude expérimentale et calcul des cinétiques de transformation de phase d'alliages de titane β -métastable en fonction des traitements thermomécaniques".


en vue de l'obtention du titre de :

**DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

Spécialité : **"SCIENCES & GÉNIE DES MATÉRIAUX"**

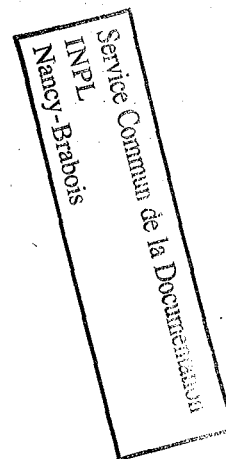
Fait à Vandoeuvre le, **19 Septembre 1997**

Le Président de l'I.N.P.L.,


J. HARDY



NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 5 4 5 0 1
VANDOEUVRE CEDEX



Résumé

La transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ a été étudiée pour l'alliage β -Cez sous conditions isothermes ou anisothermes. Dans le domaine des températures supérieures à 750°C , les variations de résistivité électrique permettent d'estimer de manière fiable les cinétiques de transformation de phase. Par contre, pour des températures comprises entre 700 et 600°C , seule une méthode discontinue permet d'estimer ces cinétiques. Dans le domaine des températures supérieures à 750°C , l'application d'une déformation préalable a pour effet d'accélérer la cinétique de transformation de phase par le biais de la vitesse de germination de la phase α_{GB} . L'influence de la déformation est importante lorsque celle-ci conduit à une accélération de la saturation des sites de germination que sont les joints de grain, voire les sous-joints. La croissance de la phase α_{WGB} n'est pas affectée. A des températures plus basses, pour lesquelles la saturation des sites est rapide même sans déformation, la déformation ne modifie pas la cinétique globale de formation de $(\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}})$. Elle conduit à une accélération de la cinétique de germination de la phase α_{WI} . D'autre part, l'analyse de la formation des phases α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} , a permis de développer un modèle de prévision de l'évolution des différentes morphologies apparaissant au cours d'un refroidissement continu. Le modèle établi est basé sur la notion d'additivité de l'incubation et de la croissance pour chaque type de transformation. Ce principe permet de calculer l'évolution de la cinétique au cours d'un refroidissement continu à partir des cinétiques isothermes, celles-ci suivant une loi différentielle de type Johnson-Mehl-Avrami. Les prévisions par le calcul des taux de $(\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}})$ et α_{WI} au cours d'un refroidissement continu, sont comparées aux valeurs expérimentales de ces taux dans le cas de transformation sans déformation préalable, pour l'alliage β -Cez et l'alliage 10.2.3.

Abstract

The $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation of the β -Cez alloy has been studied under isothermal or anisothermal conditions. During isothermal transformations without deformation, the experimental transformation kinetics have been determined by electrical resistivity measurements, X-ray diffraction patterns and Scanning Electron Microscopy. The results reveal that the transformation kinetics can be estimated throughout electrical resistivity measurements only in the temperature range of 830 - 750°C . The effect of a tensile deformation of the β -phase on the $\beta \rightarrow \alpha$ transformation has been studied in the case of the β -Cez alloy. Different amounts of tensile deformation as well as different temperatures of deformation have been investigated. A plastic deformation significantly enhances the transformation kinetics during isothermal treatments in the temperature range of 830 - 750°C . At lower temperatures, namely 700 and 600°C , the transformation is not modified. These effects have been observed at any temperature of deformation and depend on the temperature and level of deformation. They increase with a decreasing temperature of deformation while comparing the effect of a deformation at 920°C with that at 790°C . Qualitative and quantitative microstructural studies reveal that the increase in the transformation kinetics in the temperature range of 830 - 750°C is due to that of the nucleation rate of the α_{GB} phase, which induces a further increase of the kinetics of α_{WGB} . Throughout the analysis of the phase transformation mechanisms of α_{WGB} , α_{WGB} and α_{WI} , the prediction and the numerical modelling of the transformation kinetics of the α phase from the β -temperature range in the case of continuous cooling have been developed. In order to describe the formation of α_{GB} and α_{WGB} phase and that of the intragranular phase (α_{WI}), two isothermal curves have been taken into account, and the kinetics are described by a Johnson-Mehl-Avrami law. Each transformation needs an incubation time to begin, determined according to the Scheil's additivity rule. Once the transformation starts, the transformation increment is calculated at every isothermal step for "both transformations", i.e. $(\alpha_{\text{WGB}} + \alpha_{\text{WGB}})$ and α_{WI} . Comparisons between calculated and experimental results are given and discussed, for the β -Cez and the 10.2.3 alloys.