Étude cinétique et cristallographique de la précipitation de la phase alpha aux joints de grains bêta/bêta dans un alliage de titane

Matthieu Salib

▶ **To cite this version:**

Matthieu Salib. Étude cinétique et cristallographique de la précipitation de la phase alpha aux joints de grains bêta/bêta dans un alliage de titane. Autre. Université de Lorraine, 2015. Français. NNT : 2015LORR0042 . tel-01751571

HAL Id: tel-01751571
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751571

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.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

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

Ecole doctorale EMMA

THÈSE

Pour l'obtention du grade de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité: Sciences des Matériaux

Présentée par :

Matthieu SALIB

Étude cinétique et cristallographique de la précipitation de la phase α aux joints de grains β/β dans un alliage de titane

Thèse soutenue publiquement le 02 mars 2015 à Nancy devant le jury composé de :

Mr F. Montheillet	Directeur de recherche, Georges Friedel, St Etienne	Rapporteur
Mr P. Villechaise	Directeur de recherche, P Prime, Poitiers	Rapporteur
Mr D. Solas	Maitre de conférences, ICMMO, Paris-Sud	Examinateur
Mme A.F. Gourgues	Professeur, CDM MINES Paris Tech	Présidente
Mme N. Gey	Chargée de recherche, LEM3, UL Metz	Examinateur
Mr L. Germain	Maitre de conférence, LEM3,UL Metz	Co-directeur de thèse
Mr J. Teixeira	Chargé de recherche, IJL, UL Nancy	Co-directeur de thèse
Mme E. Gautier	Directeur de recherche, IJL, UL Nancy	Directeur de thèse

Sommaire :

Introduction……6

1. Synthèse bibliographique ……11

1.1. Rappel sur le titane et ses alliages……11
1.1.1. Les phases stables du titane : α et β ……11
1.1.2. Les éléments d'alliage déterminant la nature de l'alliage……12
1.1.3. Transformations de phases à partir du domaine β ……15
1.2. Aspects cristallographiques……19
1.2.1. Les relations d'orientations entre la phase β et la phase α……19
1.2.2. Sélection de variants ……20
1.2.3. Parallèle avec la sélection de variants dans les aciers ……37
1.3. Influence de la déformation dans le domaine β sur les microstructures et les microtextures……40
1.3.1. Les mécanismes de déformation ……40
1.3.2. Formation de la microstructure de déformation β ……43
1.3.3. Influence de la déformation dans le domaine β sur la précipitation de la phase α 46
1.3.4. Relation microstructure/propriétés mécaniques……52
1.4. Conclusions……55

2. Matériau, méthodes expérimentales et développements méthodologiques……57

2.1. Matériau d'étude ……57
2.2. Traitements thermiques et thermomécaniques……59
2.2.1. Dispositifs expérimentaux ……59
2.2.2. Traitements thermiques ……62
2.2.3. Traitements thermomécaniques ……64

2.3. Caractérisation usuelle des microstructures et microtextures 66
2.3.1. Préparations des surfaces 66
2.3.2. Mesure de microtexture par EBSD 67
2.4. Caractérisation tridimensionnelle des microstructures et microtextures 72
2.4.1. Mesure par FIB couplé à l'EBSD : 72
2.4.2. Réalisation des coupes sériées par polissage mécanique 73
2.4.3. Caractérisation des joints de grains β/β 78
2.5. Caractérisation de la précipitation 80
2.5.1. Caractérisation des joints de grains β/β 80
2.5.2. Caractérisation de la précipitation α_{GB} 80
2.5.3. Caractérisation de la morphologie α_{WGB} 82
2.5.4. Validation du code AMAP 83

3. Influence de la température de transformation sur la microtexture α 87

3.1. Etude microstructurale 87
3.1.1. Séquence de précipitation 87
3.1.2. Etude tridimensionnelle 90
3.1.3. Morphologie α_{GB} 93
3.1.4. Relation d'orientation entre phases α et β 95
3.2. Etude de la sélection de variants aux joints de grains 97
3.2.1. Critère SV1 97
3.2.2. Critère SV2 99
3.2.3. Critère SV3 100
3.2.4. Analyse des grains α_{GB}présents sur les JDGs β/β plissés 104
3.3. Microtexture α_{WGB} 106
3.3.1. Influence de l'orientation cristallographique des précurseurs α_{GB} 106
3.3.2. Influence de la cinétique de précipitation 113
3.4. Transformation en conditions anisothermes 117
3.4.1. Etude microstructurale 117
3.4.2. Microtexture α_{GB} 121
3.4.3. Microtexture α_{WGB} 122
3.5. Discussion 125
3.5.1. Formation de α_{GB} 125
3.5.2. Formation des colonies α_{WGB} 130
3.6. Conclusions partielles 134

4. Influence d'une déformation préalable en β sur la formation des microtextures α aux JDGs β/β 137

4.1. Influence de la déformation sur la microtexture β 138

4.1.1. Microstructure de déformation 138
4.1.2. Modification de la texture β 140
4.2. Etats transformés après déformation en β 142
4.2.1. Description des différents états 142
4.2.2. Cinétiques de transformation de phase 146
4.3. Microtexture α_{GB} 148
4.3.1. Maintien de la Relation d'Orientation de Burgers 148
4.3.2. Précipitation de la phase α aux JDGs β/β 149
4.3.3. Quantification de la sélection de variants aux JDGs β/β 151
4.4. Microtexture α_{WGB} 153
4.4.1. Formation des colonies α_{WGB} dans une microstructure β pré-déformée 153
4.4.2. Influence de la sélection de variants aux JDGs β/β 156
4.4.3. Influence des cinétiques de transformation de phase 159
4.5. Influence de la vitesse de déformation 162
4.5.1. Microtexture β de déformation 162
4.5.2. Microstructures α 164
4.5.3. Quantification des microtextures α 165
4.6. Transformation en condition anisotherme 166
4.6.1. Les traitements 166
4.6.2. Quantification des microtextures α 168
4.7. Discussion 169
4.7.1. Nature des sites de germination et SV 169
4.7.2. Influence de la texture de déformation β 172
4.7.3. Conséquences sur la formation de α_{WGB} 174
4.7.4. Conséquences sur la microtexture α final 175
4.8. Conclusion partielle 176

Conclusion Générale et perspectives..... 177

Annexe A Influence de la température de transformation et de la déformation sur les épaisseurs α_{GB} et α_{WGB} 183

Annexe B Détermination du plan d'habitat des lamelles α_{WGB} 185

Bibliographie 189

Introduction Générale :

Le titane et ses alliages possèdent des caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques leur permettant de faire partie des matériaux les plus utilisés dans les industries aérospatiales, médicales mais plus particulièrement aéronautiques. De par leur excellente résistance spécifique et une bonne résistance à la corrosion, ces alliages constituent un choix du premier ordre pour l'allègement des structures.

Il est bien établi que les propriétés mécaniques de ces alliages sont fortement dépendantes des microstructures générées au cours de séquences complexes de traitements thermomécaniques et thermiques. Ces microstructures sont générées par transformations de phases (liquide-solide, solide-solide) mais aussi au cours de la déformation (plasticité, restauration, recristallisation). Le contrôle des propriétés nécessite donc une bonne compréhension des mécanismes de formation et d'évolution des microstructures par changement de phases ainsi qu'au cours de la déformation.
Une ou plusieurs propriétés spécifiques d'une application donnée peuvent ainsi être recherchées en créant ou modifiant les microstructures. L'évolution de ces dernières dépend notamment de la transformation de phases.

Les deux phases principales de ces alliages (phase α de structure cristallographique hexagonale compacte et phase β de structure cristallographique cubique centrée) ont des propriétés, notamment élastiques, très anisotropes. Toute texture cristallographique conduit à une anisotropie du comportement. Cette texture peut être héritée de l'étape de solidification, de la déformation et encore de la transformation de phases à l'état solide.
En effet, la transformation de phase se fait en maintenant des relations d'orientation cristallographique liant la phase β parente à la phase α fille générée, nommée pour les alliages de titane, relation d'orientation de Burgers (ROB). Dans un même grain β, douze orientations α différentes appelées variants, peuvent être générées. La plupart du temps, une séquence de traitements thermomécaniques ne mène pas à une distribution équiprobable des douze variants α dans chaque grain β, il y a sélection de variants. A l'échelle de la pièce, la présence d'une texture des grains parents et d'une texture de transformation de phase peut induire une texture importante et des anisotropies de propriétés élevées suivant les directions de sollicitation de la pièce.

A l'échelle plus locale, celle de la microstructure, une sélection de variants peut opérer et générer des variants de phase α d'orientation unique sur de larges zones, on parle alors de microtexture. Du fait des propriétés fortement anisotropes de la phase α, de telles microstructures sont des sources locales d'incompatibilité de déformation et d'amorcage de fissures préférentielles qui diminuent fortement les propriétés mécaniques. De telles microstructures/microtextures sont en particulier néfastes pour des sollicitations en fatigue fluage.

L'optimisation des propriétés d'une pièce industrielle passe par la connaissance puis la maîtrise des relations entre séquences de traitements thermomécaniques et microstructure/texture formées d'une part, et des mécanismes de sélection de variants d'autre part. Pour maîtriser cette microstructure, il est donc nécessaire d'étudier en amont les mécanismes et cinétiques de transformations de phases, paramètre de premier ordre conduisant entre autres à la nature, la morphologie, la chimie des phases α formées. L'un des thèmes de recherche de l'équipe 303 « Microstructures et Contraintes » de l'IJL-SI2M (Nancy) porte sur l'étude expérimentale et la modélisation des cinétiques de transformations de phases comme celle des microstructures des alliages de titane en s'appuyant sur une description thermodynamique des phases et des lois de germination et croissance. Par ailleurs, de nombreux travaux de l'équipe de recherche 3TAM du LEM3 (Metz) portent sur la caractérisation des textures et notamment après transformations de phases dans les alliages de titane à la suite de diverses séquences de traitements thermomécaniques.

Ce travail de thèse a été mené dans le cadre d'une coopération entre ces deux équipes afin d'associer leurs compétences et d'étudier les mécanismes de sélection de variants lors de la précipitation de la phase α à partir du domaine monophasé β. Les travaux précédemment réalisés ont permis d'identifier les sites de germination actifs en fonction des conditions de transformation et ont permis d'identifier le domaine de température pouvant conduire à des microtextures marquées, i.e. une germination se produisant principalement aux joints de grains β/β.

Notre étude a donc porté sur la formation de la microtexture dans ce domaine de température au travers d'études statistiques afin d'étudier plus avant la sélection de variants et de mettre en lumière le lien entre les conditions de transformation et le développement des microtextures liées à la précipitation de la phase α à partir des joints de grains β/β.
Pour mener à bien cette étude, nous avons choisi d'étudier un alliage considéré comme modèle, l'alliage β-métastable Ti17. Son caractère modèle réside dans sa trempabilité qui permet de figer la microstructure haute température par un refroidissement rapide et ne nécessite pas de reconstruction de la phase parente comme cela est nécessaire pour les alliages Ti64, Ti6242 ou Ti834. De plus, l'étude des microstructures et des cinétiques de transformation est largement documentée pour cet alliage. Nous avons ainsi étudié l'effet de la température de transformation, comme celui d'une déformation préalable de la phase parente en condition de transformation isotherme ou au cours de refroidissements continus. Une analyse statistique des

variants α a été menée par des caractérisations 2D. Nous avons également réalisé quelques caractérisations en 3D qui nous ont apporté des informations essentielles sur la microstructure et sa formation.

Le manuscrit est divisé en quatre chapitres.

Le chapitre I donne tout d'abord quelques généralités sur le titane et ses alliages, en particulier sur la famille des alliages β-métastable. Nous nous sommes attachés à décrire les phénomènes physiques conduisant à la sélection de variants pour ensuite présenter les différents critères de sélections de variants observés dans les alliages de titane et dans les aciers. L'influence d'une déformation plastique dans le domaine β sur la formation des microstructures et microtextures associées et les relations microstructures/microtextures propriétés mécaniques sont ensuite mises en exergue.

Le chapitre II est axé sur les méthodes expérimentales. Les différents dispositifs expérimentaux et traitements thermiques/thermomécaniques effectués sont décrits. Les méthodes de caractérisation des microstructures et microtextures associées bidimensionnelles et tridimensionnelles sont détaillées. Des rappels de cristallographie sont ensuite donnés, permettant d'introduire la méthode de mesure automatisée de la microtexture à partir de données EBSD.

Les chapitres III et IV contiennent les résultats expérimentaux et la discussion des résultats obtenus. Le chapitre III rassemble les résultats portant sur l'influence de la température de transformation et de la vitesse de refroidissement sur le développement des microtextures α formées par germination aux joints de grains β/β puis croissance. Les résultats portant sur l'influence d'une pré-déformation dans le domaine β sont rassemblés dans le chapitre IV. L'acquisition de données par EBSD a conduit à une analyse statistique des critères de sélection de variants à différentes étapes de la séquence de précipitation, permettant d'analyser et d'identifier l'évolution de la microtexture en fonction des conditions de transformation de phases.

Nous rappelons enfin les conclusions principales de ce travail et proposons des perspectives de développement

Chapitre I :

1. Synthèse bibliographique

Les alliages de titane sont largement utilisés dans l'industrie comme matériaux de haute technologie pour des applications aéronautiques, comme des parties de compresseurs basse pression de turbomachines, des structures de soutien de trains d'atterrissage, des mâts réacteurs d'avions civils et militaires (Boyer, 1996, 2010; Peters et al., 2003) ou pour des applications de la vie courante comme des cadres de vélo (Leyens & Peters, 2003), ou des implants dentaires et prothèses de hanches pour le secteur médical (Freese et al., 2001; Geetha et al., 2009). Cela est notamment dû à leurs excellentes propriétés, notamment une faible masse volumique (4,51g/cm^3 contre 7,86g/cm^3 pour le fer), une haute résistance à la corrosion chimique et à l'oxydation jusqu'à 600°C ainsi que des propriétés mécaniques élevées (ductilité, résistance au fluage, ténacité (Lütjering & Williams, 2007; E. Dieter, 1986)). Ces propriétés mécaniques sont essentiellement dépendantes des microstructures formées à la suite de séquences complexes de traitements thermomécaniques, jouant sur la fraction volumique, la taille, les morphologies et la distribution spatiale des précipités formés au cours de transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha$ (Lütjering, 1998; Peters & Lutjering, 1998).
Enfin, les propriétés de ces alliages sont aussi fortement dépendantes de leur texture.
Dans ce chapitre nous rappelons des généralités sur les alliages de titane, les connaissances actuelles sur la formation des microstructures par traitements thermique et thermomécanique depuis le domaine β et des données sur les relations cristallographiques entre les deux phases majeures de ces alliages.

1.1. Rappel sur le titane et ses alliages

1.1.1. Les phases stables du titane : α et β

Le titane pur existe sous deux formes allotropiques, la phase de structure Hexagonale Compacte (HC), notée α, stable jusqu'à la température de 882°C et la phase de structure Cubique Centrée

(CC), notée β, qui est stable de 882°C jusqu'à la température de fusion du titane pur (1668°C). Les mailles élémentaires de ces deux structures sont présentées Figure 1-1 (Lütjering & Williams, 2007).

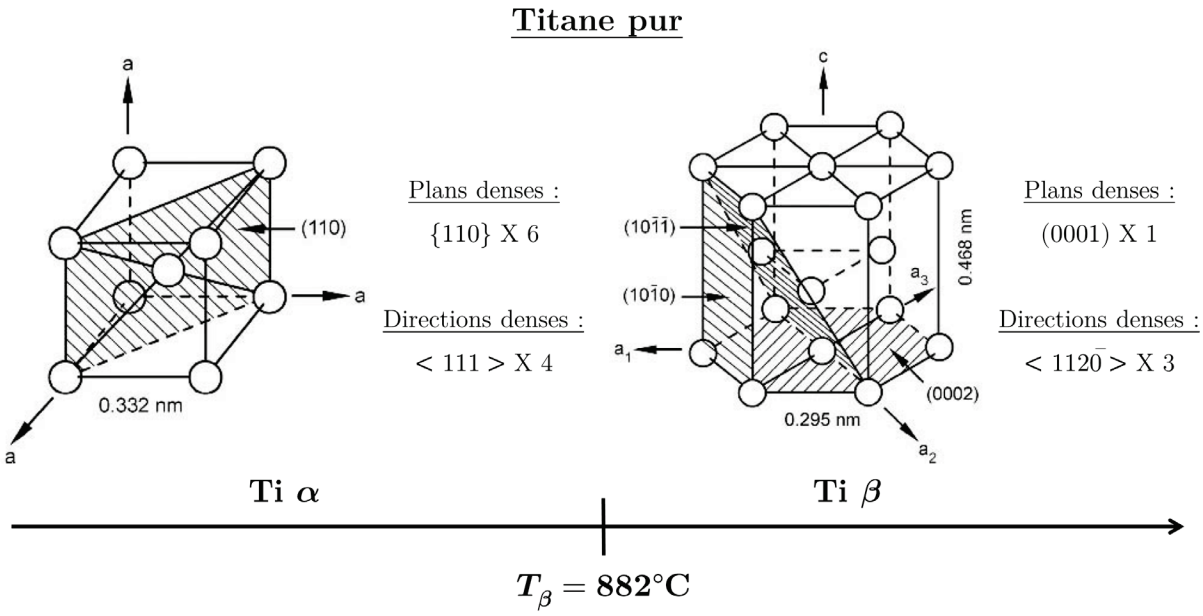

Figure 1-1 : Représentation schématique des mailles élémentaires du titane pur, α et β. Les paramètres de maille, les plans et directions les plus denses et la température de transus β sont précisés (Lütjering & Williams, 2007)

Le rapport c/a de la phase α est inférieur à la valeur idéale d'une maille HC (1,587 contre 1,633). En conséquence, la densité des plans prismatiques {10$\bar{1}$0} et des plans pyramidaux {10$\bar{1}$1} se rapproche de celle du plan dense basal (0001), ces derniers pouvant être des plans de glissement facilement activés. Au-delà de la température de transus notée T_β, une transformation allotropique change la phase α en phase β (Combres, 2013).

1.1.2. Les éléments d'alliage déterminant la nature de l'alliage

L'ajout d'éléments d'alliage conduit à la modification des équilibres thermodynamiques de stabilité des phases α et β, à une modification des températures de changements de phases comme à l'existence de domaines multiphasés (Figure 1-2) (Héricher, 2004). Pour les différents alliages, on définit la température de transus β comme la température à partir de laquelle l'alliage est totalement monophasé β. La température de transus α est celle en dessous de laquelle l'alliage est totalement monophasé α.

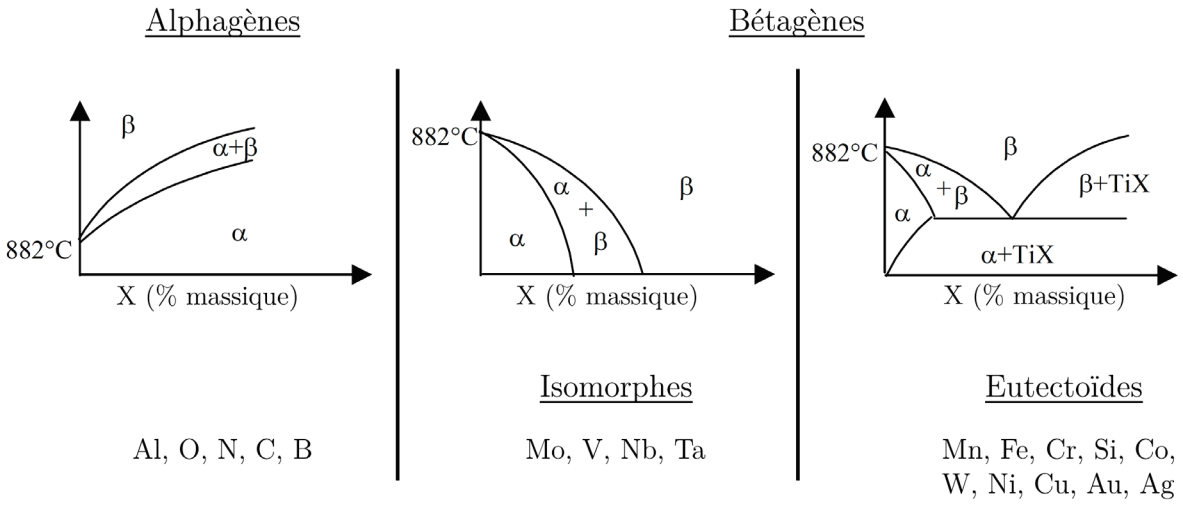

Figure 1-2 : Diagrammes binaires d'équilibre thermodynamique Ti-X montrant l'influence de l'élément d'alliage X sur l'évolution des températures et compositions d'équilibre (Héricher, 2004)

Les éléments d'alliage sont appelés alphagènes lorsqu'ils stabilisent la phase α et augmentent la température de transus (Figure 1-2a). Al, C, N et O sont les principaux éléments alphagènes. L'aluminium est très utilisé pour sa faible densité et sa haute solubilité à la fois dans la phase α et dans la phase β.

Ils sont dits bétagènes lorsqu'ils stabilisent la phase β. Les éléments bétagènes peuvent être séparés en deux catégories. Les éléments bétagènes eutectoïdes, conduisant à former une nouvelle phase stable Ti-X. Les plus communément utilisés sont Fe, Mn, Cr et Si. Les éléments bétagènes isomorphes, principalement V, Mo et Nb sont parfaitement miscibles dans la phase β et permettent de faire varier les fractions de phase α et de phase β et leur composition à l'équilibre thermodynamique sans former de nouvelles phases stables.

La Figure 1-3 montre l'influence de la nature des éléments d'alliage à travers un diagramme schématique pseudo – binaire des alliages de titane.

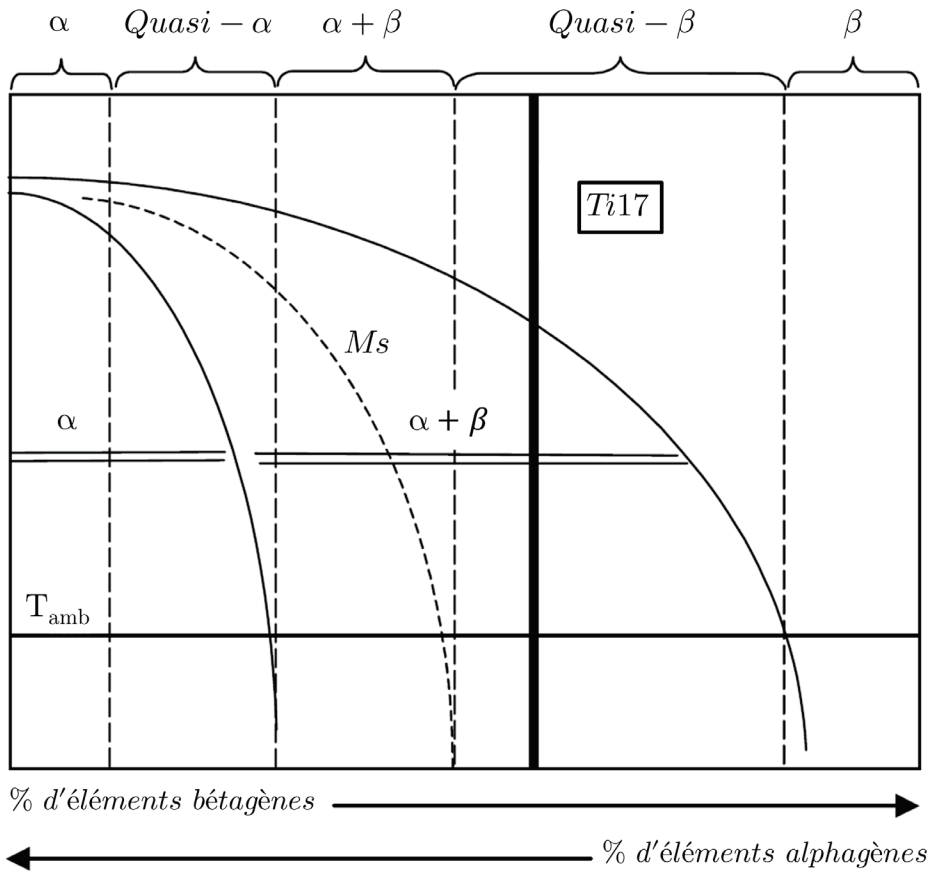

Figure 1-3 : Diagramme schématique pseudo-binaire illustrant l'influence de la nature bétagène ou alphagène des éléments d'alliage (Combres, 2013)

Ce diagramme permet de classer les alliages de titane en plusieurs familles, selon leur teneur en éléments d'alliage (Champin & Gélas, 1983) ou selon la stabilité des phases à la température ambiante :

- Les alliages α : sur une large gamme de températures, ils sont composés de phase α ; la phase β ne peut pas être stabilisée à température ambiante. Ils sont peu sensibles aux traitements thermiques.

- Les alliages Quasi – α : à l'équilibre il existe une faible fraction de phase β à température supérieure à la température ambiante ; la phase β peut être totalement transformée par trempe.

- Les alliages $\alpha + \beta$: ils contiennent une concentration en éléments bétagènes suffisante pour créer un large domaine $\alpha + \beta$ stable thermodynamiquement. Il existe une faible fraction de phase β à température ambiante. La phase β haute température se transforme en phase α au cours du refroidissement ou en martensite suite à une trempe. L'alliage TA6V appartient à cette classe et est utilisé pour plus de 50% des applications industrielles.

- Les alliages Quasi – β ou β – métastables : la teneur en éléments bétagènes est élevée, stabilisant une fraction importante de phase β à température ambiante. Une trempe rapide ne permet plus de former de martensite à température ambiante, la température Ms étant trop proche ou inférieure à la température ambiante. La phase β reste métastable à température ambiante, raison pour laquelle ils sont appelés alliages β – métastable. La phase β – métastable peut se transformer en martensite α'' par déformation à température ambiante (Duerig et al., 1982; Grosdidier et al., 2000) ou en d'autres phases métastables (ω, α'') ou stable α au cours de traitement de revenu (Aeby-Gautier et al., 2013; Settefrati et al., 2013).

- Les alliages β : La concentration en éléments bétagènes est tellement importante que la phase stable à température ambiante est la phase β seule.

La composition chimique de l'alliage détermine aussi la nature des phases en présence, leur fraction massique à la température d'utilisation ou encore leur composition chimique. Ces modifications jouent un rôle primordial sur les propriétés mécaniques du produit final (Champin & Gélas, 1983).

1.1.3. Transformations de phases à partir du domaine β

La teneur en éléments d'alliage détermine donc les domaines de stabilité thermodynamique des phases. Nous allons nous centrer sur la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ se produisant dans les alliages β – métastable et notamment l'alliage de titane Ti17. Cet alliage est composé, comme l'indique son nom, de 17$\%_{mass}$. d'éléments d'alliage. La composition chimique nominale du Ti17, conforme aux normes internationales, est tabulée dans le tableau 1.

	Ti	Al	Cr	Mo	Sn	Zr	O
$\%_{mass}$.	Bal.	4.5-5.5	3.5-4.5	3.5-4.5	1.5-2.5	1.5-2.5	0.08-0.13

Table 1-1 : Composition nominale (en $\%_{mass}$.) du Ti17 (www.timet.com/images/document/billet/TIMETAL_17.pdf)

Cet alliage est classé dans la catégorie des Quasi – β de par sa forte teneur en molybdène et en chrome, éléments d'alliage améliorant sa trempabilité. L'aluminium améliore la résistance mécanique à haute température et fait baisser la densité de l'alliage. Le zirconium et l'étain augmentent sa résistance à la traction et au fluage.

Différentes études antérieures ont porté sur les différents mécanismes de transformation de phases au refroidissement d'alliages de titane β – métastable ainsi que la caractérisation des cinétiques de transformation. Des diagrammes TTT (Temps, Température Transformation) ou TRC (Transformation en Refroidissement Continu) ont été établis pour différents alliages à partir de mesures dilatométriques (Bechet & Hocheid, 1985) ou encore d'essais de

transformation interrompus (Angelier et al., 1997), et plus récemment par résistivité électrique (Bein, 1996; Da Costa Teixeira, 2005; Laude, 1997; Settefrati, 2012). La Figure 1-4a représente le diagramme TTT de l'alliage de titane Ti17 obtenu par résistivité électrique pour le domaine de température de 850°C à 400°C, et la figure 4b celui obtenu pour l'alliage Ti 5553 (Settefrati, 2012).

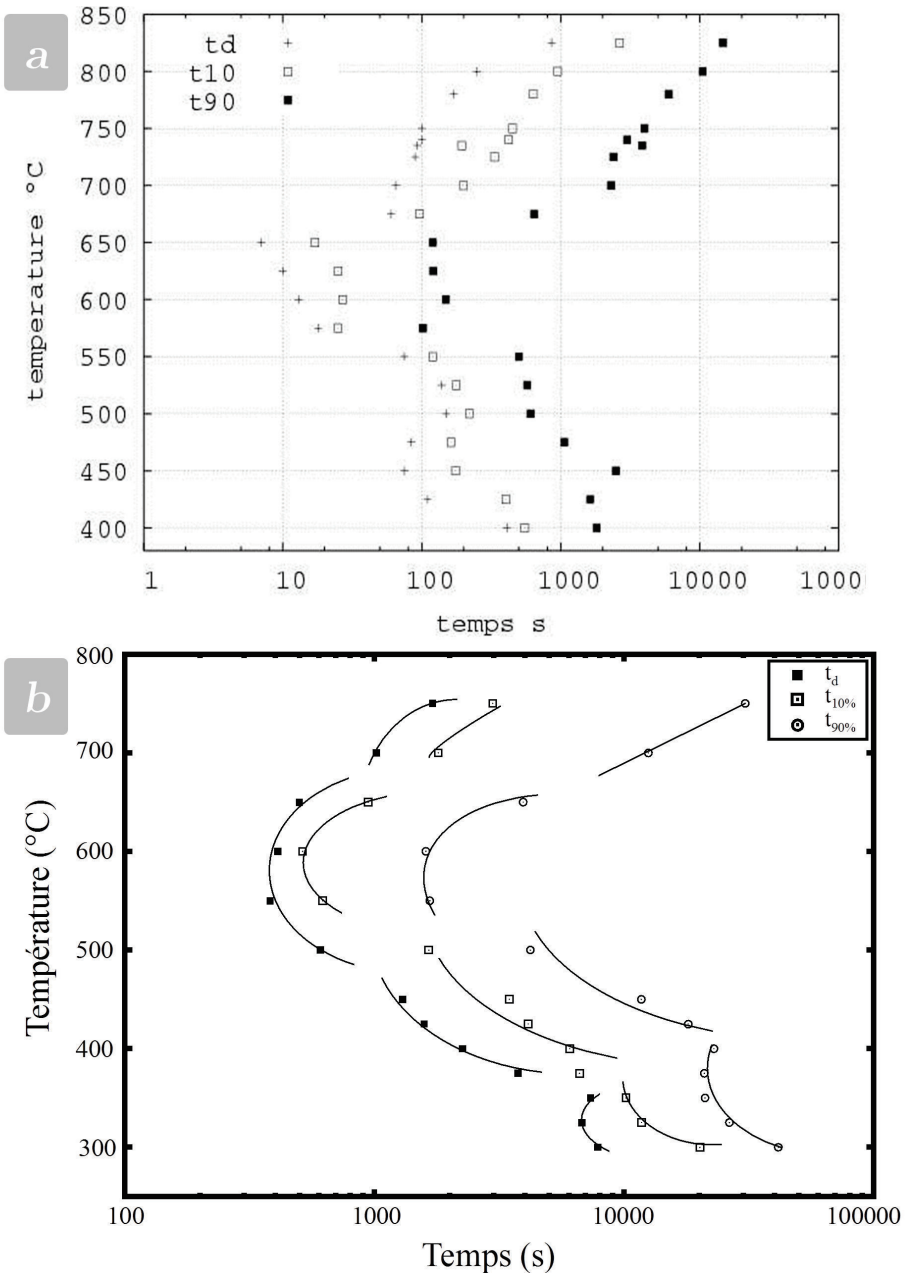

Figure 1-4 : Diagramme TTT du Ti17 et du Ti 5553 obtenus expérimentalement par résistivimétrie, après 30 minutes de mise en solution dans le domaine β. td : temps de début de transformation, t10 et t90 : temps nécessaire pour atteindre 10% et 90% d'avancement de la transformation (Da Costa Teixeira, 2005; Settefrati, 2012)

On identifie sur ces diagrammes TTT trois (Ti 17) et quatre (Ti 5553) domaines de transformations dont ressortent quatre courbes en C. Chaque courbe en C correspond à un mécanisme principal de transformation conduisant à différentes morphologies de phase α ou à l'apparition de phases métastables (Aeby-Gautier et al., 2007; Teixeira et al., 2007; Bruneseaux et al., 2008; Menon & Aaronson, 1986; Angelier et al., 1997) :

- Pour le premier domaine de transformation (750°C – T_β) le suivi in situ par diffraction des rayons X haute énergie (DRXHE) et les observations micrographiques ont montré que ce domaine correspond à la formation de phase α HC avec tout d'abord une germination/croissance de phase α aux Joints De Grains (JDG) β/β (morphologie α_{GB} (Grain Boundary)) puis la croissance de lamelles α sous formes de colonies α_{WGB} dans le grain β. Pour ces températures, la force motrice de germination est faible et les JDGs β/β représentent les sites préférentiels sur lesquels précipitent les premiers germes α_{GB}. Ces précipités croissent par la suite par diffusion en décorant les JDGs β/β de liserés de phase α allotriomorphe.

  Cette première étape est suivie de la formation d'une structure lamellaire appelée α_{WGB} (Widmanstätten Grain Boundary) : elle apparaît suite à la formation des liserés α_{GB} dans le même domaine de température, sous forme de paquets de lamelles de Widmanstätten toutes parallèles entre elles, remplissant progressivement les grains β par un mécanisme de croissance diffusionnel (Laude, 1997). Chaque lamelle croît en s'enrichissant en éléments alphagènes et en rejetant les éléments bétagènes. Une colonie α_{WGB} est donc constituée de lamelles de phases α et de zones inter-lamellaires de phase β enrichies en éléments bétagènes (Laude, 1997). L'enrichissement en éléments bétagènes dans ces zones inter-lamellaires a été caractérisé par Laude (Laude, 1997) par microsonde de Castaing et plus récemment par Dehmas par microscopie électronique à transmission (MET-EDX) (Dehmas et al., 2011) avec une comparaison aux données thermodynamiques calculées avec Thermocalc et la banque de données de Saunders. L'épaisseur de lamelles α_{WGB} est essentiellement dépendante des conditions de refroidissement ; elle diminue avec la température de transformation (Aeby-Gautier et al., 2011). Enfin, des caractérisations par EBSD ont montré que toutes les lamelles d'une colonie α_{WGB} possèdent la même orientation cristallographique (Bhattacharyya et al., 2003; Stanford & Bate, 2004).

- Le second domaine de transformation, situé entre 525°C et 700°C, correspond à la formation de grains α ayant toujours la même structure HC mais une morphologie notée α_{WI} (Widmanstätten Intragranular). Pour ce domaine de température la force motrice de germination devient assez importante pour permettre à la phase de germer sur des sites intragranulaires, comme des dislocations présentes au sein des grains β (Settefrati, 2012). Cette morphologie α est plus aciculaire et se présente sous forme de lamelles indépendantes et enchevêtrées. La morphologie α_{WI} présente à la fois les caractéristiques d'un mécanisme displacif et celles d'un mécanisme diffusif, et est souvent appelée

morphologie en vannerie. Les lamelles α_{WI} sont plus fines que les lamelles α_{WGB} et leur épaisseur augmente avec la température de transformation.

- Le troisième domaine correspond aux températures entre 525°C et 400°C. Les études par DRX (Bein, 1996) et notamment par DRXHE (Bruneseaux, 2008; Settefrati, 2012) ont montré que ce domaine de transformation se caractérise par la formation d'une phase métastable orthorhombique notée α''. Les lamelles α'' sont très fines et difficilement observables en MEB. De plus, il est difficile de mettre la phase en évidence par Diffraction des Rayons X de laboratoire. Les travaux de Bruneseaux (Bruneseaux et al., 2008) en DRX haute-énergie ont permis d'identifier la formation initiale à 420°C de cette structure orthorhombique α''. Lorsque la transformation progresse/la durée de maintien augmente, les pics caractéristiques de cette structure et leur position évoluent pour tendre vers ceux de la phase α. Cette même structure et cette séquence ont été caractérisées à cette température pour l'alliage Ti5553 (Settefrati, 2012). Pour des températures de transformation plus élevées, la cinétique d'évolution des pics de α'' vers ceux de α est plus rapide. La structure α'' a également été signalée à ces températures pour l'alliage Ti6246 et l'alliage β-Cez (Bein & Bechet, 1996). Cette phase a été identifiée comme le produit d'une transformation de type martensitique.

- Le quatrième domaine observé pour l'alliage Ti 5553 et précédemment pour l'alliage β-Cez est un domaine où il y a tout d'abord formation de phase ω_{iso} (De Fontaine et al., 1971; Bein & Bechet, 1996) suivie par la formation de phase α ou α'' (Aeby-Gautier et al., 2013; Prima et al., 2006; Settefrati et al., 2013). La précipitation de phase ω_{iso} de structure hexagonale a clairement été observée par MET pour des transformations au cours du revenu aux températures voisines de 350°C. Les précipités formés, de taille nanométrique, sont des sites de germination à la phase α/α'' qui apparaît pour des durées de maintien plus importantes. Les travaux récents de Settefrati ont montré que la phase formée est plutôt de structure orthorhombique (Settefrati, 2012). Les analyses par Sonde Atomique Tomographique (SAT) effectuée par Nag et al (Nag et al., 2009) montrent que le produit formé est métastable et n'a pas la composition d'équilibre de la phase α (riche en éléments bétagènes par exemple).
  Enfin, on peut noter que la formation de ω_{iso} a clairement été caractérisée par DRXHE au cours d'un traitement thermique de revenu alors qu'elle n'a pu être identifiée pour un refroidissement direct. Cette différence peut être associée à une cinétique de formation différente entre les deux traitements. Les mécanismes de formation et croissance de ces phases ne sont pas encore clairement établis, et la présence de ω_{iso}, α ou α'' dans la gamme de température allant de 100°C à 500°C est encore étudiée aux échelles du MET et de la SAT.

Les différents mécanismes de formation de phase α observés dans les domaines hautes températures (1 et 2) sont également rencontrés pour les alliages $\alpha + \beta$ comme l'alliage Ti6246 (Bein & Bechet, 1996), l'alliage Ti6242 (Gautier et al., 2006) ou l'alliage Ti64 (Come, 1988).

Pour ces alliages les mécanismes sont plus délicats à mettre en évidence car même un refroidissement rapide conduit à une transformation au cours du refroidissement.

1.2. Aspects cristallographiques

1.2.1. Les relations d'orientations entre la phase β et la phase α

Lors de la précipitation de la phase α, les précipités tendent à garder un maximum de cohérence avec la phase mère β dans laquelle ils se forment, réduisant ainsi l'énergie d'activation nécessaire à la germination (Dahmen, 1982). Pour ce faire, les deux phases adoptent des relations d'orientation spécifiques entre les deux structures cristallographiques. Les relations d'orientation entre les précipités α et la matrice β au cours de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ ont fait l'objet de beaucoup de travaux (Burgers, 1934; Furuhara et al., 1996, 1991; Miyano et al., 2000, 2002). Deux groupes de relations d'orientation peuvent ainsi être retrouvés dans la littérature, celles proposées par Burgers et celles proposées par Pitsch-Schrader, bien que les secondes soient bien moins observées.
Ainsi, la Relation d'Orientation de Burgers (ROB) relie la phase β et la phase α par (Burgers, 1934) :

$$\begin{matrix} \{110\}_\beta \,//\, (0001)_\alpha \\ < \bar{1}11 >_\beta \,//\, < 11\bar{2}0 >_\alpha \end{matrix} \tag{1-1}$$

La relation d'orientation de Pitsch-Schrader est quant à elle décrite par (Pitsch & Schrader, 1958) :

$$\begin{matrix} \{110\}_\beta \,//\, (0001)_\alpha \\ < 010 >_\beta \,//\, < 11\bar{2}0 >_\alpha \end{matrix} \tag{1-2}$$

La relation d'orientation de Pitsch-Schrader n'est pas très différente de la ROB puisqu'il suffit d'une rotation de 5,26° autour de l'axe $\{110\}_\beta \,//\, \{0001\}_\alpha$ pour passer de la relation d'orientation de Pitsch-Schrader à celle de Burgers (Dahmen, 1982). Nous allons par la suite nous intéresser uniquement à la ROB.

Un grain β d'orientation définie possède six plans denses $\{110\}_\beta$, chacun de ces plans contenant deux directions denses $< 111 >_\beta$, comme le montre la Figure 1-1. Un précipité α de structure HC peut ainsi se former dans un grain β en adoptant douze orientations possibles tout en respectant la ROB. Chacune de ces orientations est appelée variant. La Table 1-2 regroupe, pour une orientation β définie, les douze variants α suivant la ROB (Furuhara et al., 1996) :

Variant	Plan	Direction
V1	$(110)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[\bar{1}1\bar{1}]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V2	$(110)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[1\bar{1}\bar{1}]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V3	$(1\bar{1}0)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[11\bar{1}]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V4	$(1\bar{1}0)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[111]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V5	$(011)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[11\bar{1}]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V6	$(011)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V7	$(01\bar{1})_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V8	$(01\bar{1})_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[111]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V9	$(101)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V10	$(101)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[11\bar{1}]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V11	$(\bar{1}01)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$
V12	$(\bar{1}01)_\beta$ // $(0001)_\alpha$	$[111]_\beta$ // $[11\bar{2}0]_\alpha$

Table 1-2 : Liste des variants α suivant la ROB pour une orientation β définie

1.2.2. Sélection de variants

1.2.2.1. Mise en évidence par mémoire texture

Les alliages de titane sont considérés comme des alliages ayant une « mémoire de texture ». Des études récentes portant sur l'étude des textures locale et globale de la phase α ont été menées sur des alliages de titane $\alpha + \beta$ (TA6V) (Obasi, Birosca, Quinta da Fonseca, et al., 2012; Sargent et al., 2012) ainsi que sur des alliages de zirconium (Romero et al., 2009; Daymond et al., 2010). Ces travaux ont montré que la texture α initiale, globale ou locale (Sargent et al., 2012), et celle formée à la suite d'un traitement thermique $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ sont similaires. Les grains β formés au chauffage maintiennent la ROB avec les grains α dans lesquelles ils se forment. Lors du refroidissement, les mêmes variants α sont formés aux JDGs de ces grains β suivant la ROB. Cette mémoire de texture est associée à une sélection de variants au cours de la transformation menant après transformation de phase au refroidissement à une texture similaire à la texture initiale, comme le montre schématiquement la Figure 1-5 (Romero et al., 2009).

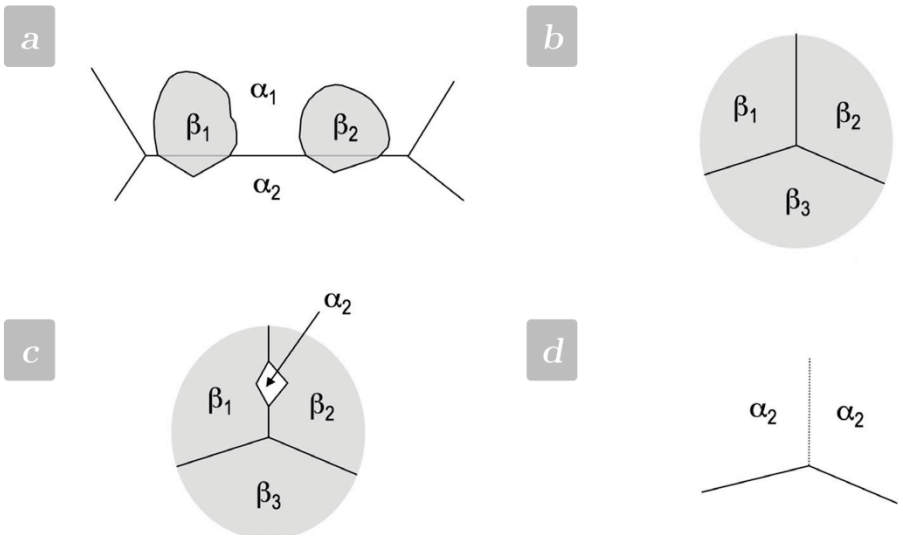

Figure 1-5 : Représentation schématique du phénomène de mémoire de texture (Romero et al., 2009) a) deux grains β se forment dans une matrice α, suivant la ROB avec le grain α_2 ; b) transformation complète $\alpha \rightarrow \beta$; c) sélection de variants d'un germe α de même orientation que α_2 lors du refroidissement suivant la ROB à la fois avec β_1 et β_2 ; d) après transformation complète $\beta \rightarrow \alpha$, l'orientation α_2 est retrouvée

1.2.2.2. Définition de la sélection de variants

Pour les alliages de titane, un grain β d'orientation définie peut donner naissance à 12 variants α différents, qui suivent la ROB. Si nous considérons un alliage de composition chimique homogène et dont le volume de matière considéré est à une température homogène, la force motrice chimique, fonction uniquement de la température et de la composition chimique est identique pour chacun de ces variants. Dans un grain parent β, les précipités de phase α devraient donc présenter une distribution équiprobable de chacun des 12 variants dans le cas d'une transformation sans sélection de variants.

La germination et la croissance des précipités α dans un même grain parent conduit ainsi à de nombreux précipités/grains ayant l'une des 12 orientations, comme schématisé sur la Figure 1-6a (Furuhara & Maki, 2001). Cependant, certains variants apparaissent plus fréquemment que d'autres, dépendant notamment des sites de germination (nature cristallographique du défaut, désorientation et énergie des joints (Howe, 1997; Zhang et al., 2011)) ou encore d'une sollicitation externe (contrainte, champ magnétique …). On appelle ce phénomène Sélection de variants (SV). Ainsi, même si le nombre de germes est important, la distribution du nombre de variants qu'ils auront adopté ne sera pas équiprobable. Il est possible que les précipités voisins de même orientation coalescent lors de la croissance, donnant naissance à une structure plus grossière, schématisée sur la Figure 1-6b.

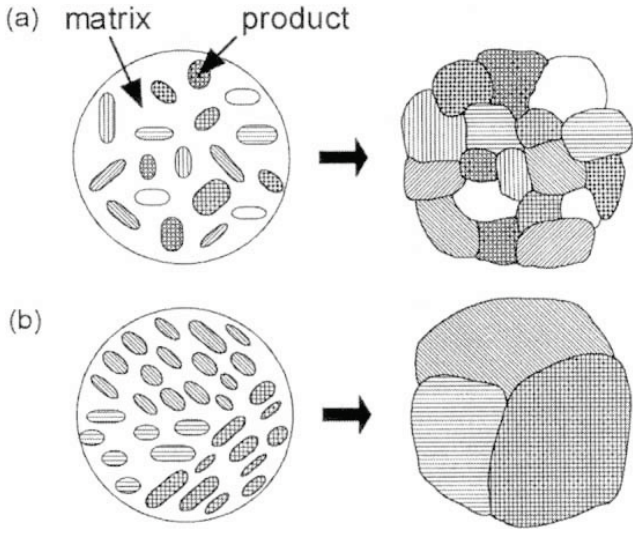

Figure 1-6 : Précipitation d'une phase fille au sein d'une matrice phase mère au cours d'une transformation diffusive : a) sans sélection de variants ; b) avec sélection de variants (Furuhara & Maki, 2001)

1.2.2.3. Origine de la sélection de variants

Lors de la transformation à l'état solide, la barrière de germination dépend de la force motrice de germination, de l'énergie d'interface et de l'énergie élastique associée à la formation du précipité. Lorsque la germination est hétérogène, elle dépend aussi de la nature cristallographique du défaut sur lequel se forme le précipité (JDG, dislocations par exemple), comme des caractères cristallographiques associés à ces défauts (nature du JDG, énergie du joint … (Howe, 1997; Zhang et al., 2011)). Le variant pour lequel la barrière de germination puis l'enthalpie libre sont minimales (l'énergie d'interface et/ou l'énergie élastique sont minimales) est le plus favorable quant à sa germination et croissance. Il y aura donc sélection de variants.
Par ailleurs, le changement d'une structure cristalline à l'autre s'accompagnant très souvent d'une déformation, tout champ local de contrainte peut conduire à une sélection de variants par la force motrice $[\sigma][\varepsilon^*]$ qui lui est associée (où $[\sigma]$ est le tenseur local de contrainte et $[\varepsilon^*]$ le tenseur de déformation libre associé à la formation de chaque variant). Ce dernier mécanisme opère lors de la sélection de variants de martensite observée lors de la transformation martensitique sous contrainte ou lorsque des groupes de variants auto accommodants se forment (Patel & Cohen, 1953).

Si nous négligeons l'effet des contraintes sur la sélection de variants, les facteurs conduisant à la sélection d'un variant sont la minimisation de l'énergie d'interface d'une part et celle de l'énergie élastique d'autre part.
L'énergie d'interface a deux contributions, une contribution chimique et une contribution structurale (Porter & Easterling, 1992). Cette dernière peut varier suivant la nature de l'interface (interface cohérente, semi-cohérente ou incohérente) entre le précipité et la matrice.
L'énergie élastique dépend de l'écart de cohérence entre la matrice et le précipité. Cette énergie élastique due à la déformation élastique qui accommode les désaccords paramétriques entre

précipité et matrice peut être partiellement relaxée par formation de dislocations d'interface (conduisant ainsi à une augmentation de l'énergie d'interface) ou par glissement plastique.

Divers auteurs ont cherché à connaître la nature des interfaces pour comprendre les mécanismes de minimisation d'énergie lors de la précipitation ainsi que les phénomènes de sélection de variants (Furuhara et al., 1991; Furuhara & Aaronson, 1991).
Dans le cas de la précipitation intragranulaire de la phase α des alliages de titane, des études par microscopie électronique en transmission (MET) ont conduit à caractériser le précipité (plan d'habitat, ligne invariante (direction comprise dans le plan d'habitat selon laquelle les atomes ne sont ni tournés, ni dilatés ou contractés)). De plus, ils ont identifié la structure atomique et l'agencement de la structure de dislocations permettant de conserver une certaine cohérence à l'interface α/β, maintenant la relation d'orientation entre les deux cristaux.

Ainsi les travaux de la littérature conduisent à proposer pour un précipité α une forme de latte (Furuhara et al., 1996). Cette latte α, schématisée par un parallélépipède, est caractérisée par trois facettes : la facette épaisse, appelée « broad face »(E), la facette transverse (T) appelée « side face » et la facette rebord appelée « edge face » (R) (Mills et al., 1998).

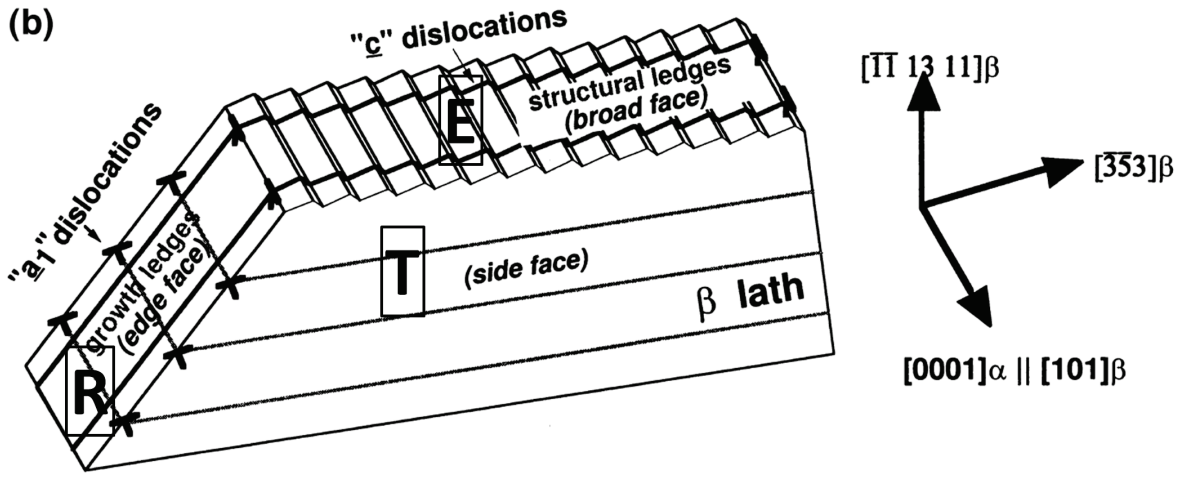

Figure 1-7 : Description schématique d'une latte α en relation d'orientation de Burgers (Mills et al., 1998)

Les observations ont permis de montrer que ces interfaces sont composées de marches, qui peuvent être considérées comme des défauts cristallins servant, comme les dislocations, à accommoder les désaccords paramétriques, conserver la cohérence entre les deux phases et réduire ainsi les énergies élastiques. Une telle structure en forme de marche a par exemple été observée dans un acier Fe-C-Si, sur des lattes de ferrite pro-eutectoïde (Rigsbee & Aaronson, 1979).

Dans le cas des interfaces α/β, il existe trois types de marches (Furuhara et al., 1991) :

- Des marches de structure biatomique ayant pour vecteur de Burgers $a/18[11\bar{2}0]_\alpha$, qui réduisent le désaccord paramétrique en augmentant la surface d'interaction entre les zones de cohérence de α et de β. Les plans de terrasses de ces marches sont parallèles à $\{121\}_\beta//\{1100\}_\alpha$. Ces marches structurales permettent également à la facette E de contenir la ligne invariante $\left[\bar{3}\bar{5}3\right]_\beta$. Les facettes E et T sont entourées de dislocations de misfit de type a avec un vecteur de Burgers de $a/3[11\bar{2}0]_\alpha$, qui compensent le désaccord paramétrique associé aux marches structurales.

- Des marches de type c, de vecteur de Burgers $c/2[0001]_\alpha$, qui compensent le désaccord paramétrique en rajoutant des demi plans selon $[0001]_\alpha$, limitant l'augmentation d'énergie d'interface liée à la croissance du grain α. Ces marches sont représentées par les dislocations de type c en Figure 1-7.

- Des marches de croissance, seul type de marche mobile, se propageant le long de la face large E. Elles permettent la croissance de la latte en l'épaississant.

Les deux premiers types de marches sont immobiles, et constituent la facette E. Les marches de croissance permettent à la latte de croître et de s'épaissir. Elles se propagent le long de la ligne invariante d'indice $\left[\bar{3}\bar{5}3\right]_\beta$, proche de la ligne des dislocations de type c, qui se situe le long de la facette E. Dans le cas de grains α_{GB} formés aux joints de grains β/β, des études par MET ont démontré la présence de ces structures de marches minimisant l'énergie élastique, non seulement au niveau des interfaces entre α_{GB} et le grain β ROB, mais aussi entre α_{GB} et le grain β opposé qui est sans relation d'orientation (Furuhara & Aaronson, 1991; Nie et al., 1998). Ainsi, l'interface α_{GB}/β n'est jamais incohérente, contrairement par exemple au cas des aciers où l'interface ferrite allotriomorphe / austénite sans relation d'orientation est incohérente.

Pour mieux appréhender l'énergie associée à la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, nous pouvons décrire le passage de la maille CC à la maille HC et les déformations engendrées lors du changement de phase. Nous avons représenté Figure 1-8 la structure CC de la phase β et la structure HC de la phase α. Si nous considérons le repère ortho-hexagonal montré Figure 1-9 (i.e. $[110]_\beta$, $[001]_\beta$ et $[1\bar{1}0]_\beta$ pour la phase β et $[10\bar{1}0]_\alpha$, $[\bar{1}2\bar{1}0]_\alpha$ et $[0001]_\alpha$ pour la phase α), le passage de la phase β à la phase α peut être décrit par une déformation homogène de réseau suivie d'une rotation.

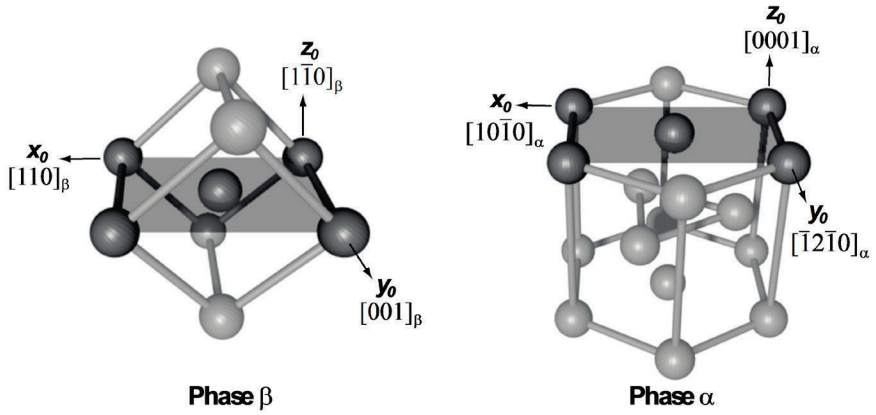

Figure 1-8 : Représentation schématique des mailles CC (β) et HC (α) orientées de manière à aligner les directions formant le repère ortho-hexagonal (Settefrati, 2012)

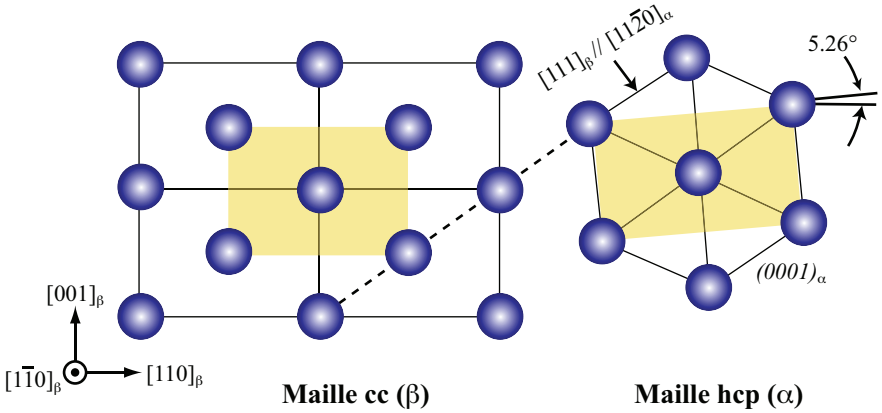

Figure 1-9 : Rotation de 5,26° autour de l'axe $[0001]_\alpha$ permettant de mettre en relation d'orientation de Burgers une maille CC et une maille HC (Settefrati, 2012)

La déformation homogène de réseau est donnée par la matrice A, exprimée dans le repère orthohexagonal.

$$A_{(x_0,y_0,z_0)} = \begin{pmatrix} \sqrt{\frac{3}{2}}\frac{a_\alpha}{a_\beta} & & \\ & \frac{a_\alpha}{a_\beta} & \\ & & \frac{1}{\sqrt{2}}\frac{c_\alpha}{a_\beta} \end{pmatrix} \quad (1\text{-}3)$$

Il faut signaler qu'un déplacement supplémentaire atomique (shuffle) sur chaque plan $(0002)_\alpha$ est nécessaire pour atteindre la structure HC. Cependant ce déplacement ne conduit pas à modifier la forme et la taille des deux mailles. La matrice A représente donc la matrice de transformation.

Pour satisfaire la seconde relation d'orientation de Burgers, $< 111 >_\beta // < 11\bar{2}0 >_\alpha$ une rotation de corps rigide R de 5,26° autour de l'axe z_o est nécessaire comme le montre la Figure 1-9. En prenant en compte la rotation R et la distorsion homogène de réseau A, il en résulte un tenseur de gradient de déformation RA :

$$RA_{(x_0,y_0,z_0)} = \begin{pmatrix} \cos(5{,}26°) & -\sin(5{,}26°) & 0 \\ \sin(5{,}26°) & \cos(5{,}26°) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sqrt{\frac{3}{2}}\frac{a_\alpha}{a_\beta} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{a_\alpha}{a_\beta} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{\sqrt{2}}\frac{c_\alpha}{a_\beta} \end{pmatrix} \tag{1-4}$$

Le tenseur de déformation de transformation ε^* est tel que :

$$\varepsilon^*_{ij} = \frac{1}{2}\left((RA)_{ij} + (RA)_{ji}\right) - \delta_{ij}$$

où $\boldsymbol{\delta}_{ij}$ est le symbole de Kronecker.

Settefrati (Settefrati, 2012) a caractérisé les paramètres de maille du titane pur par DRXHE. La transformation se produisant aux températures voisines de 880°C, la déformation élastique a été considérée négligeable et les paramètres mesurés sont considérés comme des paramètres libres de toute contrainte. Pour la phase α les paramètres considérés sont ceux obtenus à 880°C, pour la phase β celui obtenu à 910°C. Le tenseur de déformation obtenu à partir de ces données est le suivant :

$$\varepsilon^* = \begin{pmatrix} 0{,}096 & -0{,}0093 & 0 \\ -0{,}0093 & -0{,}105 & 0 \\ 0 & 0 & 0{,}011 \end{pmatrix} \tag{1-5}$$

A partir de ces données l'énergie élastique peut être calculée. Elle dépend de la forme du précipité et de son orientation cristalline dans le grain β. En utilisant divers calculs micromécaniques (méthode d'Eshelby, calcul élastique par FFT ou encore par méthode de champ de phase), Settefrati a montré que la forme qui minimise l'énergie élastique est une plaquette dont le plan d'accolement est voisin de $\{334\}_\beta$.

Une étude similaire conduisant à la densité d'énergie élastique associée à la formation d'une plaquette infinie a été faite par (Cottura et al., 2014; Shi et al., 2012). Pour ces deux études, les auteurs calculent la densité d'énergie élastique pour une plaquette de longueur infinie et d'une épaisseur infinitésimale en fonction de son orientation dans le grain β.
Les résultats de (Cottura et al., 2014) (Figure 1-10) montrent que l'énergie élastique présente une forte variation avec l'orientation cristalline, avec la présence de quatre minima. Ces minima correspondent à l'orientation de la normale aux plans d'accolement des plaquettes

$(\overline{1{,}032}\ 1{,}032\ 1{,}372)_\beta$ et $(\overline{1{,}032}\ 1{,}032\ 1{,}657)_\beta$. Le premier plan est proche du plan $\{334\}_\beta$ signalé dans la littérature. Les auteurs signalent que l'énergie élastique pour ces minima est faible, mais reste finie (Cottura et al., 2014).

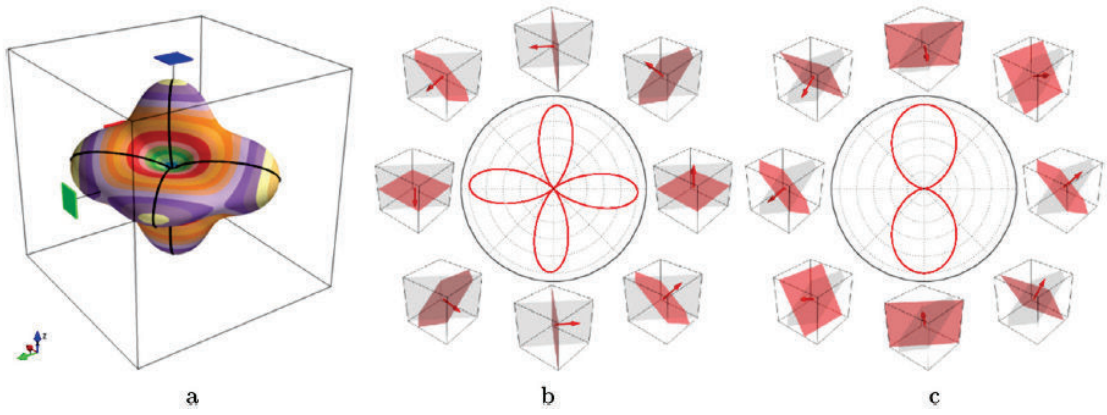

Figure 1-10 : Représentation polaire de la densité d'énergie élastique d'une plaquette infinie dans le repère de la phase β. Deux sections passant par les minima globaux sont représentées en a) et correspondent aux représentations 2D en b) et c). Les orientations spécifiques des plaquettes sont représentées tous les π/4 avec la normale contenue dans le plan grisé

(Shi et al., 2012) ont fait le même calcul en considérant un tenseur de déformation pour un précipité dit cohérent et un précipité avec des dislocations d'interface. Ces dislocations diminuent les composantes du tenseur de déformation de transformation et donc la densité d'énergie élastique. La variation de la densité d'énergie élastique avec l'orientation de la plaquette est représentée en 2D Figure 1-11[1]. Quatre minima sont également observés, avec un minimum pour l'orientation $[\overline{11}\ \overline{9{,}85}\ 8{,}07]_\beta$ orientation qui dévie de 8° de celle observée expérimentalement $[\overline{11}\ \overline{13}\ 11]_\beta$. En considérant la présence des dislocations aux interfaces, l'amplitude de l'énergie élastique est fortement diminuée (facteur 7.10^{-5}) comme l'illustre la Figure 1-11. La position des minima diffère légèrement illustrant la modification du plan d'accolement avec la présence de dislocations d'interface. En tenant compte des dislocations d'interface, (Shi & Wang, 2013) calculent un plan d'accolement dévié de seulement 0,8° du plan d'accolement expérimental.

[1] Le tenseur de déformation du précipité « cohérent » diffère légèrement de celui utilisé (Cottura et al., 2014).

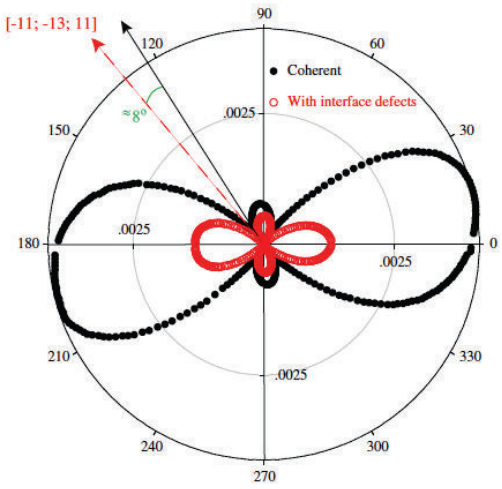

Figure 1-11 : Projection dans le plan $(101)_\beta$ de la densité d'énergie élastique d'un précipité cohérent (points noirs) et d'un précipité avec des dislocations d'interface (points rouges)

Ces résultats montrent donc que l'énergie d'interface et l'énergie élastique sont deux composantes importantes dont il faut tenir compte pour la sélection des variants et qu'elles sont liées l'une à l'autre. De plus, l'énergie élastique est très dépendante de l'orientation cristalline de la plaquette, du grain formé.

1.2.2.4. Les critères de sélection de variants

En théorie, un précipité α_{GB} peut adopter un des 24 variants lui permettant de suivre la ROB avec l'un ou l'autre des grains β adjacents. Expérimentalement, la précipitation aux joints de grains s'accompagne d'une forte sélection de variants, en fonction des paramètres cristallographiques des JDGs β/β.

Les premières études sur la SV dans les alliages de titane ont proposé une analyse de l'origine de la SV sur la base de la théorie classique de la germination selon laquelle le variant formé est celui dont l'énergie critique de germination est la plus faible (Bhattacharyya et al., 2003; Furuhara et al., 1996). Il est suggéré par ces auteurs que l'énergie d'interface générée lors de la formation d'un grain α_{GB} est minimisée lorsque le variant α possède certaines relations d'orientation avec les deux grains β.

D'autres analyses expliquent la SV par la minimisation de l'énergie élastique nécessaire pour accommoder la formation d'un germe α de structure HC dans un volume initialement occupé par la matrice β de structure CC, en considérant la différence de propriétés élastiques entre les deux grains adjacents (Humbert et al., 2006).

Une étude sur la germination de la ferrite bainitique considère à la fois la minimisation d'énergie élastique et la minimisation d'énergie d'interface pour expliquer la SV formant de larges blocs de lamelles de bainite (Furuhara et al., 2008). Ainsi, la formation des premiers germes de bainite serait limitée aux orientations minimisant l'énergie d'interface, alors que lors de la croissance des lamelles dans les grains austénitiques, les variants conduisant à une énergie

élastique associée aux désaccords paramétriques seraient favorisés. De telles approches sont à présent considérées pour les alliages de titane (Shi et al., 2014).

Dans le cas de la précipitation hétérogène de la phase α aux joints des grains β/β, trois critères ont été établis expérimentalement :

- le premier critère que nous notons SV1, proposé par Furuhara (Furuhara et al., 1996; Banerjee et al., 2004) considère une situation favorable pour la germination lorsque les deux grains parents adjacents ont deux plans denses $\{011\}_\beta$ proches du parallélisme. Dans ce cas, le grain α_{GB} tend à aligner son plan basal $\{0001\}_\alpha$, i.e.

$$\{011\}_{\beta_{ROB}} // \{0001\}_{\alpha_{GB}} \sim // \{011\}_{\beta_{nROB}} \quad (1\text{-}6)$$

- Plus récemment, Shi (Shi et al., 2014) a proposé un critère, noté SV2, selon lequel le grain α_{GB} minimise la déviation à la ROB avec le grain β opposé, β_{nROB}.

- Furuhara et al. (Furuhara et al., 1996) ont mis en évidence un autre critère de SV, noté SV3, qui tient compte du plan de JDGs β/β (PJDG). Le variant α_{GB} sélectionné doit aligner sa direction dense mise en commun par la ROB, $< 11\bar{2}0 >_{\alpha_{GB}} // < 111 >_{\beta_{ROB}}$, avec le PJDG. Ainsi des interfaces α_{GB}/β de faible énergie (i.e. $\{121\}_\beta // \{1100\}_\alpha$ et $\{0001\}_\alpha // \{110\}_\beta$) sont créées tout en détruisant le JDG de forte énergie (Lee & Aaronson, 1975).

1.2.2.5. Observations de la sélection de variants au cours de la transformation

Différentes études ont conduit à des analyses globale et locale de la texture incluant la texture de déformation et celle de transformation (Obasi, Moat, et al., 2012; Obasi, Birosca, Quinta da Fonseca, et al., 2012; Obasi et al., 2013). Ces travaux montrent que la texture de déformation (ou de restauration/recristallisation) de la structure monophasée β (fibre de type γ $\{111\}$) influence la texture de transformation car cette fibre s'accompagne d'une plus forte densité de JDGs β/β partageant un pole $\{110\}_\beta$ (i.e. $\{110\}_{\beta 1} // \{110\}_{\beta 2}$), favorables à la SV1 ou la SV2.

D'autres auteurs (Obasi, Birosca, Leo Prakash et al., 2012; Sargent et al., 2012) ont montré que selon la vitesse de refroidissement depuis le domaine β, les microstructures et les mécanismes de sélection de variants peuvent changer conduisant à une modification de la texture de transformation, en raison des morphologies différentes des produits de la transformation (notamment précipitation inter- et intra-granulaire) et des cinétiques différentes.

Pour mieux appréhender ces effets, nous détaillons les observations suivant l'avancement dans la séquence de précipitation, conduisant successivement à former les premiers germes, puis la morphologie α_{GB}, la morphologie α_{WGB}, voire la morphologie intragranulaire α_{WI} dans le cas d'un refroidissement.

1.2.2.5.1. Les premiers germes

Dans les alliages de titane, peu de travaux portent sur l'étude des premiers germes formés aux JDGs et leur orientation cristallographique. Quelques travaux ont été réalisés, sur un base cobalt (Zhang et al., 2011) et sur un base fer (Lischewski & Gottstein, 2011). Zhang (Zhang et al., 2011) a étudié la formation des précipités α (CC) aux JDGs γ/γ (CFC) au refroidissement depuis le domaine γ alors que Lischewski (Lischewski & Gottstein, 2011) a considéré la formation des premiers germes γ formés aux JDGs α/α au chauffage depuis la température ambiante. Leurs observations (Figure 1-12) confirment la théorie de Clemm (Clemm & Fisher, 1955) selon laquelle la précipitation hétérogène dans une matrice parente polycristalline débute préférentiellement sur les sites demandant une énergie critique de germination la plus faible, c'est-à-dire d'abord sur les points quadruples (PQs), puis sur les joints triples (JTs) et ensuite sur les JDGs.

Dans les conditions expérimentales utilisées, la cinétique d'occupation assez lente de ces sites a permis d'identifier les sites les plus favorables, ceux occupés en premier. Il a ainsi été montré expérimentalement que les sites permettant aux germes de maintenir la relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs (ROKS) (Kurdjumov & Sachs, 1930) avec au moins deux de leurs parents voisins sont les sites préférentiels. Ce critère de SV ressemble ainsi aux critères SV1 et SV2 établis pour les alliages de titane. Lischewski a montré un deuxième critère, selon lequel les plans denses impliqués dans la ROKS doivent avoir un angle de désorientation minimal avec le plan du JDG, critère ressemblant au critère SV3, car il fait intervenir le PJDG.

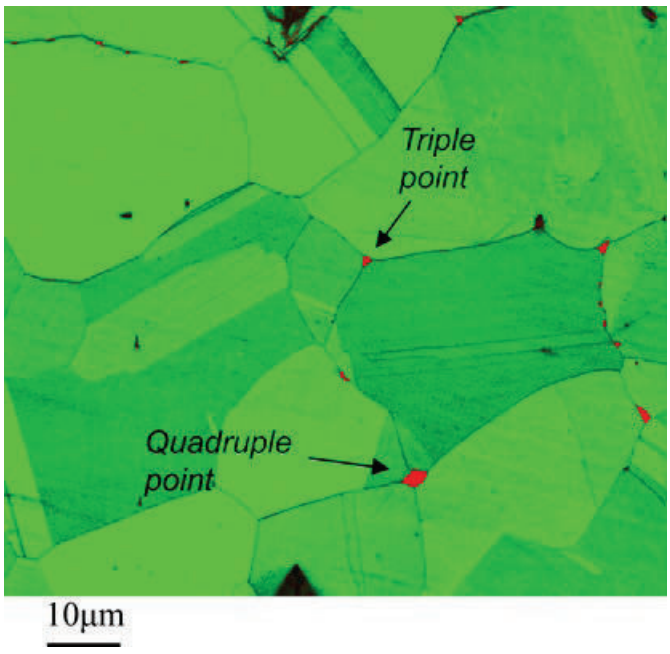

Figure 1-12 : Carte EBSD montrant les premiers germes de ferrite α formés formés préférentiellement sur les PQs, PTs et JDGs de phase austénite γ, dans un alliage Co-15Fe (Zhang et al., 2011)

1.2.2.5.2. La sélection de variants lors de la formation de précipités aux joints des grains α_{GB} et α_{WGB}

Comme nous l'avons précisé, la séquence de précipitation hétérogène aux JDGs commence par la formation de la morphologie α_{GB} le long des JDGs β/β, les sites les plus favorables. Pour les alliages de titane, les sites de germination n'ont pas été localisés précisément, contrairement aux travaux présentés au paragraphe précédent. Dans la littérature, tous les grains α_{GB} observés sont déjà très développés. Furuhara propose une germination hétérogène sur l'intégralité du JDG, comme l'illustre la Figure 1-13a (Furuhara & Maki, 2001). Les liserés α_{GB} résulteraient de la coalescence et/ou percolation de grains α_{GB} individuels, voire de germination sympathique.

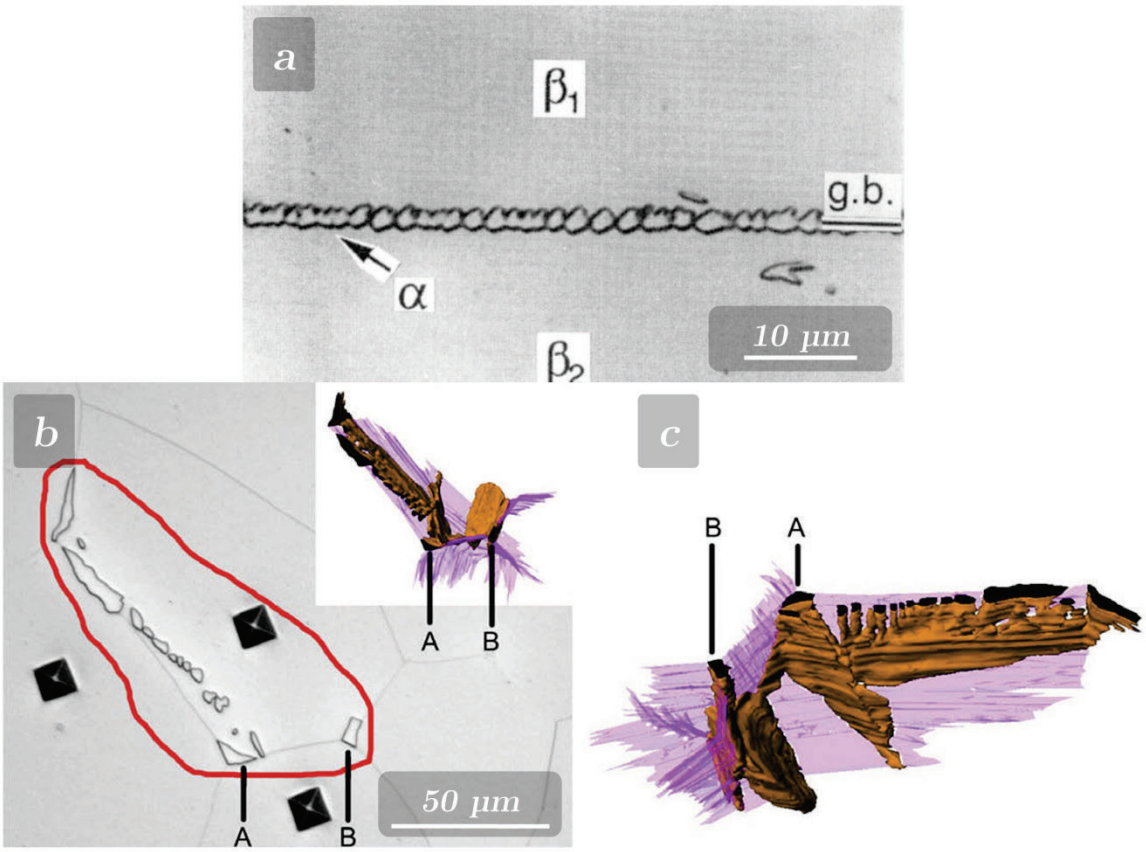

Figure 1-13 : a) Micrographie optique d'un liseré α_{GB} (alliage Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al), suggérant la formation d'une multitude de précipités α_{GB} par germination sympathique ; b,c) même morphologie de précipités α_{GB} apparemment distincts, dont la microstructure 3D montre qu'il ne s'agit que d'un seul grain α_{GB} qui s'est ramifié au cours de sa croissance (alliage Ti-4,3Fe-6,7Mo-1,5Al)

Néanmoins, une étude récente de caractérisation tridimensionnelle des morphologies α_{GB} et α_{WGB} prouve que la morphologie 3D d'un grain α_{GB} peut être très complexe (Sharma, 2008).

Les précipités α_{GB} apparemment distincts sur la coupe 2D en Figure 1-13b proviennent en fait d'un seul grain qui s'est ramifié (Figure 1-13c) (Sharma et al., 2010). Il est ainsi probable que les différents précipités α, sur la coupe métallurgique Figure 1-13a, proviennent d'un seul grain, d'autant plus que chacun de ces précipités possède la même orientation cristallographique, selon les auteurs.

Les premiers travaux de Furuhara et al. (Furuhara et al., 1996) sur la SV s'appuient sur des analyses MET. L'analyse de quelques grains α_{GB} les a conduit à proposer le critère SV1 (parallélisme entre plans denses de β_1, β_2 et α_{GB} : $\{011\}_{\beta_{ROB}} // [0001]_{\alpha_{GB}} \sim // \{011\}_{\beta_{nROB}}$). Des analyses par EBSD plus récentes (Stanford & Bates, 2004; Banerjee et al., 2004; Bhattacharyya et al., 2003; van Bohemen et al., 2008) ont confirmé l'observation de ce critère sur un plus grand nombre d'exemples. Dans (van Bohemen et al., 2008), un nombre statistique de grains α_{GB} a été observé, permettant d'établir que le critère SV1 n'est vérifié que par une certaine proportion de grains α_{GB}. La fréquence d'occurrence du critère SV1 est plus importante lorsque l'angle $\{011\}_{\beta 1} \sim // \{011\}_{\beta 2}$ est faible.

Le critère SV2 (Shi et al., 2014), proposé récemment à partir de caractérisation EBSD est basé sur la minimisation de l'écart à la ROB entre le précipité α_{GB} formé et le grain β_{nROB}. Les auteurs ont étudié expérimentalement ce critère à partir de 35 liserés α_{GB} (alliage Ti5553 transformé en condition isotherme à $T_\beta - 25°C$). Le variant α_{GB} choisi est toujours celui qui minimise l'écart à la ROB avec les deux grains β lorsque l'angle de déviation à la ROB entre α_{GB} et β_{nROB} est inférieur à 15°.

Le critère SV3 (Furuhara et al., 1996) a été introduit à partir d'analyses MET. Il tient compte de l'orientation du plan du JDG β/β (PJDG). Il impose un parallélisme entre les directions denses participant à la ROB et le PJDG ($< 11\bar{2}0 >_{\alpha_{GB}} // < 111 >_{\beta} \sim //$ PJDG). L'orientation du PJDG n'étant accessible que par MET ou par caractérisations tridimensionnelles, ce critère de SV n'a été considéré que dans une autre étude (Dey et al., 2007). Furuhara a montré quelques exemples de liserés α_{GB} respectant SV3, mais dont l'écart à la ROB avec le grain opposé restait élevé : les critères SV1 et SV2 n'étaient par conséquent pas respectés. De ce fait, il en a déduit que SV3 est le critère prédominant sur la sélection de variants. Cependant, le critère SV3 lui-même n'est pas toujours respecté, comme le montrent les observations de Furuhara et al. (Furuhara et al., 1996) et de Dey et al. (Dey et al., 2007).

1.2.2.5.3. La sélection de variants pour la morphologie α_{WGB}

La microtexture de la morphologie α_{GB} ainsi que la nature cristallographique des JDGs β/β influencent fortement la sélection des variants des colonies α_{WGB} formées au refroidissement, celles-ci étant supposées émises dans les grains β en ROB avec le liseré α_{GB} précurseur. De plus, tous les travaux portant sur cette morphologie (Bhattacharyya et al., 2003, 2007; Stanford & Bate, 2004; Roy et al., 2011) indiquent que les colonies α_{WGB} proviennent d'un α_{GB} précurseur dont elles héritent de l'orientation, comme montré Figure 1-14. Toutes les lamelles constituant

une colonie α_{WGB} possèdent l'orientation unique du précurseur α_{GB} et sont toujours en ROB avec le grain β dans lequel elles se forment. Aucun contre-exemple n'a été montré à ce jour. Deux mécanismes ont été avancés pour expliquer la transition de la morphologie α_{GB} à α_{WGB} : la germination sympathique (Aaronson et al., 1995) ou bien la déstabilisation du front de croissance d'α_{GB} (Fujii & Suzuki, 1988). Il a été prouvé que la croissance des lamelles α_{WGB} est contrôlée par la diffusion (Appolaire et al., 2005; Laude, 1997).

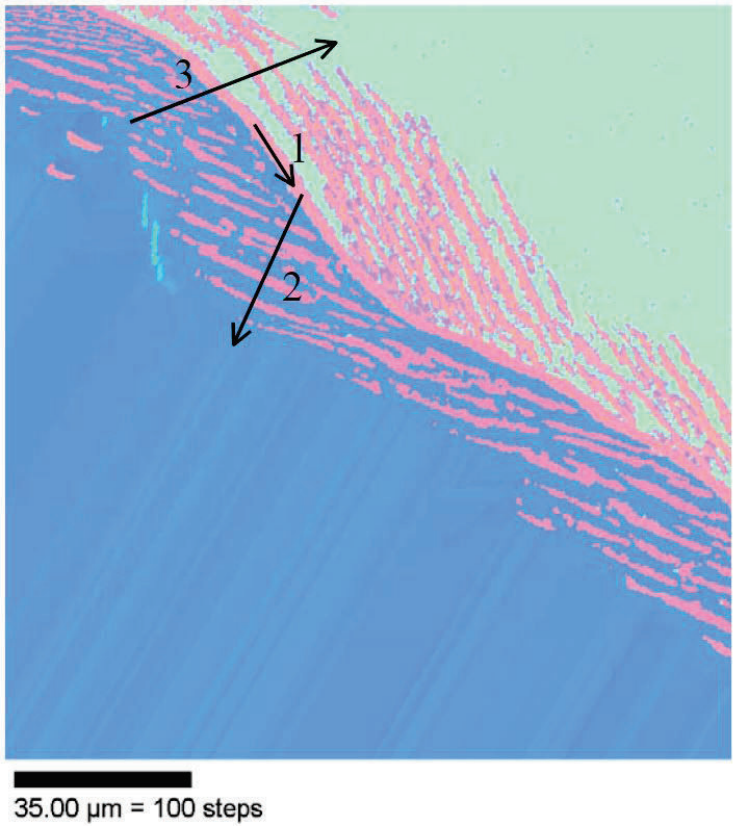

Figure 1-14 : Carte EBSD en mode IPF montrant une colonie α_{WGB}. Toutes les lattes ont la même orientation, celle du liseré α_{GB} qui les a émises (Héricher, 2004)

Il a été observé que les lamelles de colonies α_{WGB} contiennent toujours une direction de croissance, correspondant à la ligne invariante du variant considéré, type $\langle 335 \rangle_\beta$ (Dahmen, 1982; Bhattacharyya et al., 2003). Le plan d'habitat des lamelles, bien identifié par MET (Furuhara et al., 1991) est de type $\{11\ 11\ 13\}_\beta$.

Enfin, certaines relations d'orientation entre le liseré α_{GB} et les deux grains β adjacents semblent permettre la formation de plusieurs colonies α_{WGB}. La Figure 1-15 schématise différentes configurations (Roy et al., 2011).

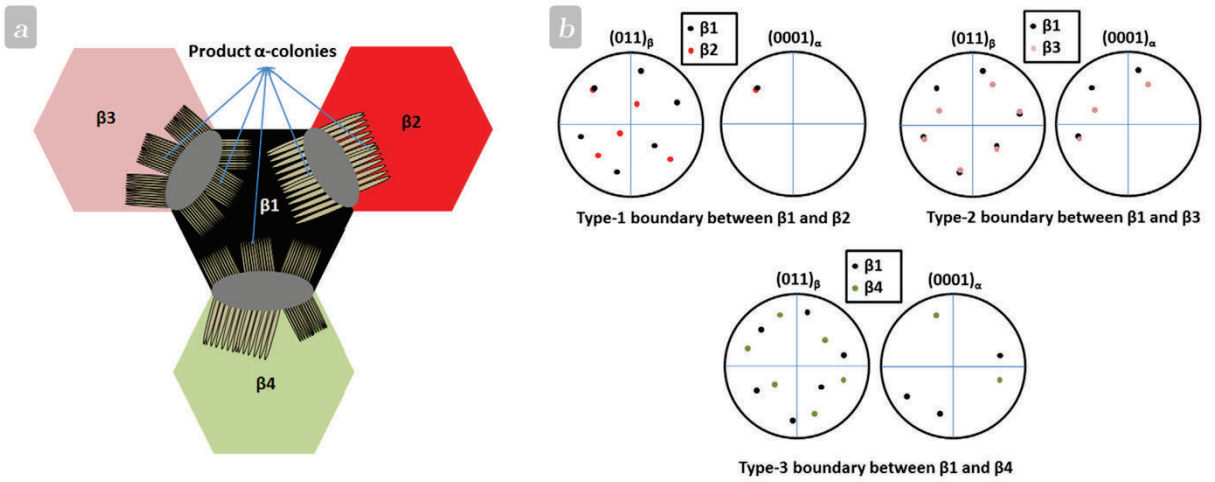

Figure 1-15 : Schéma montrant a) des liserés α_{GB} décorant les JDGs β_1/β_2, β_1/β_3 et β_1/β_4 et émettant des colonies α_{WGB} ; b) des figures de pôles montrant les orientations cristallographiques des phases α et β aux trois zones β_1/β_2, β_1/β_3 et β_1/β_4 (Roy et al., 2011)

- JDG β_1/β_2 : les deux grains β partagent un plan $\{110\}_\beta$. D'après le critère SV1, le variant α_{GB} aligne son plan dense $\{0001\}_{\alpha_{GB}}$ avec ces deux plans $\{110\}_\beta$ communs. Le liseré α_{GB} suit donc la ROB, tout du moins selon la composante plan, avec les deux grains β_1 et β_2. Il émet donc une colonie α_{WGB} dans les deux grains β de même orientation. On peut en déduire qu'il y a une faible désorientation entre α_{GB} et α_{WGB} dans le grain β_2.

- JDG β_1/β_3 : plusieurs duos de plans denses $\{110\}_{\beta_1} - \{110\}_{\beta_3}$ sont proches. Plusieurs variants α_{GB} peuvent se former tout en respectant le critère SV1. Chacun de ces liserés α_{GB} peut émettre une colonie dans le grain avec lequel il est en ROB, voire dans les deux grains β si les plans denses communs sont très proches, menant à plusieurs variants de colonies α_{WGB}.

- JDG β_1/β_4 : aucun duo de plans denses $\{110\}_{\beta_1} - \{110\}_{\beta_4}$ n'est proche. Le critère SV1 ne peut pas être respecté. Ainsi, les variants α_{GB} sont choisis de façon aléatoire, tout comme les variants de colonies qu'ils vont émettre.

Certains JDGs β_1/β_2 possèdent une configuration cristallographique particulière permettant au grain α_{GB} de superposer les plans et directions denses avec les grains β_1 et β_2 (i.e. la ROB est vérifiée avec les deux grains β en même temps). La Table 1-3 regroupe ces désorientations de JDGs β_1/β_2 spécifiques (Germain et al., 2007). De tels JDGs sont favorables à l'émission de plumes, c'est-à-dire de colonies de part et d'autre du JDG. Cependant, des plumes ont également été observées pour des JDGs β/β quelconques, comme par exemple le JDG β_1/β_2 mentionné précédemment (Roy et al., 2011).

Angle de désorientation θ (°)	Axe de désorientation
10,5°	$[110]_\beta$
49,5°	$[110]_\beta$
60°	$[110]_\beta$
60°	$[111]_\beta$

Table 1-3 : Configuration cristallographique de JDG β/β nécessaire pour mettre en commun un plan dense et une direction dense, pouvant mener à la formation de plumes

D'autres auteurs affirment qu'en dehors de ces configurations, le liseré α_{GB} ne serait capable d'émettre une colonie que dans le grain β avec lequel il est en ROB. Ainsi, la Figure 1-16 montre une carte EBSD d'un alliage de titane $\alpha + \beta$ Timetal 550 (Ti–4% Al–4% Mo–2% Sn–0,5%Si) refroidi à l'air 30 s depuis le domaine β puis trempé (Lee et al., 2007). On peut y observer un liseré α_{GB} décorant un ex-JDG β_1/β_2, en ROB avec β_1. Une colonie de même orientation que le liseré α_{GB} remplit le grain β_1. Lors du refroidissement, le grain β_2 n'étant pas en ROB avec le liseré α_{GB}, aucune colonie α_{WGB} n'y a été formée, laissant la place pour la précipitation intragranulaire α_{WI} à plus basse température.

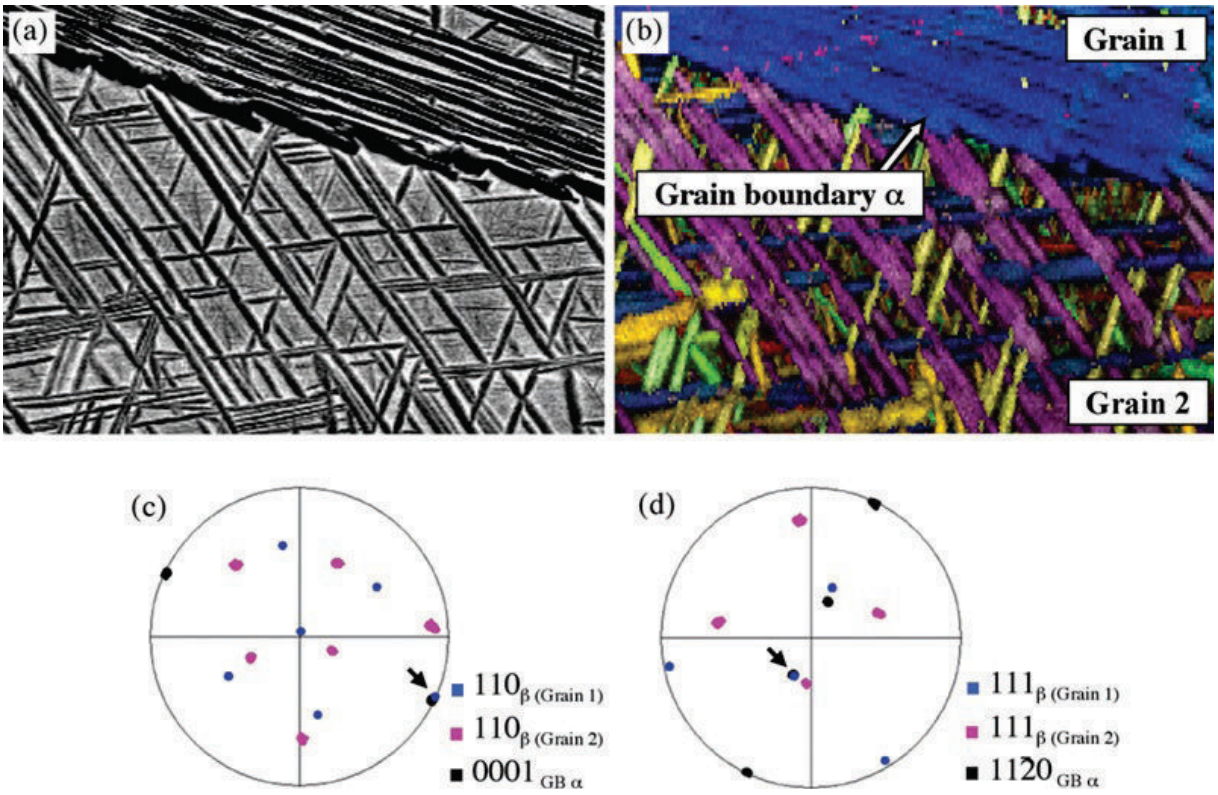

Figure 1-16 : a) Micrographie MEB/BSE montrant un liseré α_{GB} ayant crû sur un ex-JDG β/β. Dans le grain β_1 du haut se trouve une colonie α_{WGB} et dans le grain β_2 du bas se trouvent des lamelles α_{WI} ; b) carte EBSD en code de couleur IPF correspondante ; c) figure de pôles superposant les pôles des plans denses de β_1, β_2 α_{GB} ; d) figure de pôles superposant les directions denses de β_1, β_2 α_{GB} (Lee et al., 2007)

Il faut signaler que les observations étant faites en 2D, il peut arriver d'observer certaines colonies α_{WGB} dont le précurseur α_{GB} n'est pas visible ou inversement des liserés α_{GB} suivant le critère SV1 mais n'émettant pas de colonies α_{WGB}. Une étude tridimensionnelle de la microstructure et de la microtexture associée est nécessaire pour affirmer qu'une colonie α_{WGB} est toujours émise par un précurseur α_{GB}.

1.2.2.6. La sélection de variants pour une germination intra granulaire α_{WI}

La microstructure en panier tressé α_{WI} est caractérisée par des lattes indépendantes d'orientations diverses parmi les 12 possibles. Néanmoins, localement, le choix de l'orientation des lattes n'est pas aléatoire. Lee et al ont suggéré que cette sélection de variants n'est pas régie par la seule minimisation de l'énergie critique de germination des précipités, mais par le principe d'auto-accommodation, où les contraintes liées à la formation des variants α_{WI} (et donc l'énergie élastique globale) sont minimisées en adoptant des combinaisons de variants spécifiques (van Bohemen et al., 2008; Lee et al., 2007; Settefrati, 2012).

1.2.2.7. La sélection de variants due aux dislocations

Il est bien connu que les dislocations, bandes de glissement et autres défauts cristallins formés suite à des déformations sont des sites de germination préférentiels (Porter & Easterling, 1992). Furuhara et Maki ont étudié l'orientation cristallographique de précipités de phase α formés au cours du revenu après laminage à froid (Furuhara & Maki, 2001). Les précipités se sont formés préférentiellement sur les bandes de glissement. Pour chacune des bandes de glissement (Figure 1-17), le même variant α est présent. La sélection de variants est expliquée en termes d'accommodation de contraintes de transformation de phase, menant à favoriser certaines orientations (Furuhara & Maki, 2001).

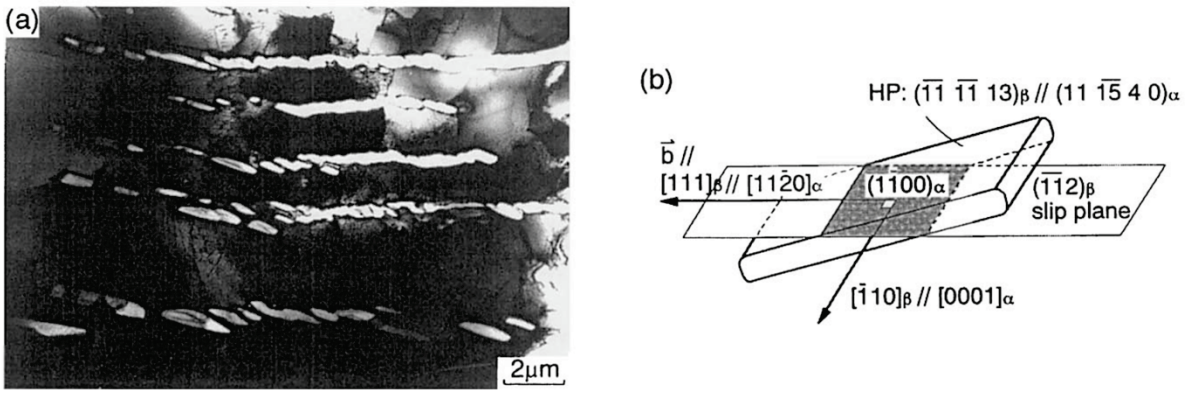

Figure 1-17 : a) Micrographie MEB montrant la formation de précipités α sur une bande de glissement formée après laminage à froid et revenu à 650°C (T_β – 100°C) pendant 45 min ; b) représentation schématique de la SV sur une bande de glissement (Furuhara & Maki, 2001)

1.2.3. Parallèle avec la sélection de variants dans les aciers

Les produits de transformation sont nombreux dans les aciers, mais certains présentent des similitudes avec les produits de transformation rencontrés dans les alliages de titane. Ainsi, il est intéressant de faire un parallèle entre les transformations de phases dans les aciers et dans les alliages de titane. Au refroidissement depuis le domaine austénitique γ (de structure CFC), domaine stable à haute température, la ferrite α (de structure CC) germe aux JDGs γ/γ. La ferrite allotriomorphe α est formée à partir des JDGs γ/γ. Elle peut ensuite donner naissance à des lamelles ou à des paquets de lamelles envahissant les grains austénitiques : Selon les conditions de transformation ces produits de transformation sont appelés ferrite de Widmanstätten ou bainite. Ces paquets de lamelles peuvent être composés de plusieurs variants différents (Gourgues et al., 2000).

La ferrite allotriomorphe α germe aux JDGs γ par un mécanisme purement diffusif et hétérogène, mécanisme comparable à la germination de la phase α_{GB} aux JDGs β/β. Plusieurs relations d'orientation lient la matrice γ aux précipités α formés. Les deux principales sont :

- la relation de Kurdjumov-Sachs (Kurdjumov & Sachs, 1930) (ROKS) :

$$\begin{array}{c} \{111\}_\gamma // \{110\}_{\alpha_b} \\ < 110 >_\gamma // < 111 >_{\alpha_b} \end{array} \quad \text{(1-6)}$$

- la relation de Nishiyama-Wassermann (RONW) (Nishiyama, 1934; Wassermann, 1933) :

$$\begin{array}{c} \{111\}_\gamma // \{110\}_{\alpha_b} \\ < 112 >_\gamma // < 110 >_{\alpha_b} \end{array} \quad \text{(1-7)}$$

Pour plus de simplicité, nous ne discuterons que de la ROKS, les deux relations d'orientation ne se distinguant que par un angle de 5,26° (Dahmen, 1982). La ROKS est analogue à la ROB, mettant en commun à la fois les plans denses et les directions denses de la matrice et du précipité. Ainsi, 48 variants α peuvent se former sur un JDG γ_1/γ_2 (24 variants pour chaque grain γ). De même que dans les alliages de titane, les variants α formés aux JDGs ne sont pas aléatoires. Furuhara (Furuhara et al., 2008) a proposé plusieurs critères de SV.
Il propose deux modes de sélection de variants déjà proposés auparavant dans la littérature (Ameyama et al., 1992), et semblables aux critères proposés pour la précipitation de α_{GB} dans les alliages de titane. Le premier est actif dans les premières étapes de la formation de α aux JDGs γ/γ, :

(1) $SV1_\alpha$: postulant qu'un variant α_b est toujours en ROKS avec un des deux grains γ adjacent, le variant le plus favorable minimisera l'écart à la ROKS avec le grain γ opposé. Critère équivalent à SV2.

(2) $SV2_\alpha$: les directions denses participant à la ROKS $[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, également direction de croissance privilégiée de lamelles α, doivent être le plus parallèles possible au plan du

JDGs γ/γ afin de favoriser la destruction de JDGs de forte énergie, tandis que des interfaces α/γ de plus faible énergie sont créées. Ce critère est équivalent à SV3.

Les paquets de lamelles de bainite peuvent présenter plusieurs orientations (Gourgues et al., 2000; Furuhara et al., 2006). Certains de ces paquets ne contiennent que deux variants très faiblement désorientés alors que d'autres en contiennent six partageant le même plan $\{111\}_\gamma$. Furuhara propose un critère de SV basé sur la minimisation de l'énergie élastique qui dépend aussi de l'accommodation plastique associée à la germination du germe α_b dans la matrice γ. Lors de la croissance des lamelles, les fortes contraintes générées par la transformation de phase doivent être accommodées ; cette accommodation peut se faire par formation de lattes auto-accommodantes et/ou par déformation élastique et/ou plastique. Il est considéré que le variant pour lequel la déformation maximale ε_{max} est quasi-parallèle à la direction de glissement préférentiel dans un des deux grains γ ou dans le plan du JDG mène à favoriser l'accommodation par glissement plastique des contraintes liées à la transformation de phase (et donc à minimiser l'énergie élastique).
Il a été observé que lorsque la SV aux JDGs γ/γ est forte, les paquets de lamelles de bainite sont plus épais. Afin de réduire l'influence de la SV, Furuhara propose de diminuer la teneur en carbone ou la température de transformation, afin d'augmenter la force motrice et de réduire les écarts d'énergie critique de germination nécessaire pour chacun des différents variants, rendant la précipitation plus homogène (Furuhara et al., 2006) (Figure 1-18).

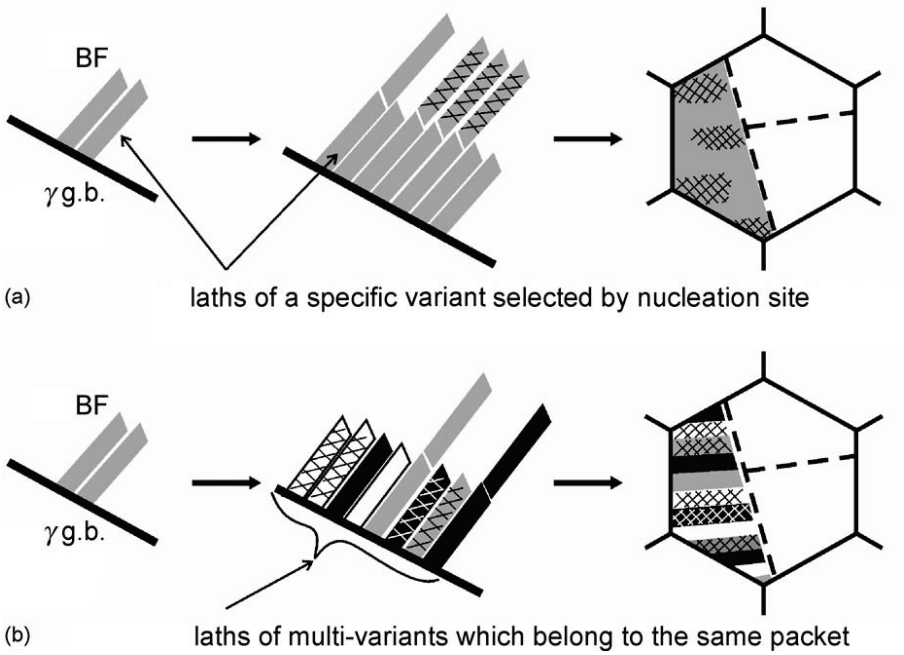

Figure 1-18 : Représentation schématique de la formation de bainite supérieure : a) pour une faible force motrice ; b) pour une forte force motrice

Une étude sur un acier inoxydable (25%$_{mass.}$ Cr et 6%$_{mass.}$ Ni) a été réalisée par Ameyama (Ameyama et al., 1992). L'ajout de Cr et Ni permet de stabiliser la phase α à haute

température (1300°C) et de précipiter de la phase γ à 1100°C par germination hétérogène aux JDGs α/α. Des lamelles de Widmanstätten de phase γ sont formées au sein des grains α (Figure 1-19a). Une trempe rapide au cours de la transformation permet de figer la microstructure. La micrographie MET présentée Figure 1-19b indique que les lamelles ne sont pas toujours connectées au liseré, laissant subsister le doute sur le fait qu'une lamelle est forcément émise par un liseré précurseur.

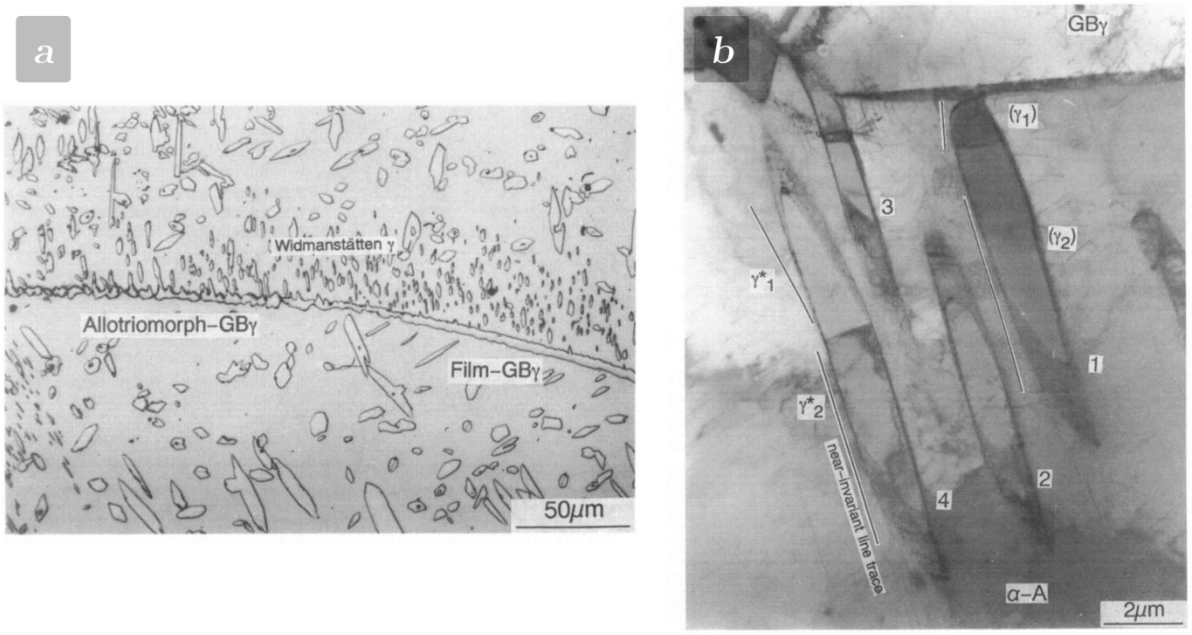

Figure 1-19 : a) Micrographie optique révélant la morphologie de γ formée aux JDGs α/α d'un acier inoxydable composé de liserés et de lamelles de Widmanstätten ; b) Micrographie MET montrant (1) que les lamelles ne sont pas toujours reliées aux liserés, (2) la présence de sous JDGs γ/γ au sein de chaque lamelle

Ils montrent encore une fois que ces précipités γ ont tendance à minimiser l'angle de déviation à la ROKS soit la RONW avec les deux grains α. Ces résultats sont comparables à ceux observés dans les alliages de titane. De plus, la ligne invariante, direction de croissance des lamelles γ et proche de la direction dense commune participant à la relation d'orientation, doit faire un angle maximal avec le plan du JDG (Figure 1-19b).

Par ailleurs, Ameyama a détecté la présence de sous JDGs faiblement désorientés au sein des lamelles ou à la frontière liseré/lamelle, le conduisant à proposer que la formation des lamelles a lieu par germination sympathique, plutôt que par déstabilisation du front de croissance du liseré au JDGs.

1.3. Influence de la déformation dans le domaine β sur les microstructures et les microtextures

Les traitements thermomécaniques (forgeage, laminage) dans le domaine β et/ou $\alpha + \beta$ constituent des étapes incontournables des cycles thermomécaniques industriels. Des études antérieures ont montré qu'une déformation plastique préalable dans le domaine β modifie à la fois les cinétiques de transformation de phase et les morphologies des phases α formées à partir des JDGs β/β au cours du refroidissement (Laude, 1997; Chaussy, 1996; Chaze & Montheillet, 1994).

Nous introduisons dans cette partie les différents mécanismes de déformation et d'adoucissement rencontrés lors de déformations plastiques dans le domaine β. La microstructure β de déformation est ensuite décrite, permettant de comprendre les différences de cinétiques et de morphologies α liées à la précipitation aux JDGs β/β entre états déformés et non déformés.

1.3.1. Les mécanismes de déformation

De nombreux mécanismes peuvent être responsables d'une déformation plastique des métaux : création de dislocations (Ashby, 1970), mouvement et annihilation de dislocations (Gourdet & Montheillet, 2002), maclage (Sun et al., 2013), bandes de glissement (Furuhara et al., 1996) ou même des transformations de phases. A l'échelle d'un grain, l'écoulement plastique résulte du mouvement collectif de dislocations contenues dans des plans de glissement cristallographiques favorablement activés par la déformation (Schmid & Boas, 1935). Cet écoulement plastique conduit à l'allongement des grains dans la direction de la sollicitation, et à une échelle plus macroscopique à la déformation plastique du matériau.

Les dislocations générées en continu par la déformation se réarrangent, menant à la formation d'une microstructure de déformation (cellules de déformation, formation de sous-grains…). Ces mécanismes sont fonction à la fois de la mobilité et de la densité des dislocations et dépendent :

- De la température de déformation $T_{déf}$, le mouvement des dislocations étant thermiquement activé

- Du taux de déformation ε et de la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$, jouant directement sur la densité de dislocations

- De l'énergie de faute d'empilement du matériau considéré, c'est-à-dire l'énergie associée à l'introduction de défauts dans la séquence d'empilement de structure ordonnée (Doherty et al., 1997; Rollett et al., 2004). Cette énergie de faute d'empilement est élevée dans la phase β du titane, les dislocations y sont très mobiles (Gourdet & Montheillet, 2003)

A faible taux de déformation ($\varepsilon < 1$), le mécanisme principal de réarrangement des dislocations pendant la déformation est appelé Restauration Dynamique (RD). Il regroupe les processus suivants dans lesquels les dislocations interagissent entre elles ou avec les défauts préexistants :

- Les dislocations de signes opposées se rencontrent et s'annihilent (phénomènes d'adoucissements)

- Les JDGs se comportent comme des puits à dislocations, les dislocations s'y accumulent, accroissent localement la désorientation du JDG et modifient leur forme rectiligne vers une forme en dents de scie (Gourdet & Montheillet, 2003)
- D'autres dislocations s'organisent pour former de nouvelles parois de faible désorientation ($\theta < 15°$), encore appelées sous-JDGs. Une microstructure de déformation est ainsi créée (Chaussy, 1996).

La Figure 1-20 montre une représentation schématique de la RD (Fan et al., 2013). Les grains β initialement équiaxes (Figure 1-20a) s'allongent dans la direction de sollicitation (Figure 1-20b). Les dislocations introduites progressivement par écrouissage déforment les JDGs initiaux d'une part (Figure 1-20b) et se regroupent d'autre part (Figure 1-20c) pour finalement former de nouveaux sous-JDGs et sous grains (Figure 1-20d).

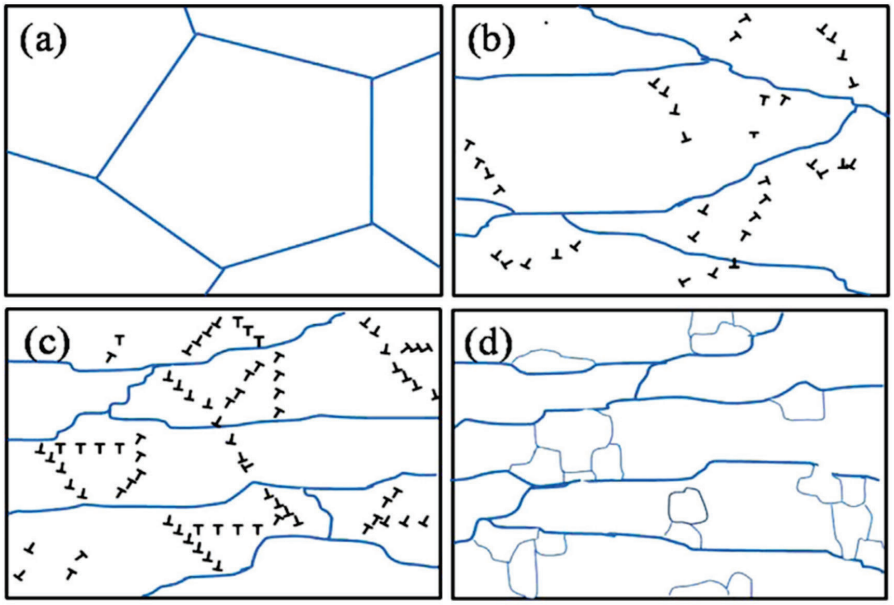

Figure 1-20 : Représentation schématique de la restauration dynamique (Fan et al., 2013). Sous l'effet de la déformation, les grains initialement équiaxes (a) s'allongent dans la direction de la déformation. Des dislocations sont formées par écrouissage (b). Ces dislocations se réarrangent à proximité des JDGs initiaux (c), formant de nouveaux sous JDGs (d)

A déformation élevée ($\varepsilon > 1$), la formation de nouvelles dislocations prédomine sur les phénomènes d'adoucissement et mène à une densité de dislocations élevée. Les mécanismes de recristallisation dynamique géométrique (RDG) et de recristallisation dynamique continue (RDC) sont ainsi activés :

- La RDG (Figure 1-21) : les grains β initiaux s'allongent jusqu'à atteindre la taille critique des sous-grains formés lors de la RD. La distance entre JDGs opposés d'un grain initial devient assez faible pour leur permettre de se rejoindre et de se connecter par pincement, fragmentant ainsi les grains initiaux en nouveaux grains de taille équivalente à celle des sous-grains (Pallot, 2012; Rollett et al., 2004)

- La RDC (Figure 1-22) : de nombreuses dislocations s'accumulent dans les sous-JDGs formés lors de la RD, augmentent leur désorientation et les transforment progressivement en joints de grains. Une nouvelle microstructure dite recristallisée est ainsi formée, composée de grains équiaxes de taille inférieure à celle des grains initiaux (Sakai et al., 2014).

Les mécanismes de RDG et RDC agissent simultanément, dépendant de la taille de grains de la microstructure initiale ainsi que la capacité des dislocations et des JDGs à se mouvoir (Montheillet, 2009).

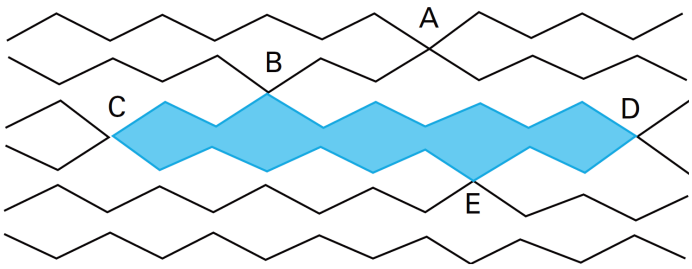

Figure 1-21 : Schéma de la recristallisation dynamique géométrique (Montheillet, 2009)

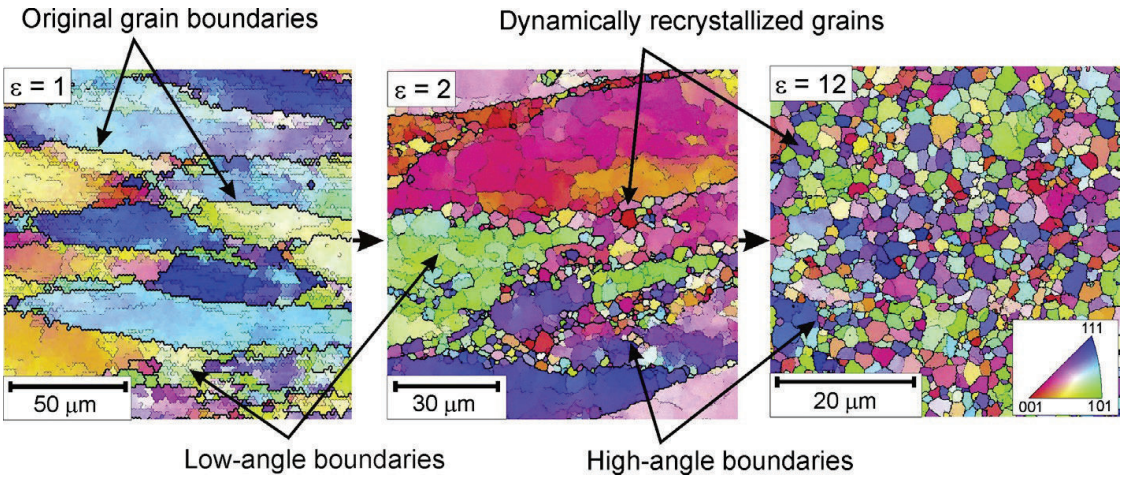

Figure 1-22 : Développement d'une microstructure recristallisée par mécanisme de recristallisation dynamique continue dans un alliage d'aluminium AA1421 pour $\varepsilon = 1$, $\varepsilon = 2$ et $\varepsilon = 12$ (Sakai et al., 2014)

1.3.2. Formation de la microstructure de déformation β

A haute température sous sollicitation mécanique, la phase β du titane subit successivement les mécanismes de RD puis de RDG et RDC, menant à la formation d'une sous-structure de déformation. Plusieurs auteurs ont travaillé sur la formation de cette microstructure de déformation et sur son évolution en fonction de la température de déformation ($T_{déf}$), du taux (ε) et de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$). Leurs travaux ont porté sur des alliages de titane β-métastable afin de pouvoir étudier la phase β haute température suite à une trempe sans être limité par la formation de phase α au refroidissement (Balasubrahmanyam & Prasad, 2002; Chaussy & Driver, 1996; Dikovits et al., 2014; Laude et al., 1996; Montheillet et al., 1993; Pallot, 2012; Warchomicka et al., 2011; Chaze & Montheillet, 1994).

1.3.2.1. Influence du taux de déformation

Le développement de la sous-structure de déformation avec le taux de déformation est illustré avec les travaux de Montheillet pour un alliage β-Cez (Montheillet et al., 1993). La Figure 1-23 montre ainsi des micrographies optiques d'états déformés dans le domaine β à ε = 0,1 ; 0,26 et 1,2 avant d'être trempés à l'eau. La RD est activée dès les plus faibles déformations (Figures 1-23a et 1-23b), les grains β initialement équiaxes s'allongent dans la direction de la sollicitation. Les JDGs perdent leur forme rectiligne et présentent des serrations. Cette évolution des JDGs vers une forme en dents de scie révèle le début de la formation d'une sous-structure de déformation à leur voisinage. Pour une déformation plus élevée, ε = 1,2 (Figure 1-23c), de nouveaux grains β équiaxes de faible taille se sont formés à partir des grains β initiaux, indiquant que RDG et RDC ont été activées.

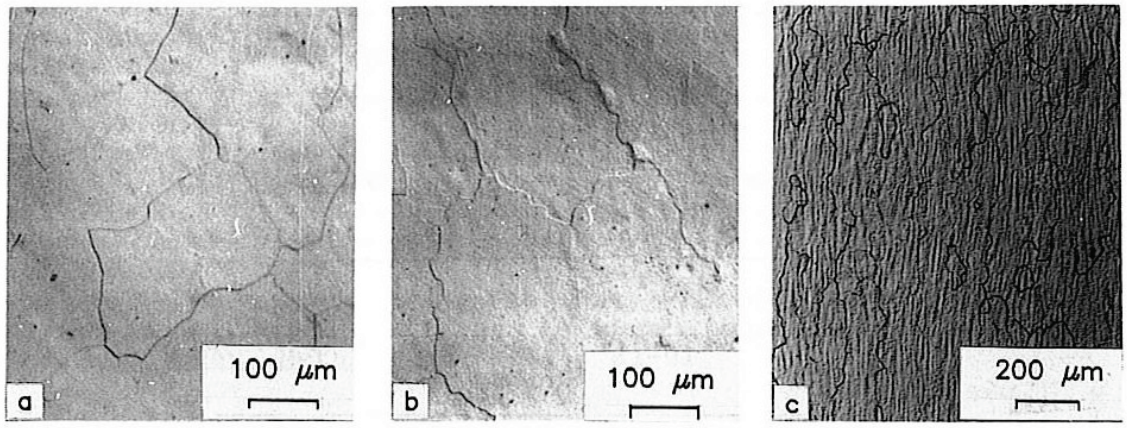

Figure 1-23 : Microstructure d'un alliage de titane β-Cez trempé suite à une déformation dans le domaine β. a), b) traction selon l'axe vertical de ε =0,1 et ε = 0,26 respectivement, $\dot{\varepsilon}$ = 10^{-2} s^{-1}, T = 920°C, c) compression selon l'axe horizontal, ε =1,2, $\dot{\varepsilon}$ = 10^{-3} s^{-1}, T = 905°C (Montheillet et al., 1993)

1.3.2.2. Influence de la vitesse de déformation

Chaussy (Chaussy & Driver, 1996) a montré l'effet de la vitesse de déformation sur la structure de déformation. En augmentant la vitesse de déformation, la densité de dislocations augmente,

la réorganisation des dislocations se fait à une échelle spatiale plus faible, conduisant à une taille de sous-grain plus petite (Figure 1-24). Autrement dit, le développement de la sous-structure est fonction de l'efficacité de la RD. Une étude plus récente a permis d'illustrer cette influence de $\dot{\varepsilon}$ à partir d'un alliage Ti55531 (Dikovits et al., 2014). Dikovits compare en Figure 1-25 deux cartes d'orientation KAM (symbolisant les hétérogénéité de déformation) d'états déformés en β à $\varepsilon = 0{,}7$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\ s^{-1}$ ou $10\ s^{-1}$. La sous-structure se forme dans un premier temps proche des JDGs initiaux (Figure 1-25a) avant de les envahir progressivement (Figure 1-25b) (Balasubrahmanyam & Prasad, 2002; Fan et al., 2013).
Cependant, les études de Chaussy sur β-Cez (Figure 1-24) montrent qu'une augmentation de la densité de JDGs n'est observée qu'à partir d'un taux de déformation $\varepsilon > 1$, montrant que la recristallisation nécessite une déformation ε minimale pour être activée, quelle que soit $\dot{\varepsilon}$.

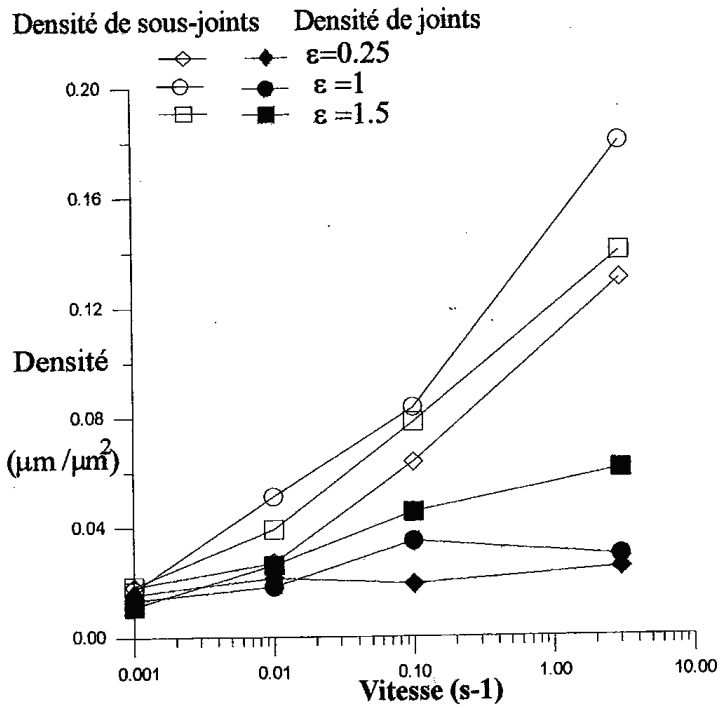

Figure 1-24 : Densité de joints et de sous joints en fonction de la vitesse de déformation et pour trois taux de déformation (Chaussy & Driver, 1996)

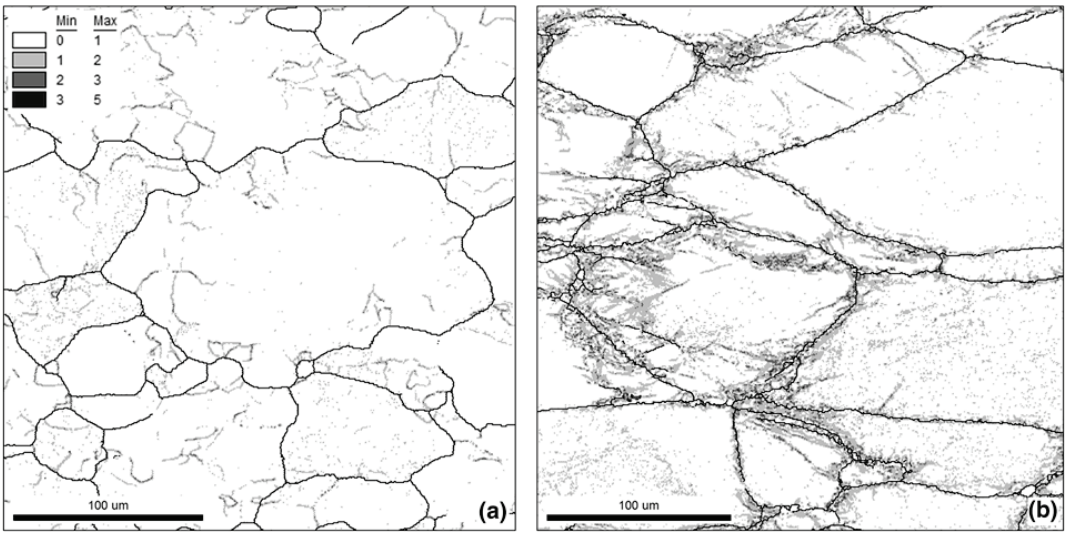

Figure 1-25 : Cartographie EBSD des Kernel average misorientation de Ti55531 déformé à 843°C et ε = 0,7 : a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\ s^{-1}$; b) 10 s^{-1}. Ces cartes symbolisent la désorientation entre deux pixels par une ligne en niveau de gris : plus la ligne est foncée et plus la désorientation est élevée. La direction de compression est verticale (Dikovits et al., 2014)

1.3.2.3. Taille de grains et de sous grains

La Figure 1-26 montre, pour l'alliage β-Cez, l'influence de ε et $\dot{\varepsilon}$ sur la taille des grains et sous-grains formés (Chaussy, 1996). La taille des grains recristallisés diminue lorsque ε et $\dot{\varepsilon}$ augmentent. Par exemple, pour un taux de déformation ε = 0,25, la taille moyenne des sous-grains est de 40 µm pour $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\ s^{-1}$ et de 10 µm pour $\dot{\varepsilon} = 3\ s^{-1}$. Mais quelles que soient les conditions de déformation, la déformation dans le domaine β conduit à un affinement de la microstructure (Balasubrahmanyam & Prasad, 2002).

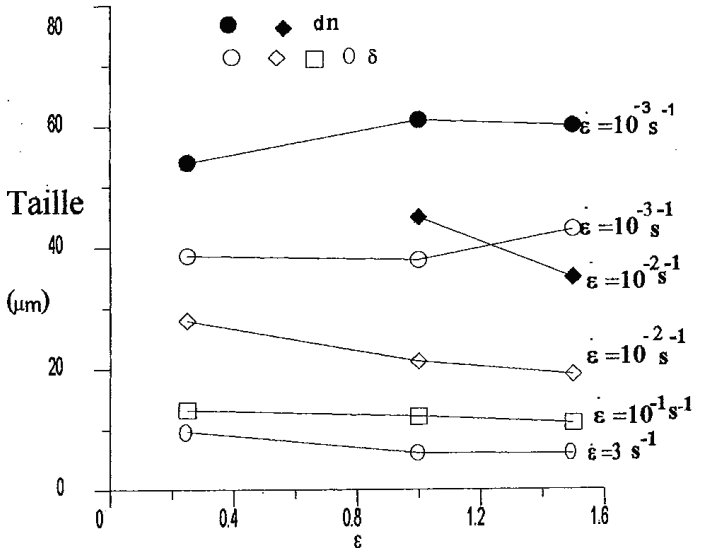

Figure 1-26 : Taille des grains recristallisés (dn) et sous-grains (δ) en fonction du taux et de la vitesse de déformation pour un alliage β-Cez déformé à 920°C (Chaussy, 1996)

1.3.3. Influence de la déformation dans le domaine β sur la précipitation de la phase α

La déformation plastique dans le domaine β implique la formation d'une microstructure de déformation :

- En créant une nouvelle sous-structure composée de nouveaux sous grains et grains recristallisés

- En changeant la forme rectiligne des JDGs initiaux en forme en dents de scie

Des études approfondies du rôle de la déformation plastique sur la formation de la phase α au refroidissement depuis le domaine β ont été menées par Laude (Laude, 1997) et Chaussy (Chaussy & Driver, 1996) sur l'alliage β-Cez. Elles ont ainsi étudié l'influence des paramètres de déformation (ε, $\dot{\varepsilon}$ et $T_{déf}$) sur les cinétiques, microstructures et morphologies de phase α formées au refroidissement. Ces travaux ont montré que la cinétique de transformation est fortement modifiée par une déformation dans le domaine β.

1.3.3.1. Les cinétiques globales de transformation

Les cinétiques de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ ont été suivies in situ par résistivité électrique (Gautier et al., 1981). Les températures de transformation sont choisies afin de ne former que les morphologies α_{GB} et α_{WGB}.

Influence du taux de déformation :

Une pré-déformation dans le domaine β ($\varepsilon = 0{,}10$ ou 0,25, $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s^{-1}, $T_{déf} = 920°C$) induit une accélération de la cinétique de début de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ de l'ordre de 160% à 790°C (Figure 1-27). La RD est déjà très active à $\varepsilon = 0{,}10$, menant à la formation de sous-JDGs. La présence de cette sous structure accélère la cinétique de formation de la morphologie α_{GB}. Néanmoins, la vitesse de croissance de la phase α_{WGB} demeure constante (Laude 1997).
Il est à noter qu'une augmentation du taux de déformation (ε = 0,10 et 0,25) n'influence pas le temps de début de transformation mais accélère légèrement la cinétique (sous structure plus développée).

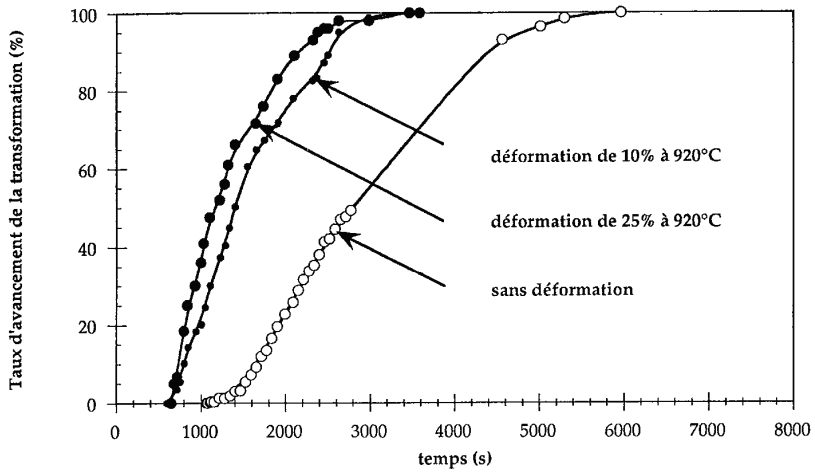

Figure 1-27 : Influence du taux de déformation sur la cinétique de transformation isotherme à 790°C (Laude, 1997)

Influence de la vitesse de déformation :

L'influence de $\dot{\varepsilon}$ ($\varepsilon = 0{,}25$; $T_{déf} = 920°C$; $T_{transfo} = 800°C$) sur la cinétique de formation de la phase α a été examinée post mortem par DRX à partir d'échantillons trempés à la durée de transformation souhaitée (Figure 1-28). Plus $\dot{\varepsilon}$ augmente et plus la cinétique de formation de la phase α est accélérée. En effet, une augmentation de $\dot{\varepsilon}$ accroit la densité de dislocations et donc conduit à une sous-structure plus marquée, diminuant le temps de début de transformation et accélérant la cinétique globale. Le taux de déformation demeure inférieur à 1, les mécanismes de RDG et RDC ne sont pas activés.

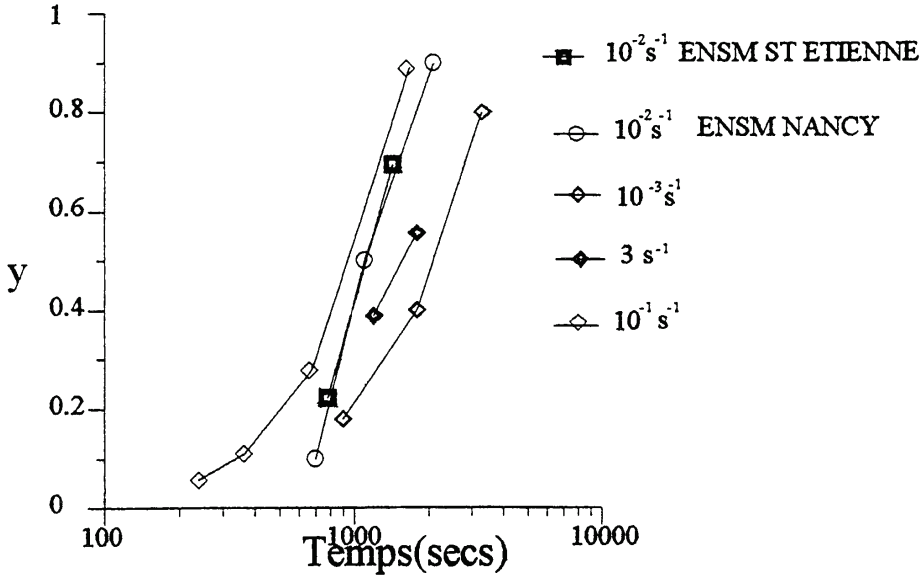

Figure 1-28 : Influence de la vitesse de déformation sur la fraction de phase α ($T_{déf}$ = 920°C, ε = 0,25, $T_{transfo}$ = 800°C) (Chaussy, 1996)

Influence de la température de déformation :

La Figure 1-29 montre l'influence de la température de déformation sur les cinétiques de transformation (ε = 0,25, $\dot{\varepsilon}$ = 10^{-2} s^{-1}, $T_{transfo}$ = 790°C). La déformation à 790°C a été effectuée sur un état 100% β, trempé depuis le domaine β jusqu'à 790°C et directement déformé. Les mécanismes d'adoucissement étant thermiquement activés, la microstructure de déformation est restaurée plus rapidement à 920°C. La sous-structure est par conséquent moins marquée, menant à une cinétique de début de transformation retardée par rapport à celle de l'état déformé à 790°C.

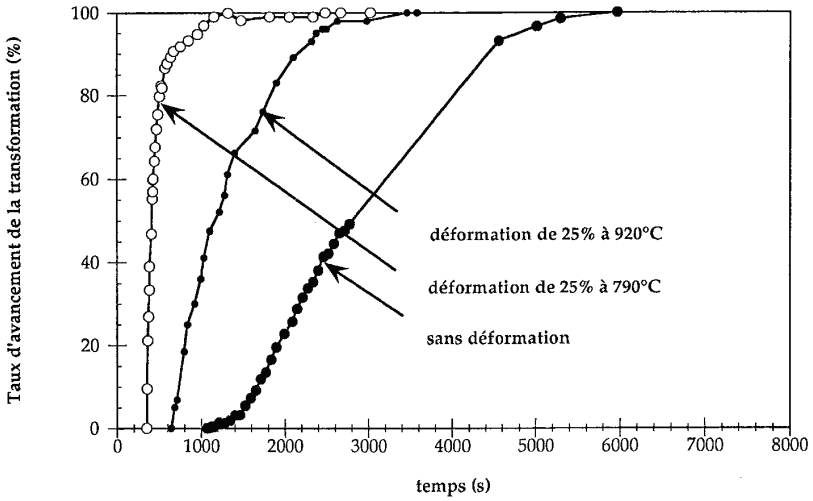

Figure 1-29 : Influence de la température de déformation sur la cinétique de transformation isotherme (ε = 0,25, $\dot{\varepsilon}$ = 10^{-2} s^{-1}, $T_{transfo}$ = 800°C) (Laude, 1997)

Influence de la température de transformation :

La Figure 1-30 illustre l'influence de la température de transformation sur les cinétiques de transformation (ε = 0,25, $\dot{\varepsilon}$ = 10^{-2} s^{-1}, $T_{déf}$ = 920°C). De manière générale, quelle que soit la température de transformation, la déformation accélère grandement les cinétiques globales. La déformation réduit grandement le temps de début de transformation à 830°C. Cet effet devient négligeable à 750°C.

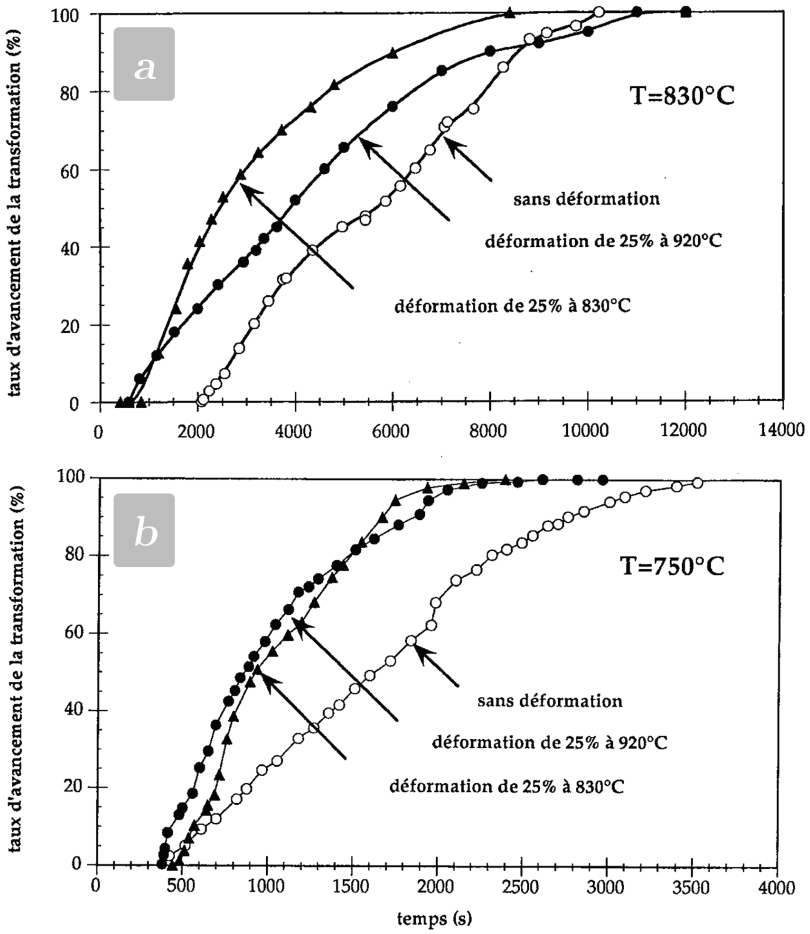

Figure 1-30 : Influence d'une déformation plastique ε = 25% à T = 920°C sur la cinétique de transformation isotherme à a) 830°C ; b) 750°C (Laude, 1997)

1.3.3.2. Les microstructures issues de la déformation

Observations qualitatives :

Une déformation plastique préalable ($\varepsilon < 0{,}25$; $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s^{-1}) ne modifie pas les mécanismes de formation de la phase α au refroidissement (Figure 1-31). Ainsi, dans la gamme de température 830°C – 750°C, la phase α précipite uniquement à partir des JDGs β/β initiaux. Aucune phase α intragranulaire n'est observée.

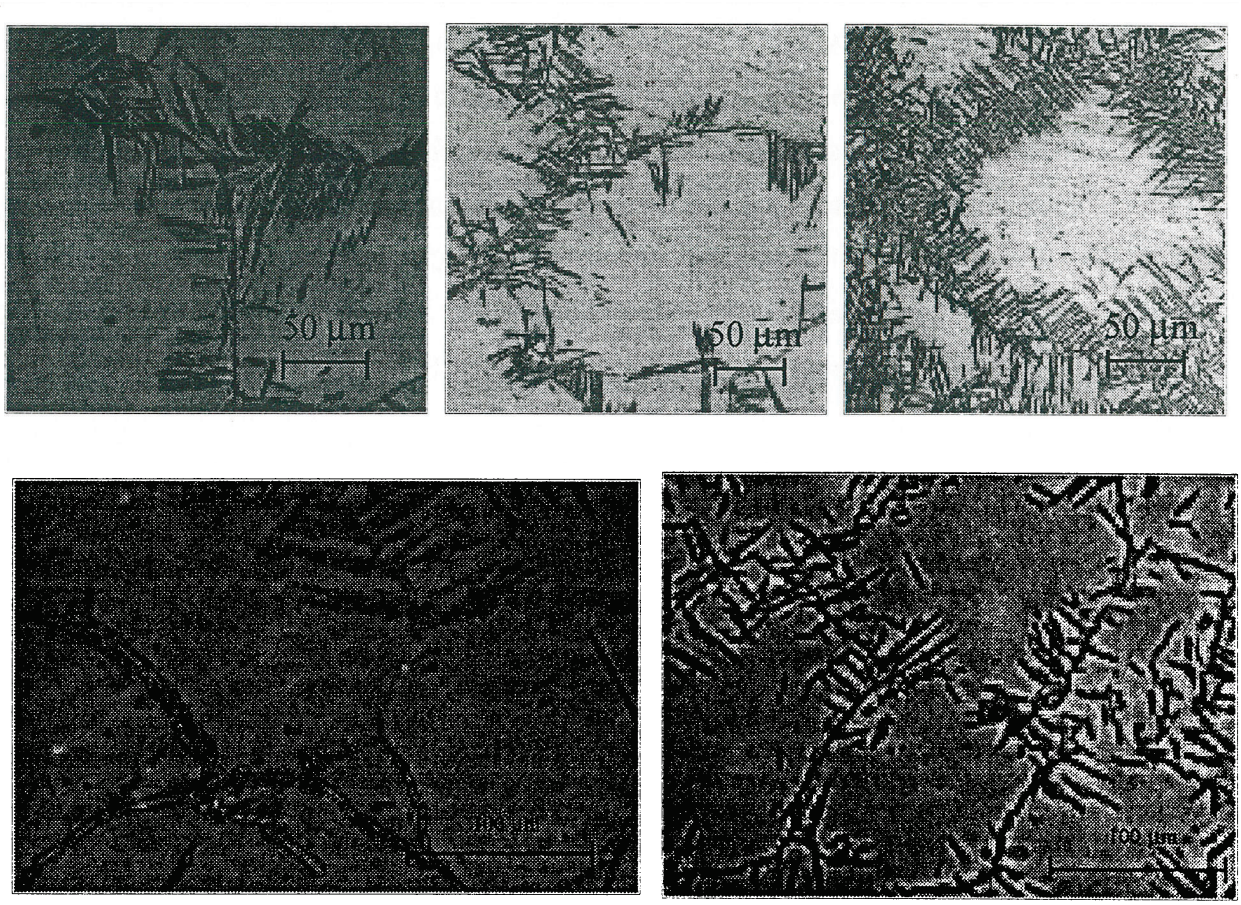

Figure 1-31 : Microstructures d'échantillon de Ti17 obtenu à : (Laude, 1997)

a) $T_{transfo}$ *= 790°C,* $t_{transfo}$ *= 36 min,* $\varepsilon = 0$ *;*
b) $T_{transfo}$ *= 790°C,* $t_{transfo}$ *= 30 min,* $\varepsilon = 0{,}25$*,* $T_{déf}$ *= 920°C,* $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$*;*
c) $T_{transfo}$ *= 790°C,* $t_{transfo}$ *= 30 min,* $\varepsilon = 0{,}25$*,* $T_{déf}$ *= 790°C,* $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$*;*
d) $T_{transfo}$ *= 830°C,* $t_{transfo}$ *= 170 min,* $\varepsilon = 0$ *;*
e) $T_{transfo}$ *= 830°C,* $t_{transfo}$ *= 200 s,* $\varepsilon = 0{,}25$*,* $T_{déf}$ *= 920°C,* $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$*;*

Les JDGs β/β sont rapidement décorés par des précipités de phase α, indiquant que la déformation plastique accélère la formation des liserés α_{GB}. Les colonies α_{WGB} sont donc émises également plus tôt et remplissent les grains β dans un temps réduit.
Les grains α_{GB} ne sont plus rectilignes, ils suivent la forme en dents de scie des JDGs β/β déformés, constituant des liserés de phase α discontinus. Pour ces faibles taux de déformation, la croissance des colonies α_{WGB} n'est pas perturbée par la sous-structure, ce qui est certainement dû à la faible désorientation des sous JDGs β/β. Néanmoins, les colonies α_{WGB} sont plus entremêlées lorsque le matériau est déformé. La longueur des lamelles est sensiblement identique dans un matériau non déformé et déformé, quelles que soient les conditions de déformation.

Observations quantitatives :

Afin de caractériser plus finement les microstructures issues d'une déformation préalable, Laude a mesuré des épaisseurs moyennes de liserés α_{GB} et de lamelles α_{WGB} ainsi que le nombre de colonies morphologiques (par paquet de lamelles parallèles) pour des états non déformés et déformés (Table 1-4). Toutes ces mesures sont effectuées par le biais de micrographies MEB.

- L'épaisseur des liserés α_{GB} n'est influencée par la déformation qu'à faible température de refroidissement (830°C). A cette température, les liserés α_{GB} sont 20% plus fins après déformation.
- Les lamelles α_{WGB} sont plus épaisses de 20% suite à une déformation.
- Le nombre de colonies α_{WGB} augmente drastiquement suite à une déformation. En effet, le nombre de sites de germination actifs étant accru, cela accélère la formation des liserés α_{GB}, leur permettant de faire croitre plus de colonies α_{GWB}.

	Taux de déformation	Epaisseur α_{GB} (µm)	Epaisseur α_{WGB} (µm)	Nombre de colonies α_{WGB}
830°C	$\varepsilon = 0$	5 ± 1	/	/
	$\varepsilon = 0{,}25$	4 ± 1	/	/
790°C	$\varepsilon = 0$	2,6 ± 0,2	0,9 ± 0,1	7
	$\varepsilon = 0{,}25$	2,6 ± 0,2	1,1 ± 0,1	23
750°C	$\varepsilon = 0$	2,3 ± 0,2	0,55 ± 0,05	12
	$\varepsilon = 0{,}25$	2,3 ± 0,2	0,7 ± 0,05	/

Table 1-4 : Epaisseur des grains α_{GB}, nombre et épaisseur des colonies α_{WGB} en fonction de la température de transformation et du taux de déformation ($T_{déf}$ = 920°C ; $\dot{\varepsilon}$ = 10^{-2} s^{-1}) (Laude, 1997)

En conclusion, une déformation plastique dans le domaine β réduit le temps de début de transformation et accélère les cinétiques de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ à partir des JDGs β/β. Cette accélération est associée à l'introduction de la microstructure β de déformation. La RD entraîne la formation de sous JDGs β/β et induit des serrations dans les JDGs β/β initiaux, améliorant leur capacité à former des liserés α_{GB}. Les liserés α_{GB} suivent la forme dentelée des JDGs β/β. Les colonies α_{WGB} sont quant à elles beaucoup plus enchevêtrées. Néanmoins, les épaisseurs des morphologies α_{GB} et α_{WGB} ne sont pas fortement modifiées suite à la déformation.

Il est important de rappeler que la température de transformation joue un rôle sur les cinétiques de transformation. En effet, une augmentation de la force motrice de germination (un écart au transus β plus important) conduit à une vitesse de germination plus élevée et à des JDGs β/β plus rapidement saturés à plus fort sous refroidissement. Le nombre de colonies α_{WGB} émises semble directement être corrélé à la cinétique de saturation des JDGs β/β par les liserés α_{GB}.

1.3.4. Relation microstructure/propriétés mécaniques

Il est bien établi que les propriétés mécaniques des alliages de titane sont fortement dépendantes de la microstructure comme pour l'ensemble des alliages métalliques. Les microstructures d'usage de ces alliages sont souvent complexes avec des distributions bimodales de taille de grains α, voire différentes morphologies. De plus, il est bien établi que la phase α du titane présente un comportement anisotrope. Une anisotropie du comportement de la phase β a également été mise en évidence.

L'analyse du comportement mécanique est donc complexe et demande de tenir compte des divers facteurs. Nous mettons ici en exergue quelques propriétés pour montrer le rôle de la microstructure comme celui de la texture ou de la microtexture.

1.3.4.1. Influence de la microstructure

Les relations microstructures-propriétés sont abordées dans de nombreux travaux (Aeby-Gautier et al., 2011; Duval, 2013; Escalé, 2012; Ivasishin et al., 2008; Lütjering, 1998; Peters & Lutjering, 1998).
Pour illustrer l'influence de la microstructure, nous allons nous appuyer sur les travaux réalisés dans le cadre du projet PROMITI pour lequel des microstructures modèles ont été réalisées pour l'alliage Ti17 (Aeby-Gautier et al., 2011) ou l'alliage Ti 5553 (Settefrati, 2012). Des microstructures de taille variable présentant une distribution de taille monomodale ou bimodale ont été réalisées en considérant divers chemins thermiques de transformation.

Les résultats présentés Figure 1-32 montrent les évolutions de limite d'élasticité à 0,2% (R_e), de charge à rupture (R_m) comme d'allongement à rupture (A%) en fonction de la température à laquelle a été formée l'ossature de la microstructure. Un traitement additionnel a suivi cette première étape afin de comparer des microstructures à taux de phase identique. Plus la température de formation de l'ossature est élevée, plus les lamelles α sont épaisses et la morphologie est de type α_{WGB}. Les résultats montrent que R_e et R_m augmentent d'un facteur 1,4 entre une microstructure formée de lamelles α_{WGB} épaisses et celle composée de lamelles α_{WI} bien plus fines formées à plus basse température. La diminution de la taille des lamelles α ainsi que celle de la taille des zones β inter-lamellaires conduit à une diminution de l'allongement à rupture très importante (A% = 20% à quelques % au minimum).

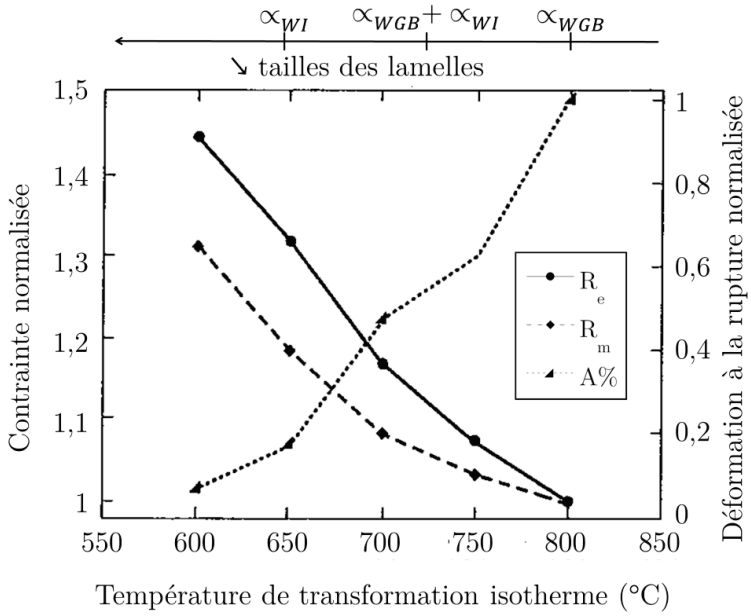

Figure 1-32 : Limite d'élasticité R_e, contrainte maximale avant rupture R_m et allongement A% obtenus à partir de tests de traction à température ambiante d'échantillon Ti17 transformés à température isotherme puis trempés jusque l'ambiante. Les valeurs sont normalisées par rapport à celles obtenues à 800°C (Aeby-Gautier et al., 2011)

Dans le cas de microstructures duplex ou bimodales le comportement est dépendant de la fraction de chaque population de taille. Une augmentation de la fraction de précipités de faible taille conduit à une augmentation de R_e et R_m et une diminution de A%.
Les travaux de Duval (Duval, 2013) et Escalé (Escalé, 2012) ont montré que la déformation plastique se produit par mouvements des dislocations. Elle est initiée dans les grains α plus grossiers (primaires). Des bandes de glissement arrêtées ou non à l'interface α/β y sont observées. Lorsque la contrainte augmente, la déformation est transmise aux microstructures plus fines $\alpha + \beta$ (secondaire), se propageant sur l'ensemble de la microstructure.

Des essais réalisés dans d'autres études (Lütjering, 1998) relatent une tendance similaire quant à la résistance à la formation et à la propagation des fissures. Des grains β constitués de plusieurs colonies α_{WGB} de petite taille entraînent également un ralentissement de la vitesse de propagation des fissures.

La présence de lamelles α secondaires, formées par la suite à partir de phase α primaire lors de maintien isotherme ou suite à un revenu, augmente R_e et R_m. L'amplitude de cette augmentation dépend de la fraction de phase α primaire et de la taille de lamelles α secondaire. Néanmoins, une forte augmentation de R_e et R_m s'accompagne d'une chute drastique de A%, certainement à cause de l'incompatibilité de déformation entre les lamelles α primaire et le mélange matrice β/lamelles α secondaire.

1.3.4.2. Influence de la texture : anisotropie élastique de la phase α et de la phase β

La phase α et la phase β possèdent des caractéristiques élastiques très anisotropes. La capacité d'un grain à se déformer va donc dépendre de son orientation. Cette anisotropie est illustrée Figure 1-33 où sont représentées des figures de pôles contenant des lignes d'isovaleurs de module d'Young (E) en fonction de l'orientation cristallographique, pour la phase β et pour la phase α (Duval, 2013).

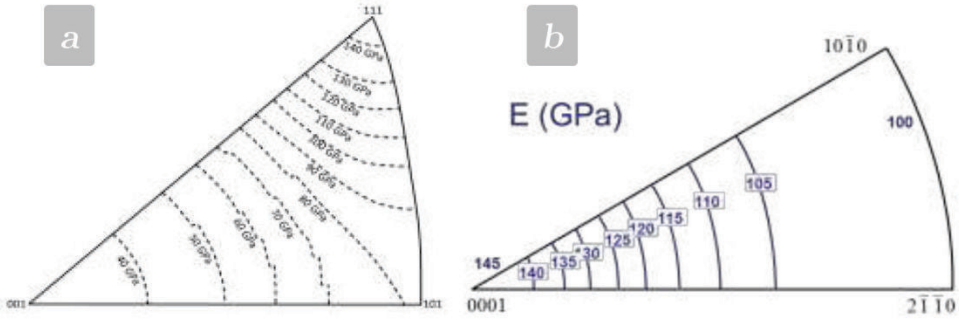

Figure 1-33 : Figures de pôles inverses indiquant les variations du module d'Young E en fonction de l'orientation du grain considéré pour : a) la phase β (les données sont calculées à partir des constantes élastique de la phase β (Ledbetter et al., 2004)) b) la phase α (données obtenues expérimentalement) . Les orientations cristallographiques correspondent à la direction de sollicitation macroscopique

Les isovaleurs théoriques obtenues pour la phase β (Figure 1-33a) ne sont valables que pour une microstructure 100% β. On distingue ainsi des directions « dures » du type $<111>_\beta$ (E = 140 GPa) et des directions molles du type $<100>_\beta$ (E = 40 GPa). De manière analogue, la phase α présente des directions dures du type $<0001>_\alpha$ (E = 145 GPa) et des directions molles du type $<10\bar{1}0>_\alpha$ et $<2\bar{1}\bar{1}0>_\alpha$ (E = 100 GPa) (Figure 1-33b).
Des calculs effectués dans le cadre de la thèse de Duval ont montré l'influence de la présence de phase α sur le module de Young d'un grain β. Ainsi, une distribution aléatoire de variants α à hauteur de $50\%_{\text{vol.}}$ induit une augmentation du module pour les directions de la famille $<101>_\beta$. Néanmoins, les grains du type $<100>_\beta$ possèdent toujours des caractéristiques élastiques faibles, menant à une déformation plus précoce.
Ces facteurs d'anisotropie (3,5 pour la phase β pure et 1,45 pour la phase α) expliquent en partie les hétérogénéités de déformation rencontrées dans un mélange biphasé $\alpha+\beta$. Une texture marquée peut ainsi aboutir à des chutes de propriétés importantes, voire des incompatibilités de déformation locales menant à de l'endommagement comme nous l'illustrons dans le paragraphe suivant.

1.3.4.3. Les microstructures types plumes

De par leur forte anisotropie élastique, les précipités de phase α primaire, larges et d'orientation unique, constituent les sources principales d'endommagement par fissuration dans les alliages de titane. Les microstructures types « plumes » sont des précipités α_{GB} formés aux JDGs β/β qui

émettent des colonies α_{WGB} dans les deux grains β adjacents (voir section 1.2.2.5.3). Ces microstructures spéciales sont néfastes pour les propriétés mécaniques, elles peuvent atteindre l'ordre du millimètre et possèdent une orientation propre (Figure 1-34).

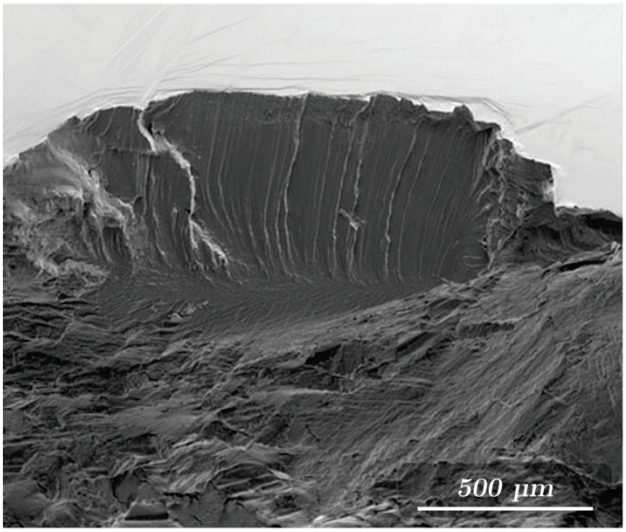

Figure 1-34 : Faciès de rupture d'un alliage TA6V. La zone d'initiation de la fissuration est une colonie α_{WGB} type plume

Des études sur des alliages $\alpha + \beta$ (TA6V, IMI834) ont montré au travers de séries de tests de fatigue des faciès de rupture dont les zones d'amorçages semblent être des plumes (Bache et al., 1997; Pilchak & Williams, 2011). Le faciès de rupture en Figure 1-34 présente une facette de l'ordre du millimètre, trace d'une colonie α_{WGB} type plume. Bache explique que ces facettes souvent du type $< 0001 >_\alpha$ font que les grains sont plus difficilement déformables et sont plus favorables à l'amorçage de fissures. Duval explique au travers de la théorie du processus de fissuration pour la classe d'alliages de titane $\beta -$ métastable que la phase d'amorçage représente entre 75 à 90% de la durée de vie totale en fatigue. Ces auteurs concluent que la durée de vie en fatigue d'un matériau est améliorée lorsque la taille des colonies α_{WGB} est faible, c'est-à-dire lorsque la force de la microtexture à l'échelle du grain β est faible, lorsque le nombre de variants α est élevé.

1.4. Conclusions

Cette synthèse bibliographique montre que les propriétés des alliages de titane sont fortement liées à la microstructure et à la microtexture de transformation. Différents travaux ont été réalisés permettant de bien comprendre la relation entre traitements thermiques, voire thermomécaniques et microstructure. L'étude de la microtexture a été principalement abordée par l'étude des mécanismes de sélection de variants lors de la germination aux joints des grains. Différents critères ont été proposés, basés sur des études en MET et plus récemment des caractérisations par MEB/EBSD. Peu de travaux portent sur une analyse statistique de l'occurrence de ces critères, comme sur une étude en fonction de l'avancement de la

transformation. De plus, la compréhension de la formation de la microtexture, celle de son évolution en fonction de l'avancement de la transformation sont très peu documentées.

L'objectif de ce travail de thèse est donc d'étudier la formation de la microtexture de transformation au cours des premiers instants de la transformation et au cours de l'avancement de la transformation lorsque la germination de la phase α se produit principalement aux joints des grains. Ces travaux sont menés pour diverses températures de transformation et après déformation plastique de la phase parente afin de mettre en exergue les mécanismes mis en jeu.

Chapitre II :

2. Matériau, méthodes expérimentales et développements méthodologiques

Ce chapitre décrit le matériau d'étude brut de réception ainsi que les expériences et méthodes utilisées pour obtenir les résultats des chapitres 3 et 4.

Le matériau d'étude est brièvement caractérisé dans son état de réception, notamment sa composition chimique et sa microstructure puis, les simulateurs de traitements thermiques et thermomécaniques sont présentés, suivis des différents traitements réalisés.

Ensuite, outre les méthodes de caractérisation classiques (métallographie, microscopie optique et EBSD), deux développements originaux sont présentés : la mesure de microstructure/microtexture tridimensionnelle par coupes sériées et la quantification automatique des microstructures de précipitation et de la sélection de variants à partir des données EBSD.

2.1. Matériau d'étude

Nous avons choisi de travailler avec l'alliage de titane β-métastable Ti17, alliage dont la microstructure haute température peut être figée à la suite d'une trempe, stabilisant ainsi la phase β sous forme métastable à température ambiante. La température de transus β a été mesurée à 880°C (Da Costa Teixeira, 2005). Les cinétiques et les microstructures résultantes associées à la précipitation de la phase α aux Joints De Grains β/β (JDGs) formée depuis le domaine β pour divers alliages β-métastables ont été précisément étudiées avec et sans déformation plastique préalable pour différentes températures de transformation (Chaussy, 1996; Da Costa Teixeira, 2005; Laude, 1997). Ces connaissances microstructurales et cinétiques des alliages β-métastables vont servir de base à l'étude de la formation des microtextures associées à la précipitation aux joints de grains : $\beta \rightarrow \alpha + \beta$.

Le matériau d'approvisionnement provient du lot DL071063 issu de la coulée 580773A, fourni par TIMET Savoie. La composition chimique pondérale a été mesurée en tête et pied de la billette, révélant de faibles hétérogénéités chimiques (Table 2-1).

	Ti	Al	Cr	Mo	Sn	Zr	O_2 (ppm)
Tête	Bal.	5,03	3,99	4,03	1,99	1,97	1225
Pied	Bal.	5,01	4,13	3,90	2,05	2,01	1205

Table 2-1 : Composition chimique pondérale (%) du lot DL071063

La billette a subi une séquence de traitements thermomécaniques constituée d'une mise en solution en β, d'un laminage en $\alpha + \beta$, d'une recristallisation juste en dessous du transus β, suivi d'une mise solution en $\alpha + \beta$ et d'un revenu. La micrographie acquise par microscopie électronique à balayage (MEB) en Figure 2-1 provient de l'état brut de réception, suite à cette séquence de traitements.

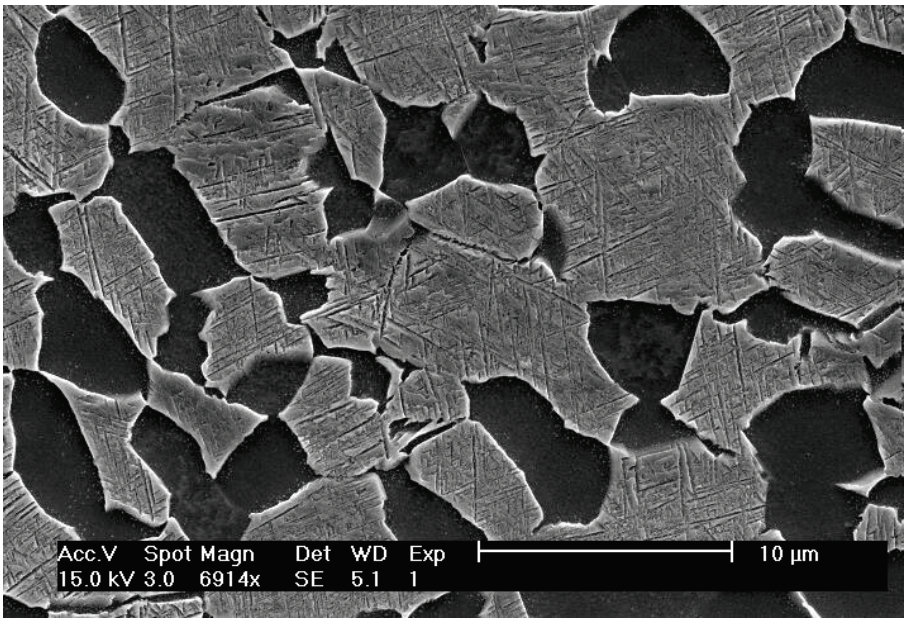

Figure 2-1 : Micrographie SE de l'état brut de réception

La microstructure est bimodale, composée de grains β transformés (en gris clair) et de nodules de phase α (en noir) sous forme de grains équiaxes (α primaire). Les grains β transformés sont formés d'un mélange de lamelles α (α secondaire) et de phase β résiduelle. Les grains équiaxes α ont une taille moyenne de 5 µm. Ils sont répartis uniformément entre les grains β, également équiaxes, de taille avoisinant les 10 µm. Les fines lamelles α secondaire ont une épaisseur inférieure au micron et ont précipité dans l'ensemble des grains β, suite à la mise en solution dans le domaine biphasé.

Les microstructures étudiées ont été générées à partir du matériau de réception décrit ci-dessus. Dans tous les cas, le matériau a été mis en solution dans le domaine β puis refroidi de manière contrôlée. Pour obtenir une microstructure monophasée β, homogène quant à sa composition chimique et sa taille de grain, le matériau a été soumis à une mise en solution de 30 minutes à 920°C dans le domaine β.

Deux types d'éprouvettes ont été prélevés de cette billette :

- Des éprouvettes cylindriques (L = 30 mm ; Ø = 3 mm) utilisées pour les conditions de transformation sans déformation préalable.

- Des éprouvettes de traction (L_{utile} = 34 mm ; $Ø_{utile}$ = 6 mm) à têtes filetées utilisées pour les conditions de transformation avec déformation préalable à la transformation de phases.

La direction longitudinale des deux types d'éprouvettes correspond à la direction longitudinale de la billette.

2.2. Traitements thermiques et thermomécaniques

Cette partie présente les dispositifs expérimentaux ainsi que les traitements thermiques et thermomécaniques appliqués à ces éprouvettes.

2.2.1. Dispositifs expérimentaux

2.2.1.1. Le dilatomètre à cycle rapide (DCR)

Le dilatomètre à cycles rapides (DCR), schématisé en Figure 2-2, est un dilatomètre de trempe développé à l'IJL permettant de réaliser des essais thermiques contrôlés.

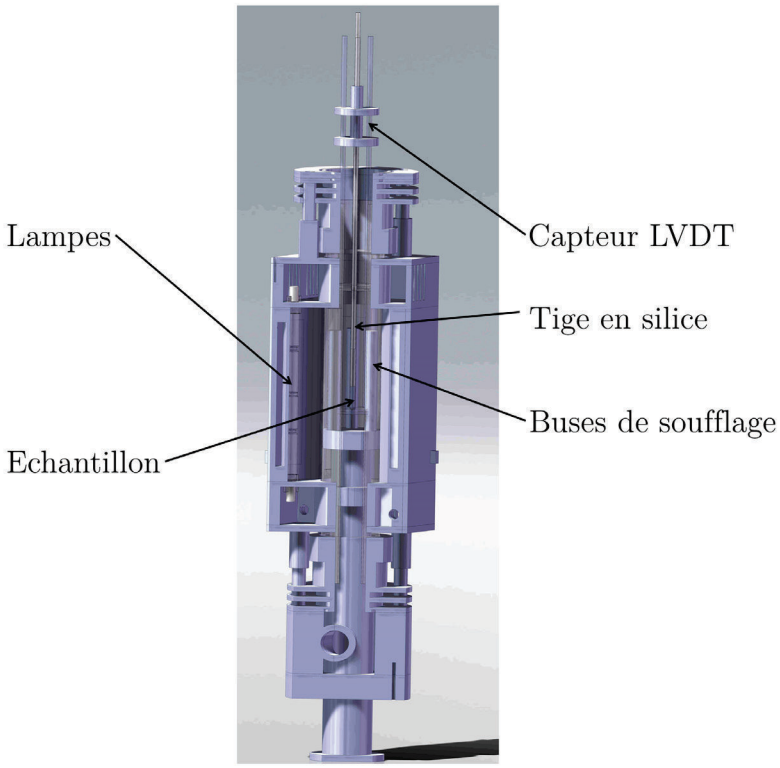

Figure 2-2 : Coupe schématique transverse du Dilatomètre à Cycles Rapides

Ce dispositif est équipé d'un four à rayonnement permettant de chauffer l'échantillon jusqu'à 1200°C dans une enceinte sous vide secondaire (5.10^{-4} mbar). Pour nos essais, les échantillons sont cylindriques de diamètre Ø = 3 mm. Un thermocouple (de type S pour les alliages de titane) soudé à mi-hauteur de l'échantillon, permet le suivi de la température et le contrôle du cycle thermique au travers d'un calculateur et du logiciel assurant la régulation de température. Deux régulateurs numériques de type PID (Proportionnel, Intégral, Dérivée) agissent d'une part sur la puissance délivrée par le four à lampes et d'autre part sur l'ouverture d'une vanne à débit variable qui délivre du gaz dans des buses disposées en périphérie de l'échantillon. La transformation peut ainsi être arrêtée par des jets d'hélium gazeux qui assurent un refroidissement rapide (> 20°C/s) et homogène. Au cours d'un traitement thermique, les variations de longueur de l'éprouvette associées à la dilatation thermique du matériau, mais également aux déformations de transformation de phases sont transmises à un capteur LVDT (Linear Variable Differential Transformer) par des tiges en silice dont le coefficient de dilatation est faible ($5.10^{-7}K^{-1}$). La variation de densité du titane pur lors du changement de phase à l'état solide est relativement faible ; le signal de dilatométrie est donc difficile à exploiter surtout pour des cinétiques de transformation lente. Aussi, la caractérisation des cinétiques de transformations de phases pour ces alliages est réalisée par suivi des variations de résistivité électrique, dont le principe est décrit paragraphe 2.2.1.3.

2.2.1.2. Le simulateur d'essais thermomécaniques (DITHEM)

A l'instar du DCR, le DITHEM est un simulateur d'essais thermomécaniques de laboratoire développé à l'IJL (Figure 2-3).

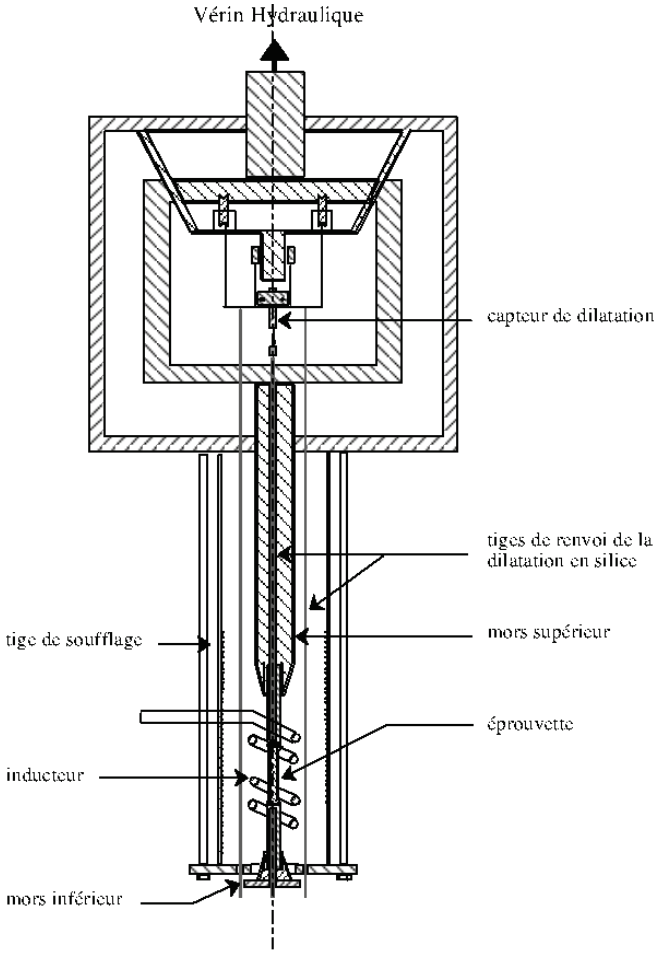

Figure 2-3 : Représentation schématique de la chaîne de traction du DITHEM (Brandao et al., 2003)

Cet appareillage permet d'appliquer une séquence contrôlée de traitements thermiques sous vide secondaire (5.10^{-4} mbar) au cours de laquelle une déformation plastique par traction ou compression peut être effectuée. Nous avons réalisé des essais de traction avec une déformation maximale (ε_{max} = 35%). Les têtes de l'éprouvette de traction sont vissées dans des mors. Le mors inférieur est fixe et le mors supérieur peut être déplacé à l'aide d'un vérin hydraulique asservi en force (appliquée à la chaîne), ou en déplacement (du vérin) ou encore en déformation (de l'échantillon). Trois thermocouples S sont soudés dans la partie utile de l'échantillon, au centre et à chaque extrémité de cette zone. Le chauffage est réalisé par induction. L'inducteur placé autour de l'échantillon est mobile pour limiter le gradient de température dans la zone utile. Le thermocouple placé au centre de la zone utile est celui utilisé pour la régulation. L'ensemble de l'essai, le contrôle du cycle thermique et mécanique, l'acquisition des signaux

(températures, charge appliquée, déformation de l'échantillon, déplacement du vérin toutes les 10ms au plus court) est géré par un calculateur au travers d'un logiciel développé spécifiquement pour l'application. Comme pour le DCR, un système de buses permet de refroidir l'échantillon et ainsi de bloquer la transformation. Un capteur de déformation de type LVDT est intégré dans le dispositif et conduit à l'allongement de l'échantillon, principalement de sa zone utile, (qu'il soit causé par la dilatation de l'échantillon ou par la déformation au cours de l'essai de traction). Comme pour le DCR, un dispositif de suivi en continu de la résistivité électrique permet d'accéder au suivi de la cinétique globale de transformation de phases.

Pour nos essais, nous avons appliqué des déformations allant jusque ($\varepsilon = 35\%$). Pour ces essais, l'échantillon devient plus grand que l'inducteur rendant difficile un maintien homogène de la température. Pour conserver une longueur d'échantillon exploitable maximale, l'inducteur est déplacé en cours d'essai de manière à assurer une bonne homogénéité de température entre le thermocouple central et celui d'une extrémité, sacrifiant ainsi la deuxième partie de l'échantillon.

2.2.1.3. Suivi in-situ des cinétiques de transformation par résistivité électrique

La technique de mesure de résistivité électrique in-situ est utilisée pour déterminer les cinétiques de transformation de phases. Cette méthode de suivi employée pour de nombreux alliages métalliques (acier, base aluminium (Dehmas et al., 2002), base titane ((Laude et al., 1996; Loier et al., 1985)) a été comparée à des mesures dilatométriques et plus récemment à des caractérisations en DRX haute énergie (Bruneseaux et al., 2008). Elle est opérationnelle sur le DCR et sur le DITHEM. Elle s'appuie sur la méthode en quatre points : la partie utile de l'échantillon est équipée de 4 fils de platine pour le passage d'un courant continu constant (2A) et pour la mesure de la différence de potentiel correspondante. La variation de différence de potentiel (DDP) mesurée entre deux fils de platine est une signature de la cinétique de transformation de phase (durée et température de transformation). Le courant traversant l'échantillon peut induire une DDP « parasite » dans la mesure de température lorsque les fils de mesure de la température sont trop éloignés. Cette DDP peut introduire une erreur de mesure de la température réelle pouvant atteindre une dizaine de degrés. Une attention particulière est donc portée sur la soudure des fils de thermocouple.

2.2.2. Traitements thermiques

Des traitements thermiques ont été réalisés dans le DCR avec l'objectif d'étudier par EBSD la précipitation des morphologies α_{GB} et α_{WGB} tout en évitant la précipitation de la morphologie intragranulaire α_{WI}. Tous les traitements débutent par :

- Un chauffage rapide jusqu'à 400°C suivi d'un maintien d'une heure, afin de désorber l'oxygène résiduel à la surface de l'échantillon et sur les parois du four.

- Un chauffage rapide (10°C.s^{-1}) jusqu'à 920°C (T_β + 40°C) suivi d'une mise en solution de 30 minutes, permettant de dissoudre les globules α et d'homogénéiser chimiquement la phase β.

Le choix des températures de transformation isotherme s'appuie sur le diagramme TTT du Ti17 établi par (Da Costa Teixeira, 2005) et confirmé par des études in situ par DRX en rayonnement synchrotron (Bruneseaux et al., 2008).

2.2.2.1. Transformation en conditions isothermes

Suite à la mise en solution, l'éprouvette est refroidie rapidement à une vitesse de 10°C.s^{-1} jusqu'à la température de maintien isotherme le but étant d'éviter la précipitation de la phase α avant le début du palier isotherme. Trois températures de transformation ont été choisies pour lesquelles il y a formation des morphologies α_{GB} et α_{WGB} : 830°C, 800°C et 750°C. Ces maintiens isothermes sont directement suivis d'une trempe à l'hélium jusqu'à la température ambiante à une vitesse de 10°C.s^{-1}, permettant de figer la microstructure haute température. Les durées de maintien ont été choisies de manière à obtenir des microstructures à différents stades de la précipitation (Figure 2-4). Un échantillon a été trempé depuis 920°C jusqu'à température ambiante et ne présente aucun précipité α, montrant que la précipitation a bien lieu pendant les paliers isothermes. Il est ainsi possible de reconstituer la séquence de précipitation ou de comparer différents états au même stade de précipitation mais formés à des températures différentes.

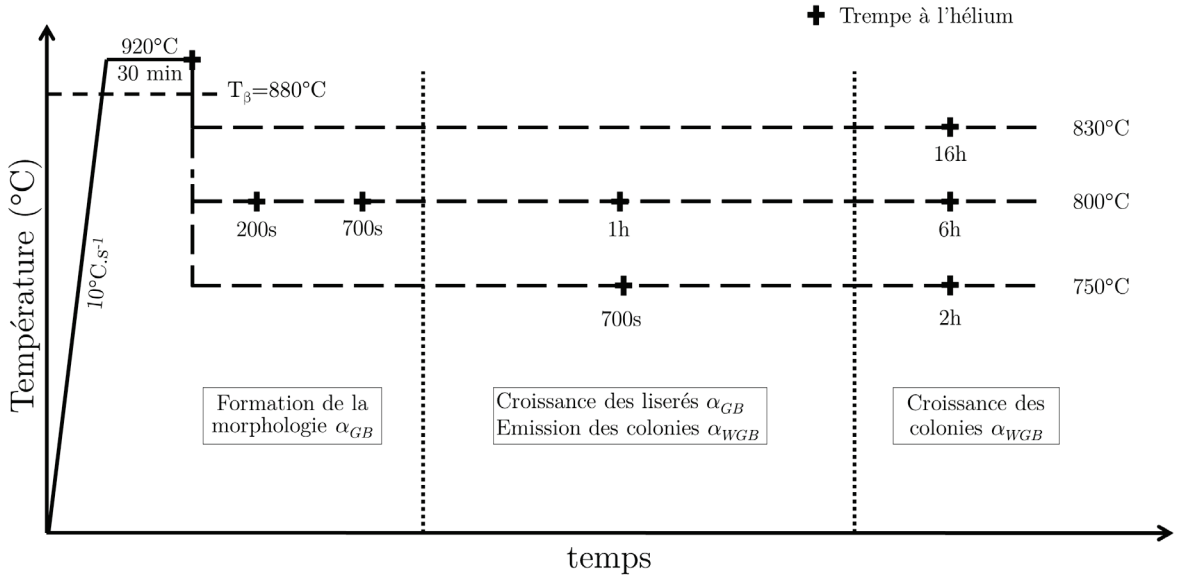

Figure 2-4 : Représentation schématique des traitements thermiques isothermes

2.2.2.2. Transformation en conditions anisothermes

Afin d'étudier des microstructures générées dans des conditions plus proches des conditions de traitements industriels, nous avons analysé la transformation au cours de refroidissements

continus. Pour former les morphologies α_{GB} et α_{WGB}, il est nécessaire d'appliquer des vitesses de refroidissement très lentes (Da Costa Teixeira, 2005). Cependant ces vitesses de refroidissement génèrent des temps de séjour dans le domaine monophasé β très longs pouvant conduire à un grossissement plus important de la taille des grains β. Pour limiter ce grossissement, la mise en solution à 920°C est suivie d'un refroidissement rapide jusqu'à 880°C, la température de transus, puis d'un refroidissement continu à vitesse lente contrôlée jusqu'à 750°C. A partir de 750°C, l'échantillon est rapidement refroidi par jets d'hélium gazeux afin d'éviter de former des lamelles α_{WI} intragranulaires (Figure 2-5).

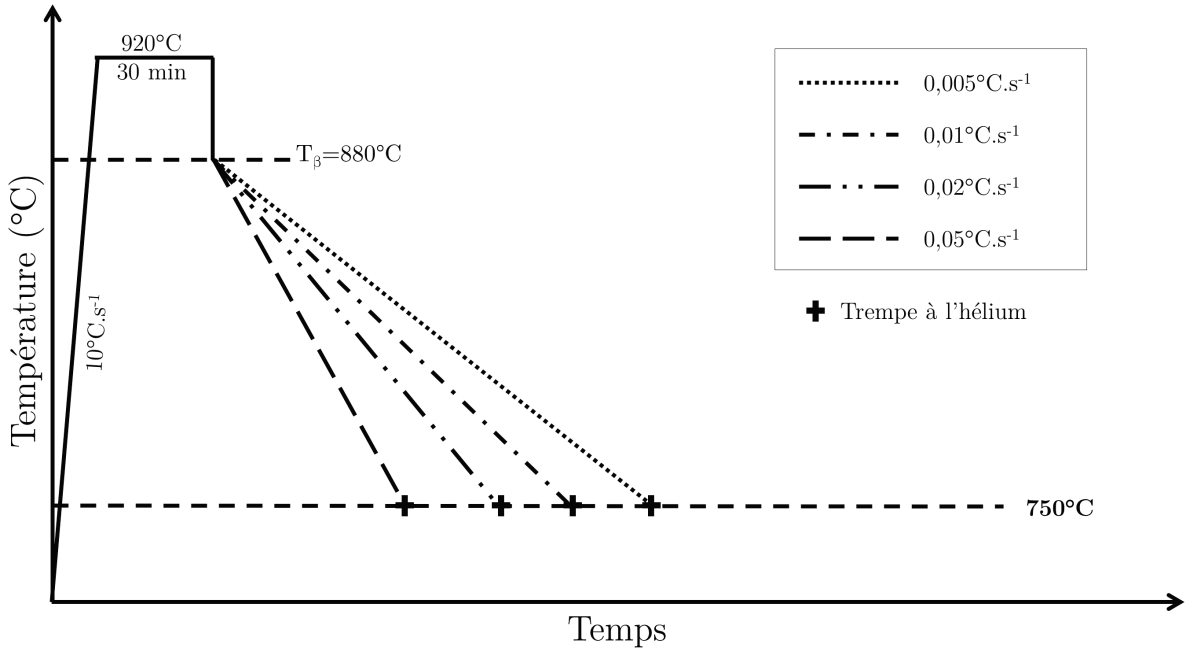

Figure 2-5 : Représentation schématique des traitements thermiques anisothermes

2.2.3. Traitements thermomécaniques

Tous les traitements thermomécaniques ont été réalisés sur le simulateur thermomécanique DITHEM. Ils sont composés :

- D'un chauffage à 1°C.s^{-1} jusqu'à 920°C, température de mise en solution dans le domaine monophasé (Ce chauffage étant suffisamment long, aucune étape supplémentaire de désorption de l'oxygène n'a été considérée).

- D'une mise en solution de 20 minutes à 920°C

- D'un refroidissement rapide, jusqu'à la température de déformation pour déformer la phase 100% β-métastable

- D'une déformation plastique en traction à température et vitesse de déformation constante. Les éprouvettes sont déformées jusqu'au taux de déformation maximal applicable pour ces échantillons ($\varepsilon = 35\%$)

Les étapes ultérieures diffèrent suivant les conditions de transformation.

2.2.3.1. Transformation en conditions isothermes

Les traitements sont schématisés sur la Figure 2-6. Après mise en solution, les éprouvettes sont trempées jusqu'à la température de 800°C, température à laquelle elles sont déformées afin de limiter la restauration (Chaussy, 1996). Deux vitesses de déformation ont été choisies : $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}\ s^{-1}$. La déformation étant réalisée à une température inférieure à celle du transus, nous avons vérifié sur l'état trempé directement post-déformation à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ qu'il n'y a pas eu précipitation induite par la déformation (voir § 4.1.1). Les éprouvettes ont été ensuite maintenues soit à 800°C, soit à 750°C pendant une durée variable (indiquée figure 6). Le traitement est terminé par une trempe, figeant ainsi la microstructure haute température.

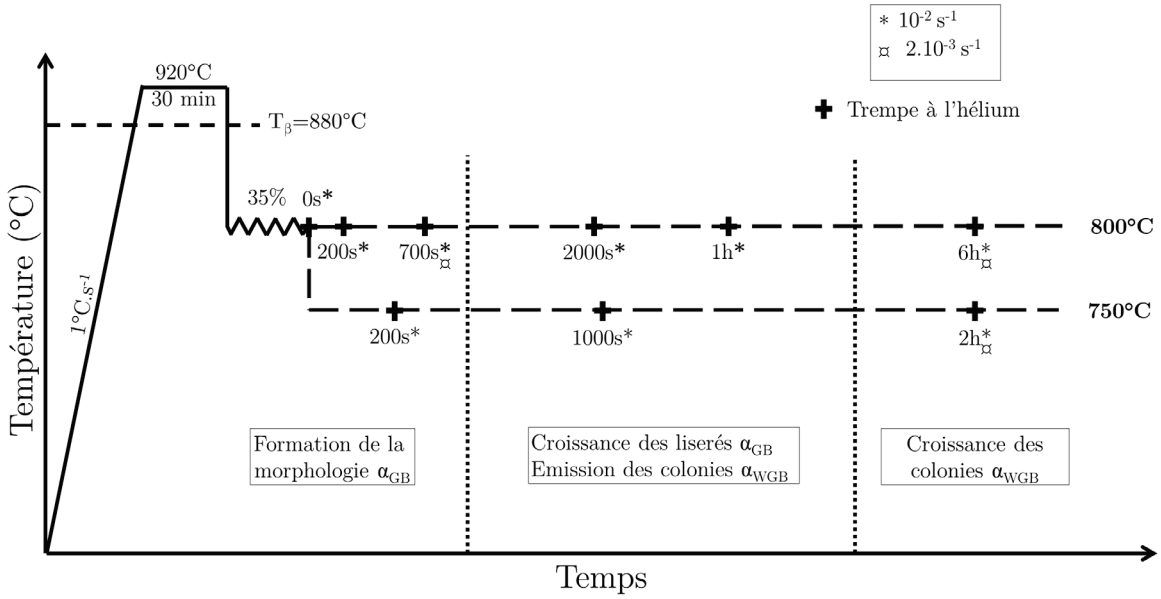

Figure 2-6 : Représentation schématique des traitements thermomécaniques isothermes

2.2.3.2. Transformations en conditions anisothermes

La représentation schématique des traitements réalisés est présentée en Figure 2-7. Pour ces essais, les éprouvettes sont trempées après la mise en solution jusqu'à 880°C, température à laquelle elles sont déformées. Suite à la déformation plastique (880°C-35%-10^{-2}s^{-1}), un refroidissement continu est effectué à vitesse constante (0,1 ; 0,2 et 0,5°C.s^{-1}) dans le domaine de température 880°C – 750°C. A 750°C, une trempe rapide à l'hélium jusqu'à température ambiante permet de figer la microstructure haute température, constituée uniquement de phase α aux JDGs β/β, avec les morphologies α_{GB} et α_{WGB}.

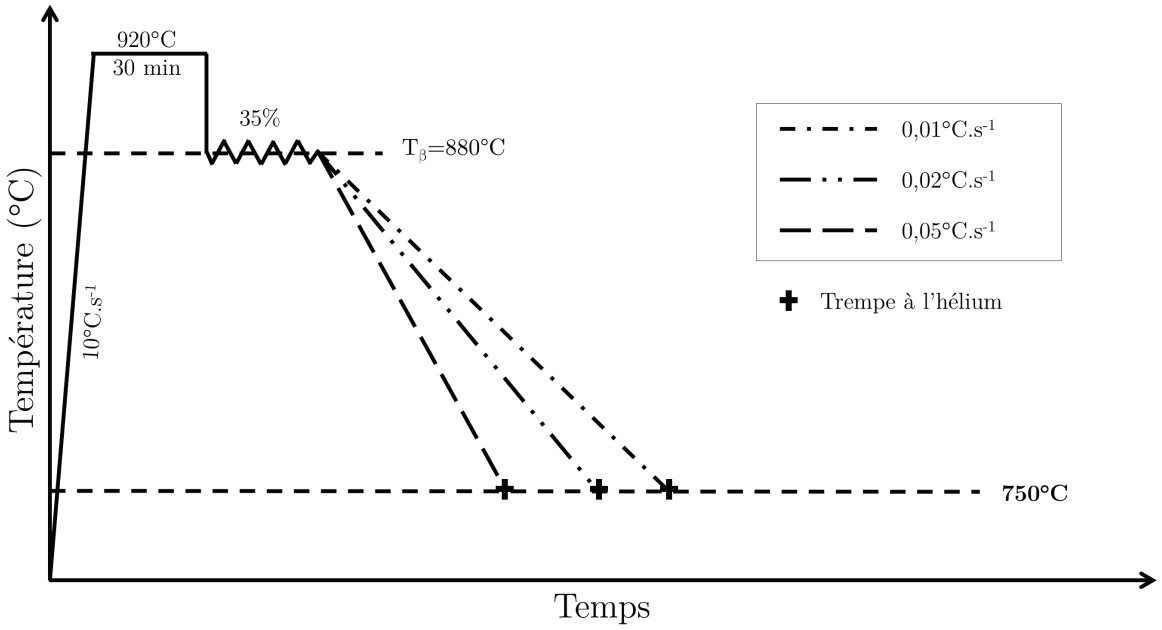

Figure 2-7 : Représentation schématique des traitements thermomécaniques anisothermes

2.3. Caractérisation usuelle des microstructures et microtextures

2.3.1. Préparations des surfaces

2.3.1.1. Pour la microscopie optique et électronique à balayage

La caractérisation des microstructures par Microscopie Optique (MO) ou par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) nécessite une surface polie-miroir, c'est-à-dire une surface dénuée de rayures. Nous avons utilisé une méthode mécanique. Les échantillons sont enrobés dans de la résine à chaud puis polis au moyen de disques abrasifs de granulométrie décroissante (depuis 320 jusqu'à 4000 grains de SiC/cm^2). Le polissage final est effectué sur feutre imbibé d'une solution constituée de 90%$_{vol}$. d'OPS (silice colloïdale) et de 10%$_{vol}$. de H_2O_2 (eau oxygénée) pendant cinq minutes. La microstructure observée en MO est révélée par une attaque chimique au réactif de Kroll (5%$_{vol}$. HF, 10%$_{vol}$. HNO_3 et 85%$_{vol}$. H_20). Pour les observations en MEB, nous nous appuyons des observations avec les électrons rétrodiffusés (BSE).

2.3.1.2. Pour l'EBSD

La préparation de surface pour l'EBSD est très exigeante. La qualité des clichés de diffractions est très sensible à l'écrouissage de la surface. L'échantillon étant incliné de 70°, l'obtention d'une image parfaitement focalisée nécessite une excellente planéité de la surface, d'autant plus si la zone observée est grande. Pour le polissage, nous avons utilisé un dispositif Accustop

commercialisé par Struers. Il s'agit d'un plateau surmonté d'un anneau en céramique, parfaitement plan et plus dur que l'échantillon. La manipulation consiste à coller l'échantillon sur le plateau, puis à le polir jusqu'à atteindre la hauteur de l'anneau en céramique. Le polissage mécanique effectué sur papier abrasif doit être exercé avec la pression la plus faible possible afin d'éviter d'écrouir la surface.

Suite au polissage mécanique avec papier abrasif, un polissage final a été réalisé selon deux méthodes différentes :

- Sur feutre imbibé d'une solution constituée de 80%$_{vol.}$ d'OPS et de 20%$_{vol.}$ d'H_2O_2 (l'eau oxygénée attaque chimiquement la surface, et améliore l'indexation des cartographies EBSD) sur une durée de 30 minutes.

- Par polissage électrolytique (machine Lectropol-5 de chez Struers) à l'aide d'un électrolyte constitué de 90%$_{vol.}$ de méthanol et de 10%$_{vol.}$ d'acide perchlorique ($HCLO_4$) sous les conditions suivantes :
  - Tension : 25V
  - Débit : 16 UA
  - Temps : 10 secondes
  - Température de l'électrolyte : 5°C

Cette dernière méthode présente l'avantage d'être plus rapide et d'éliminer autant que possible l'écrouissage de surface, mais a l'inconvénient d'introduire un léger relief qui pénalise l'acquisition EBSD au niveau des joints de grains. Nous avons appliqué la méthode mécanique pour les états non déformés et la méthode électrolytique pour les états déformés, une bonne indexation de ces derniers étant plus délicate.

2.3.2. Mesure de microtexture par EBSD

2.3.2.1. Notion d'orientation cristallographique et de désorientation

On appelle microtexture la distribution des orientations cristallines à l'échelle de la microstructure.
Une orientation cristalline est définie grâce à deux repères orthonormés directs :

- Le repère de l'échantillon, noté K_A, appelé repère macroscopique.

- Le repère cristallin, noté K_B, dont les axes sont choisis en fonction de la symétrie de réseau du cristal.

Dans la maille cubique, les axes x, y et z du repère K_B sont parallèles aux trois axes de la famille $< 100 >_\beta$. Ainsi, il existe 24 repères K_B équivalents pour définir la même maille. Dans la maille hexagonale, l'axe z du repère K_B est parallèle à la direction $< 0001 >_\alpha$. Ensuite, nous

avons choisi la convention où une direction $< 11\bar{2}0 >_\alpha$ est parallèle à l'axe y et une direction $< 10\bar{1}0 >_\alpha$ est parallèle à l'axe x. En conséquence, il y a 12 repères K_B équivalents.

Une orientation cristalline est caractérisée par une rotation, notée g, qui permet de passer du repère K_A à un des repères cristallins K_B. La rotation g peut se décomposer en trois rotations élémentaires successives (Figure 2-8) :

- Une rotation d'angle φ_1 autour de l'axe z du repère K_A le transformant en un repère K' (x', y', z).

- Une rotation d'angle Φ autour de l'axe x' du repère K' le transformant en un repère K'' (x', y'', z'').

- Une rotation d'angle φ_2 autour de l'axe z'' du repère K'' le transformant en K_B.

Les angles correspondants à ces rotations sont appelés angles d'Euler et sont notés φ_1, Φ et φ_2.

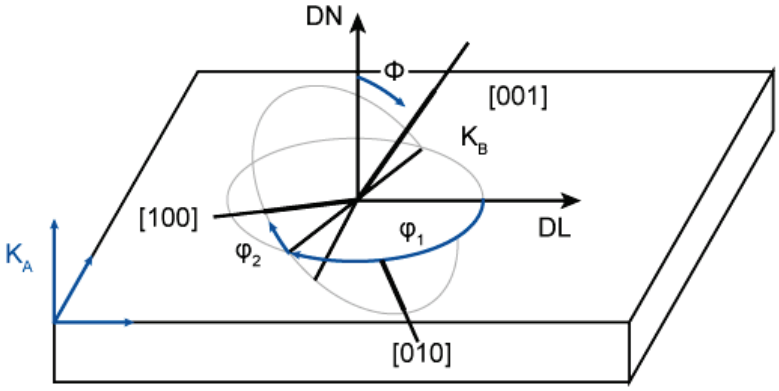

Figure 2-8 : Suite de rotations d'angle φ_1, Φ, φ_2 permettant de mettre en coïncidence le repère macroscopique et le repère cristallin.

Cette rotation g peut être associée à une matrice de passage M(g) qui permet de calculer les composantes d'un vecteur, défini dans le repère K_A dans le repère K_B. Elle est définie par :

$$M(g) = \begin{matrix} c_1c_2 - s_1s_2C & c_2s_1 + c_1s_2C & s_2S \\ -c_1s_2 - s_1c_2C & -s_1s_2 + c_1c_2C & c_2S \\ s_1S & -c_1S & C \end{matrix} \qquad (2\text{-}1)$$

Où :

$C = \cos\Phi$ $\quad$ $S = \sin\Phi$

$c_1 = \cos\varphi_1$ $\quad$ $s_1 = \sin\varphi_1$

$c_2 = \cos\varphi_2$ $\quad$ $s_2 = \sin\varphi_2$

Avec cette convention, une orientation peut être définie par autant de rotations que le nombre de repères K_B équivalents. On définit les éléments de symétrie comme l'ensemble des rotations

qui permettent de passer d'un repère cristallin à un autre équivalent par symétrie. Le $i^{ème}$ élément de symétrie de la phase α est noté H_i et celui de la phase β est noté C_i.

Une désorientation est caractérisée par une rotation qui permet de passer d'un repère cristallin d'un grain 1 appartenant à la phase X (K_{B_1}) au repère cristallin d'un grain 2 appartenant à la phase Y (K_{B_2}). Du fait de la multiplicité des repères K_{B_1} et K_{B_2}, une désorientation peut être définie par $2 \times n_X \times n_Y$ rotations (n_X et n_Y étant le nombre de repères équivalents des phases X et Y respectivement). Par convention, on peut définir une désorientation univoquement par la rotation d'angle minimal, noté θ, autour d'un axe cristallin situé dans le triangle standard des orientations (voir § suivant).

2.3.2.2. Principe de l'EBSD

La technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) permet d'acquérir les orientations cristallographiques à l'échelle de la microstructure et donne ainsi accès à l'orientation de chaque grain et à la désorientation entre grains voisins donc à la microtexture. Le principe de la méthode EBSD est représenté schématiquement Figure 2-9.

Dans un MEB, un faisceau d'électrons primaire est focalisé au travers de lentilles sur la surface de l'échantillon. Plusieurs interactions résultent de la collision électrons/cristal. Notamment, les électrons rétrodiffusés (BSE), en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs diffractent en formant deux cônes de diffraction contenant l'information cristallographique de ces plans. Une caméra CCD surmontée d'un écran phosphorescent vient intercepter ces cônes formant un diagramme (dit de pseudo-Kikuchi) constitué de paires d'hyperboles assimilables à des bandes rectilignes. La position et la largeur des différentes bandes sont caractéristiques de la symétrie et de l'orientation du cristal. Connaissant la structure cristalline du matériau, l'indexation de ce diagramme de pseudo-Kikuchi permet de remonter à son orientation cristallographique.

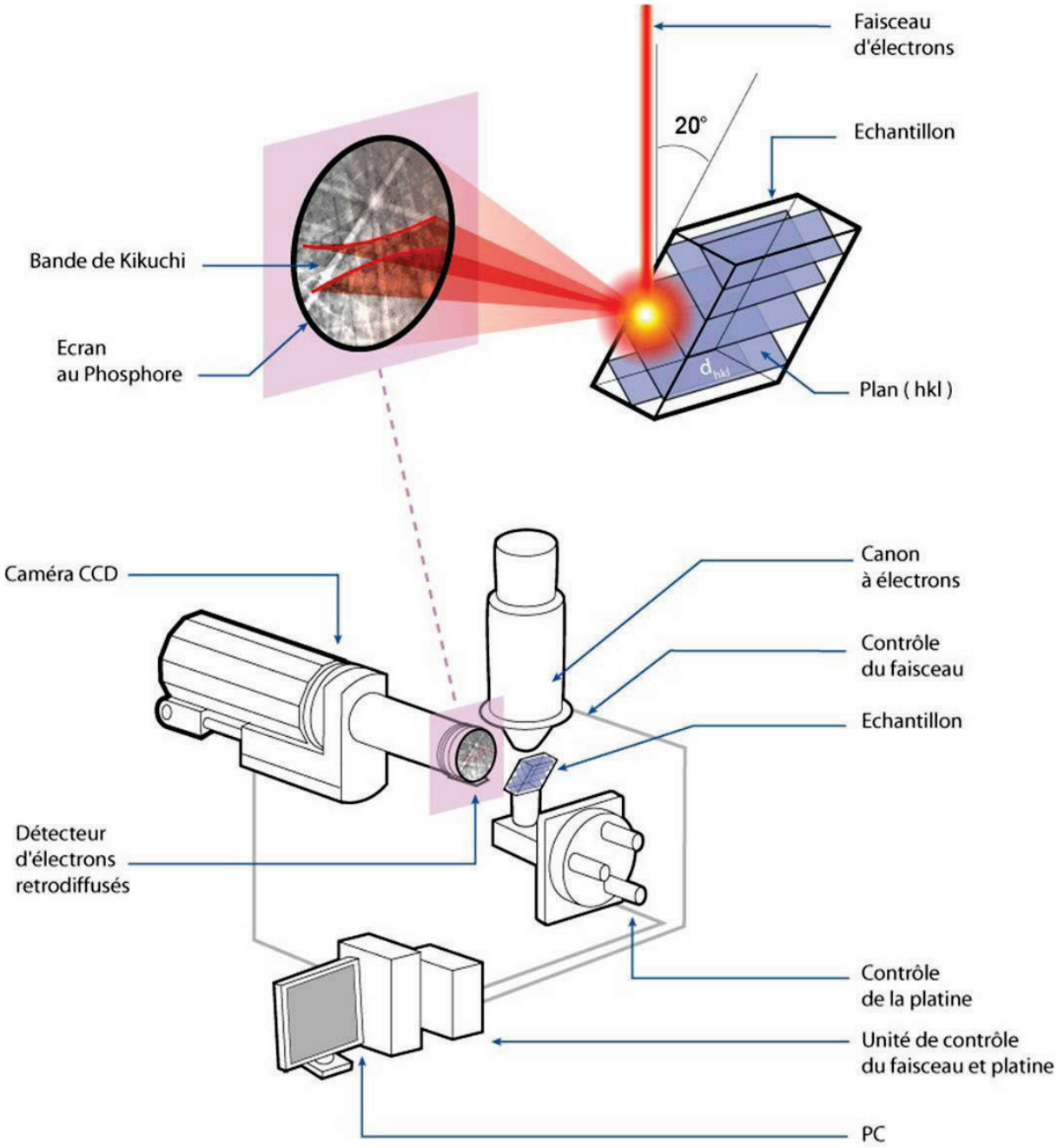

Figure 2-9 : Représentation schématique du principe de l'EBSD

D'autres méthodes permettent de caractériser la texture d'un matériau. La diffraction des rayons X ou des neutrons donne une information sur l'orientation moyenne de tous les grains rencontrés par le faisceau incident pondérée par leur fraction surfacique/volumique : la macrotexture. Ces méthodes donnent accès à l'information sur la texture à une plus grande échelle en un temps bien plus réduit, mais en aucun cas sur les orientations individuelles de chaque grain. Il est néanmoins possible d'obtenir l'information de la texture à l'échelle du grain dans les trois directions de l'espace en utilisant un rayon synchrotron à haute énergie (DRXHE)

permettant de traverser des échantillons de plusieurs millimètres (Ludwig et al., 2011; Poulsen, 2012).

L'acquisition des données EBSD a été effectuée sur trois MEB : un MEB QUANTA 600 FEG de marque FEI équipé d'une caméra rapide NORDLYS d'Oxford Instruments (HKL), un MEB Supra 40 FEG de marque Zeiss équipé d'une caméra sensible e-Flash de Brucker et un FIB Auriga 40 de marque Zeiss équipé de la même caméra Brucker. L'échantillon est placé dans l'enceinte du microscope de sorte à faire un angle de 20° avec le faisceau incident, conditions dans lesquelles les cônes de diffraction ont l'intensité la plus élevée. Le faisceau incident balaye la surface pas par pas selon un chemin prédéfini. La caméra CCD surmontée de l'écran phosphorescent acquiert un cliché de diffraction à chaque pas d'analyse. Les logiciels d'acquisition Flamenco, Fast Acquisition (Oxford instruments) ou Esprit (Brucker) indexent ces diagrammes de Kikuchi, puis calculent les orientations cristallographiques correspondantes à partir des données cristallographiques des phases à analyser.

Les cartes EBSD ainsi créées ont une résolution spatiale qui correspond au pas d'analyse. L'intensité moyenne de chaque cliché est représentative des phases, de l'orientation et de l'état d'écrouissage. La microstructure est ainsi reproduite en niveau de gris (contraste de bandes). Les orientations sont souvent représentées par un code de couleur dit IPF (Inverse Pole Figure) utilisant les couleurs élémentaires rouge/vert/bleu. La couleur de chaque pixel est donnée par la projection d'une direction macroscopique de référence dans le repère du cristal. Ainsi, deux couleurs différentes indiquent toujours des orientations différentes. Par contre deux orientations différentes peuvent être représentées par la même couleur. Un exemple de carte EBSD avec ce code de couleur est présenté sur la Figure 2-10. Pour cette carte et pour toutes les autres représentées avec le code de couleur IPF, la direction macroscopique de référence est DT (direction de traction), c'est-à-dire la direction longitudinale des éprouvettes. Pour toutes les cartes, il s'agit de l'axe horizontal des figures. Pour profiter au mieux de l'espace disponible, le code de couleur est présenté uniquement en Figure 2-10 et ne sera pas rappelé dans la suite du manuscrit.

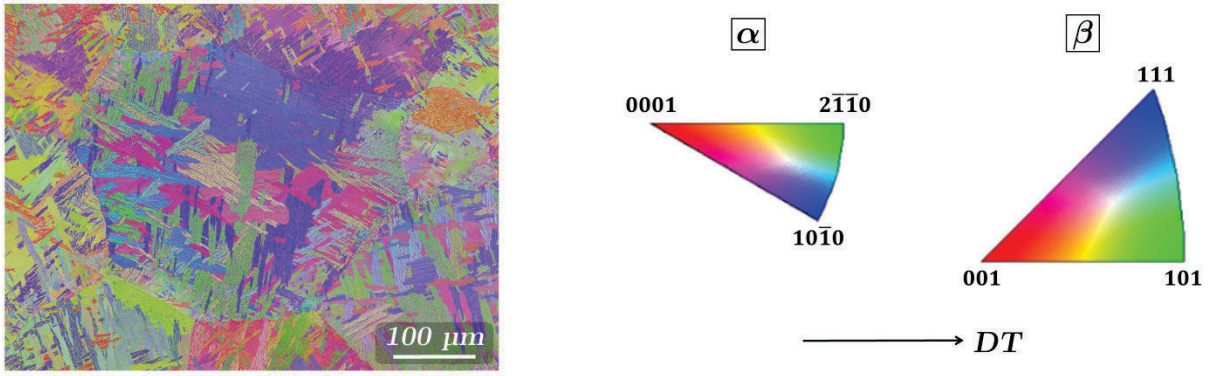

Figure 2-10 : Carte EBSD en mode IPF selon DT symbolisant les orientations cristallographiques selon les triangles standard des orientations. La carte présentée comme exemple provient de l'état déformé à $\varepsilon = 35\,\%$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$ et interrompu suite à 6h de maintien à 800°C

2.4. Caractérisation tridimensionnelle des microstructures et microtextures

Nous avons fait plusieurs caractérisations de microtexture en 3D afin de déterminer l'orientation de la phase α en fonction des paramètres des JDGs et d'étudier précisément le lien entre colonies α_{WGB} et précurseurs α_{GB}. Nous avons également analysé le critère de sélection de variants SV3 (voir § 1.2.2.5) qui prend en considération les plans de JDG β/β (voir § 2.4.3). Deux grandes familles de méthodes permettent d'acquérir la microstructure ou microtexture en 3D : la tomographie ou les coupes sériées. La micro-tomographie de laboratoire est mal adaptée à notre étude car les phases α et β sont trop difficilement différenciables du fait de leur composition chimique trop proche. La tomographie réalisée sur une ligne synchrotron à haute énergie permet d'obtenir un résultat satisfaisant mais n'est pas facilement accessible. Vanderesse et al. (Vanderesse et al., 2008) ont par exemple caractérisé en 3D les morphologies α_{GB} et α_{WGB} d'un alliage de titane TA6V, mais n'ont pas étudié la sélection de variants. Notre choix s'est donc porté sur les coupes sériées réalisées soit à l'aide d'un faisceau d'ions dans un MEB - FIB (Focused Ion Beam), soit par polissage mécanique.

2.4.1. Mesure par FIB couplé à l'EBSD

Cette technique permet d'automatiser une succession de découpes au faisceau d'ions et d'acquisitions d'images SEM/cartes EBSD. Le dispositif utilisé est un MEB équipé de deux colonnes : une colonne électronique classique et une colonne ionique (généralement des ions gallium Ga+) (Figure 2-11a). Un système à injection de gaz couplé à la colonne ionique permet de réaliser des dépôts (carbone, platine, tungstène) sur la surface exposée au faisceau FIB. Ce dépôt protège la surface de l'implantation des ions Gallium et limite les effets 'rideaux' sur la surface d'analyse que le faisceau d'ions érode en incidence rasante.
Le volume maximal mesurable dans un temps raisonnable se limite à 50×50×50 µm^3. Ce volume étant bien inférieur à celui d'un grain β de la microstructure d'étude ($\emptyset_{moy} \approx 200$µm), nous avons utilisé cette technique pour étudier les premiers stades de la précipitation sur un joint de grains α_{GB} situé à proximité d'un point triple β.

Pour caractériser le plan d'un joint de grains β_1/β_2 et la précipitation α_{GB} associée, nous avons procédé en deux temps. Nous avons d'abord acquis une carte EBSD standard sur le joint à étudier. Ensuite, nous avons réalisé une découpe FIB perpendiculairement; les deux traces du plan de joint nous permettent alors de définir ce plan dans le repère cristallin de chacun des grains β_1 et β_2. Enfin pour caractériser la morphologie de la précipitation α_{GB} en volume, nous avons programmé une succession de découpes FIB et d'acquisition d'images en électrons secondaires progressant le long du joint jusqu'au joint triple (Zimmermann & Humbert, 2002; Mandal et al., 2014).

En pratique, la surface précédemment analysée par EBSD a été revêtue d'un dépôt de platine. Puis nous avons réalisé une excavation avec le faisceau FIB, autour de la zone à analyser en 3D

(Figure 2-11b) pour recevoir la matière redéposée et éviter qu'elle ombrage la zone d'analyse. Enfin, on alterne les étapes d'érosion (faisceau FIB) et d'acquisition d'images (faisceau d'électrons) jusqu'à échantillonnage du volume désiré. L'épaisseur érodée à chaque passage a été programmée à 50nm sur une longueur de joint d'une dizaine de micromètres jusqu'à atteindre le joint triple. La méthode de réalignement des images électroniques est décrite section 2.4.2.3.

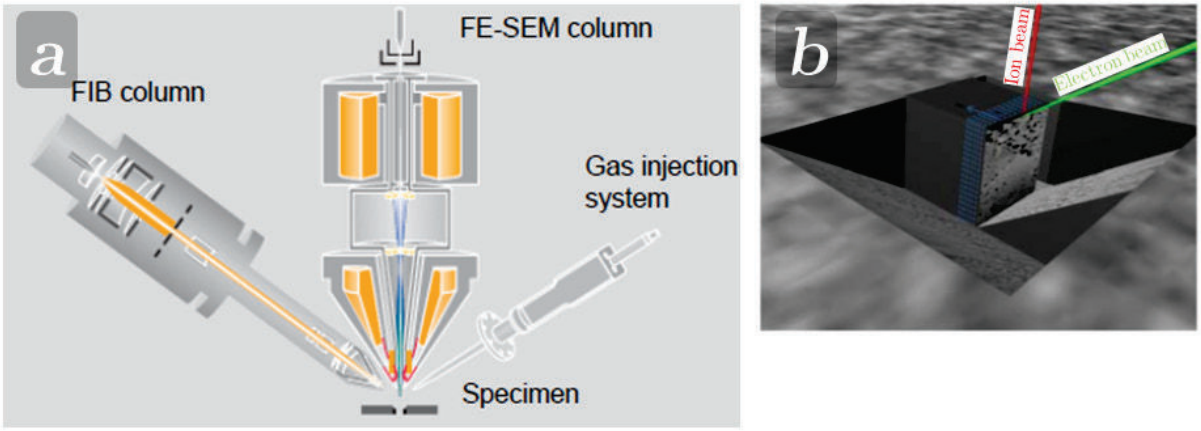

Figure 2-11 : a) Micrographie MEB montrant l'excavation réalisé avant la caractérisation du volume par alternance d'étapes d'érosion (faisceau FIB) et d'analyse (faisceau d'électrons) ; b) Représentation schématique des éléments principaux composant un MEB/FIB

2.4.2. Réalisation des coupes sériées par polissage mécanique

Cette méthode certes chronophage permet à la fois d'analyser un volume représentatif de la microstructure et d'obtenir la microtexture des phases α et β. Le protocole expérimental comprend le polissage des différentes coupes, l'acquisition de la pile d'images et la reconstruction 3D en ajoutant les données cristallographiques.

2.4.2.1. Procédure de polissage

L'objectif est d'obtenir une série de coupes toutes parallèles entre elles et espacées d'une distance régulière par polissages successifs. L'épaisseur retirée lors du polissage et la planéité de la surface sont réalisées et contrôlées par un système JIG (Logitech) (Figure 2-12). Cet appareillage permet de polir un échantillon à force constante de manière parfaitement plane. Le principe est le suivant : une plaque en verre (notée « 1») est fixée par dépression à l'aide d'une pompe primaire sur le JIG. L'échantillon est collé sur la plaque « 1 ». Un piston permet de mouvoir la plaque « 1 » en Z, mettant l'échantillon et l'anneau de dureté élevée à la même hauteur. L'échantillon est poli progressivement en conservant la même hauteur que celle de l'anneau, assurant ainsi la planéité.

Ce principe implique que l'échantillon reste solidaire de la plaque en verre pour garantir l'épaisseur retirée : le décollage-recollage de l'échantillon induisant une épaisseur de colle non

maitrîsable variant de 10 à 15 µm. Or cette plaque en verre n'est pas compatible avec des analyses EBSD car elle trop encombrante et non conductrice.
Nous avons donc utilisé deux plaques intermédiaires (notées 2 et 3). L'échantillon est vissé sur une plaque métallique et conductrice notée « 3 » (cercles noirs sur la Figure 2-12). Cette plaque est ajustable à la fois sur une seconde plaque collée sur la plaque en verre, noté « 2 » (cercles verts) et à la fois sur le système d'analyse MEB/EBSD (cercles oranges) (voir Figure 2-13).

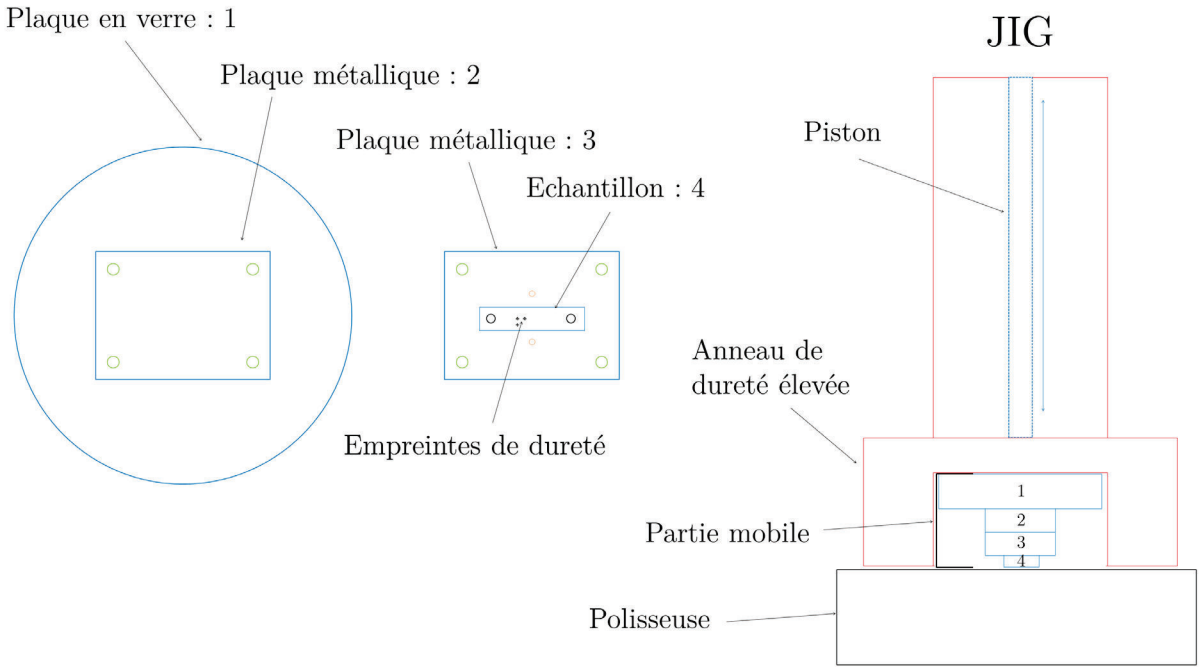

Figure 2-12 : Représentation schématique du JIG et du système de polissage utilisé

La zone analysée est repérée par des empreintes de dureté Vickers d'une profondeur supérieure à 10 µm sans trop envahir la zone de travail. Toutes les cinq coupes, les empreintes deviennent trop petites, nous procédons alors à une ré-indentation. Le suivi de l'épaisseur enlevée est assuré par un microscope optique à platine motorisée. Les empreintes en surface se déforment au cours des polissages successifs, l'évaluation de la profondeur de l'empreinte à partir de la mesure des diagonales peut mener à des erreurs de l'ordre de 0,5 µm. L'enlèvement de matière entre deux polissages est mesuré suivant la différence de hauteur entre la distance focale de la surface d'échantillon et celle du fond de l'empreinte, à la précision près de la platine et de l'appréciation de l'utilisateur (à 0,3 µm près). La précision de cet espacement entre coupes a été vérifiée sur un microscope confocal (à une précision de 10 nm).

Nous avons choisi la microstructure contenant les lamelles les plus épaisses possible, c'est-à-dire l'état non déformé en fin de transformation à 830°C maintenu pendant 16h. La zone analysée est de 800 µm², assurant la présence de plusieurs grains β. 104 coupes espacées de 2 µm ont été effectuées.

2.4.2.2. Acquisition des données : imagerie BSE et cartes EBSD

La surface analysée étant de 800 µm², les cartes EBSD ont été obtenues avec un pas de 1 µm à la fréquence de 35 Hz pour un temps total de mesure de 4 h. Faire une acquisition EBSD sur chaque coupe aurait nécessité un temps de caractérisation trop important. Nous avons donc opté pour une acquisition systématique des micrographies par imagerie BSE et une caractérisation par EBSD toutes les 8 coupes.

L'imagerie BSE sur surface polie a été choisie pour son bon contraste chimique permettant de séparer facilement les phases α et β par analyse d'image. Ce choix a été fait après comparaison entre différentes microscopies (optique, confocal et électronique) et en travaillant sur surface polie ou attaquée chimiquement (réactif de Kroll). Toutes les images ont été obtenues dans les mêmes conditions : une tension de 20 kV et une distance de travail de 19 mm (une grande distance de travail améliore le contraste entre les deux phases et la profondeur de champ).

Pour faciliter l'alignement des images et des cartographies EBSD, il est nécessaire d'assurer une reproductibilité maximale du repositionnement de l'échantillon dans le microscope. Un porte-échantillon dédié et un système de fixation de l'échantillon ont été conçus pour répondre à ce besoin. La Figure 2-13b montre ce nouveau dispositif. L'échantillon est vissé sur la plaque conductrice « 3 » (Figure 2-12). La plaque est elle-même vissée sur le porte-échantillon (cercles orange). Contrairement au dispositif initial en Figure 2-13a possédant deux degrés de liberté, l'échantillon peut-être repositionné précisément de manière reproductible. Pour se rapprocher de l'isostatisme, le vissage a été toujours effectué en respectant scrupuleusement une séquence bien définie, assurant ainsi une précision de repositionnement suffisante.

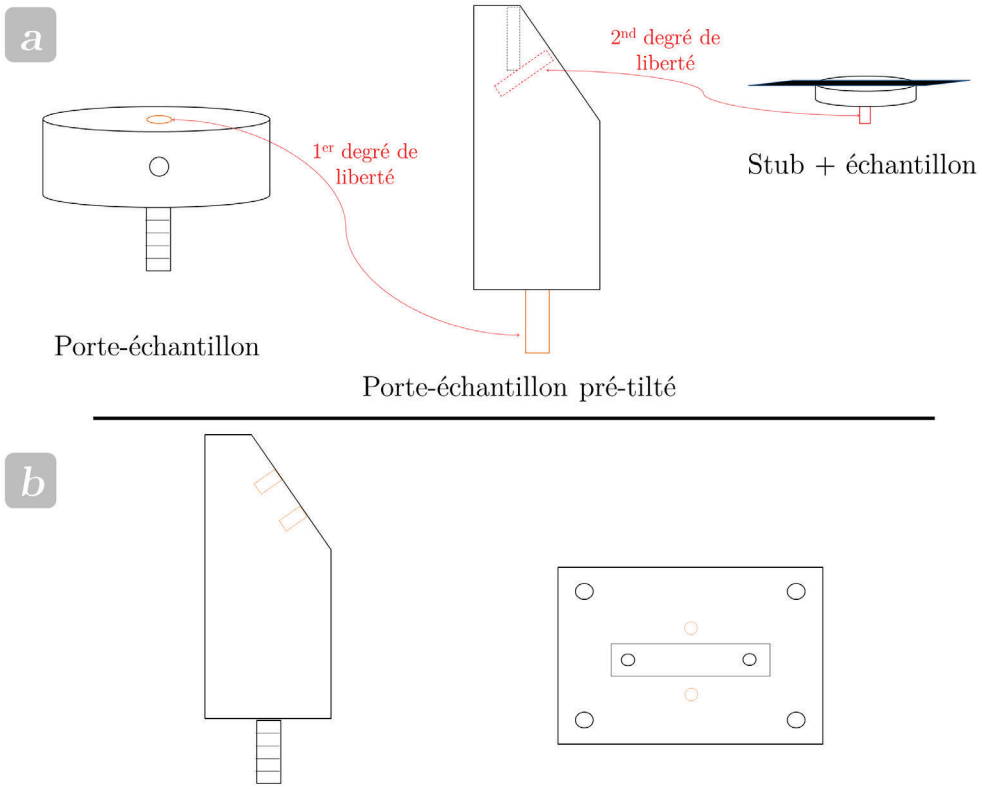

Figure 2-13 : Dispositif expérimental de montage de l'échantillon pour l'acquisition des micrographies et cartographies EBSD : a) Montage initial ; b) Montage utilisé pour la caractérisation 3D

2.4.2.3. Alignement, segmentation, introduction des données EBSD et reconstruction de la pile d'images

La reconstruction de la microstructure tridimensionnelle à partir de la pile d'images a été faite par traitement d'images (Figure 2-14). La segmentation, l'alignement et l'introduction des données EBSD ont été effectuées à l'aide du logiciel ImageJ®. Chaque étape de cette séquence est décrite ci-dessous :

- **La segmentation/binéarisation** : cette étape consiste à séparer numériquement la phase α de la phase β. D'abord le bruit est réduit à l'aide d'un filtre médian, puis l'image est seuillée. Le choix du niveau de seuil a été fait visuellement. Le contraste étant très marqué, les résultats y sont peu sensibles.

- **L'alignement** : L'alignement de deux images successives a été réalisé en recherchant la transformation de la seconde image qui permet d'aligner des points d'ancrage dans les deux images. La matrice de transformation comprend des rotations (dans et hors du plan de l'image) et des translations. Les points d'ancrage ont été sélectionnés en utilisant le module TrakEM2 du logiciel ImageJ.

Les points d'ancrage utilisés correspondent au centre des empreintes de dureté. Lorsque l'échantillon est ré-indenté (toutes les cinq coupes), une image est acquise avant et après ré-indentation. Ces deux images de transition correspondent donc à la même microstructure, avec des positions d'indentations différentes. Elles sont réalignées en plaçant les points d'ancrage directement sur la microstructure.

- **Introduction des données EBSD** : Nous avons introduit manuellement les informations cristallographiques dans chaque image binaire où une cartographie EBSD a été acquise comme illustré Figure 2-10. Les images intermédiaires (où aucune information cristallographique n'était disponible) ont été obtenues en extrapolant linéairement les informations cristallographiques des cartes disponibles. Pour cela un programme dédié a été développé.

- **Reconstruction** : Il s'agit de reconstruire l'information cristallographique entre chaque coupe 2D de sorte à obtenir une pile d'images avec des voxels cubiques (de 0,8×0,8×0,8 µm^3). L'espacement inter-coupe est fixe et égal à 2 µm, l'erreur de mesure entre deux coupes étant faible (déterminé à ± 0,3 µm). Pour cela, la pile d'images a d'abord été décomposée par segmentation variant par variant cristallographique. Ensuite pour chaque décomposition, l'information manquante a été reconstruite par interpolation linéaire. Finalement, les différentes décompositions sont ensuite fusionnées pour former un seul volume final contenant tous les variants. Un filtre gaussien est ensuite appliqué sur le volume final pour lisser les contours. Un programme dédié a été développé par Benoît Appolaire.

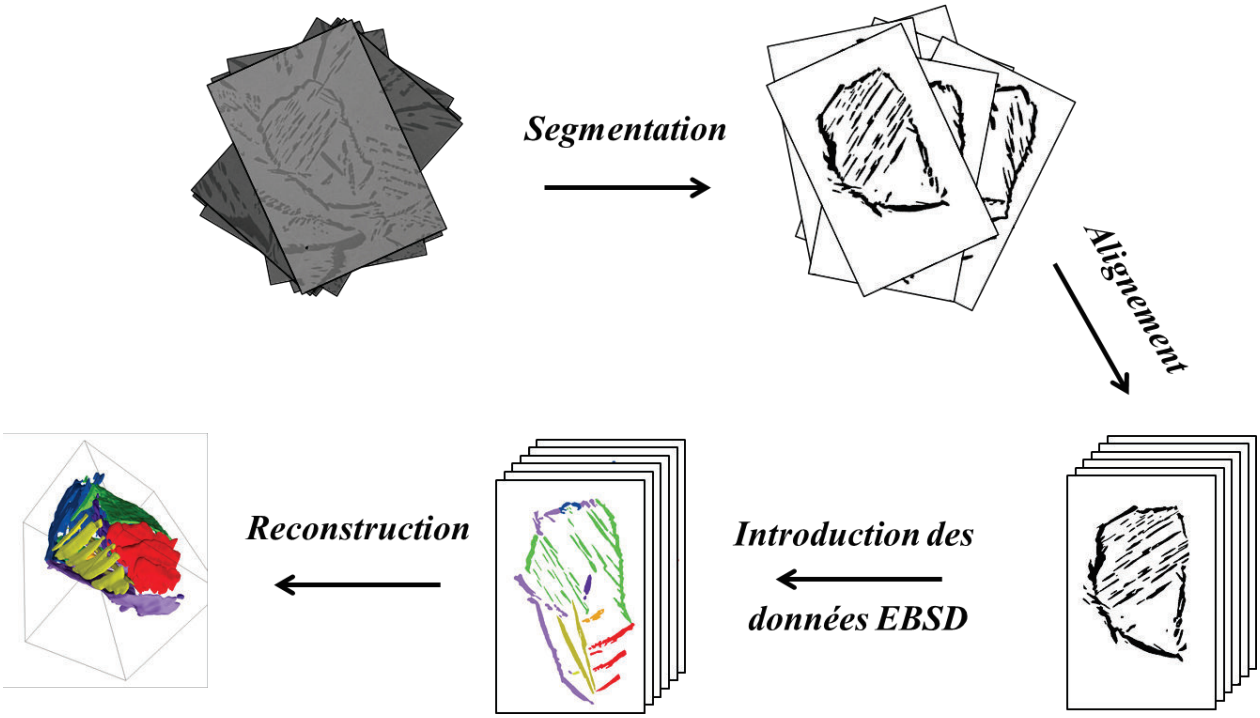

Figure 2-14 : Protocole expérimental permettant la transformation d'une pile d'images brute BSE en microstructure 3D intégrant les différents variants

2.4.3. Caractérisation des joints de grains β/β

Pour caractériser un JDG β/β à partir de données EBSD, il faut d'abord obtenir ses coordonnées (x, y et z). Or, dans les alliages de titane, les JDGs β/β ont été « décorés » suite à la précipitation de la phase α_{GB}. Nous faisons donc l'approximation que le JDG β/β est situé au centre du liseré α_{GB}. Pour obtenir cette information automatiquement, nous utilisons la méthode de reconstruction qui est illustrée en Figure 2-15. Soulignons que cette méthode est applicable aussi bien pour les cartes 2D que pour les mesures 3D. Dans la suite, en parlant de pixels, nous sous-entendons également voxels lorsqu'il s'agit de piles d'images.

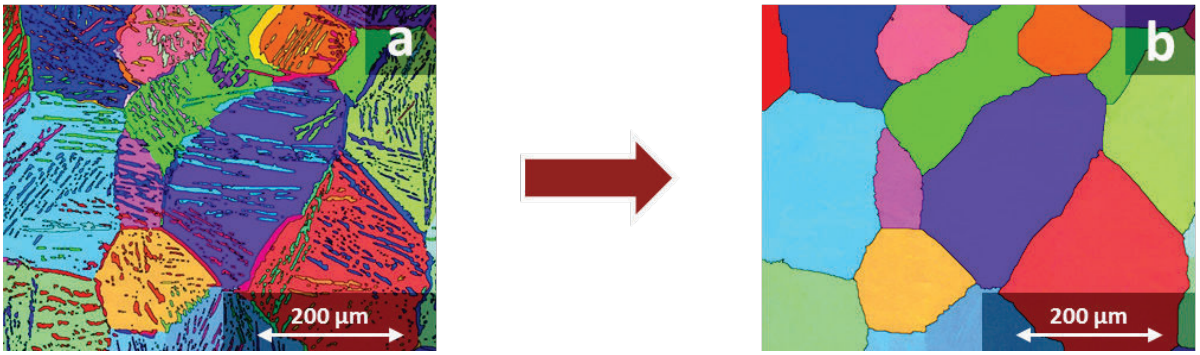

Figure 2-15 : Reconstruction d'une cartographie β (b) à partir d'une cartographie $\alpha + \beta$(a)

Dans une première étape, tous les pixels α sont supprimés. Ensuite, les pixels β sont dilatés itérativement en connexité 4 en 2D (6 en 3D) jusqu'à remplacer l'ensemble des pixels α

précédents. Sur cette nouvelle carte β/β, un grain β est détecté en regroupant les pixels adjacents dont l'angle de désorientation θ est inférieur à 3°. Les JDGs β/β sont identifiés dans un second temps comme étant des couples de pixels adjacents appartenant à deux grains distincts.

Une fois localisé, le joint de grains peut être caractérisé. Dans le cas général, un JDG β/β est caractérisé par cinq paramètres cristallographiques (Figure 2-16)(Randle, 1992).
Deux angles caractérisent la position du plan de JDG dans le repère d'un des deux cristaux, l'angle α décrit sa trace dans le plan de coupe et l'angle β décrit son inclinaison dans le plan perpendiculaire au plan de coupe. Les trois angles restant décrivent les rotations successives d'angles φ_1, Φ et φ_2 caractérisant la désorientation θ.

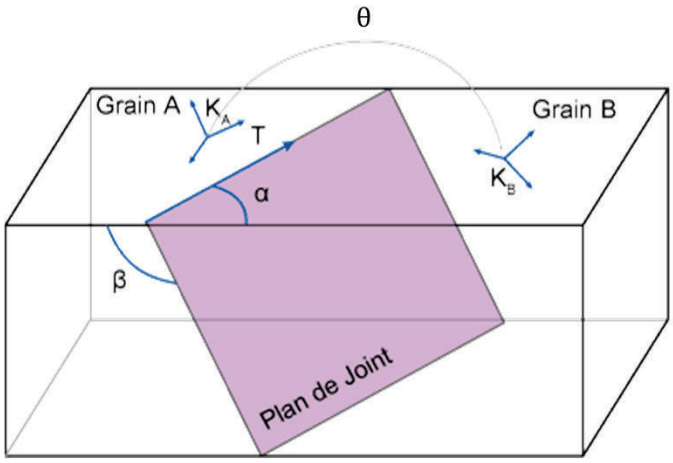

Figure 2-16 : Schéma d'un Joint de Grains et des cinq paramètres cristallographiques permettant de le caractériser

Les mesures 3D ont permis de mesurer l'inclinaison du joint de grains. Pour chaque JDG, nous avons tout d'abord approximé la géométrie par un plan dont l'équation a été obtenue par une régression des moindres carrés à partir des coordonnées des points appartenant au plan sur plusieurs coupes successives. Un exemple de régression est présenté sur la Figure 2-17.

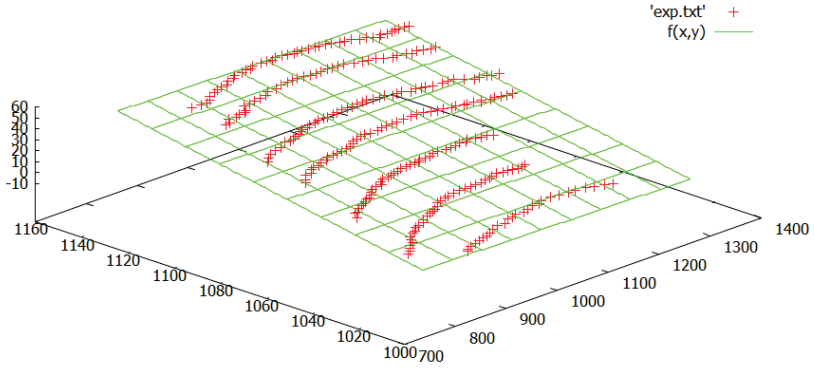

Figure 2-17 : Visualisation d'un plan de JDG β/β (à partir de sept coupes sériées) : les points rouges représentent les coordonnées des pixels obtenus sous Plotdigitizer ®. La grille verte indique la position du plan de moindres carrés calculé sous Gnuplot ®

2.5. Caractérisation de la précipitation

Dans un premier temps, la précipitation de la phase α a été étudiée manuellement. Une telle exploitation étant longue et répétitive, il nous a rapidement semblé essentiel d'automatiser ces mesures. L'automatisation comporte trois avantages :

- La rapidité : les données sont acquises en quelques minutes contre plusieurs heures manuellement.

- La répétabilité : la même mesure faite sur les mêmes données donne le même résultat.

- Le paramétrage de l'analyse : il est possible de comparer l'analyse d'un même jeu de données en faisant varier les paramètres de l'analyse comme par exemple la détection des grains ou la tolérance utilisée pour définir si un grain respecte ou non la Relation d'Orientation de Burgers (ROB).

Pour l'exploitation de mesures 2D, la méthode a fait l'objet d'un développement logiciel. Dans les chapitres suivants, nous y ferons référence par l'acronyme «AMAP » pour Automated Mesure of Alpha Precipitates.

L'exploitation des données 3D a été faite manuellement, le nombre de données acquises ne justifiant pas d'élaborer un logiciel dédié.

2.5.1. Caractérisation des joints de grains β/β

Comme décrit à la section 2.4.3, un JDG est caractérisé par 5 paramètres dont quatre sont accessibles par des mesures 2D (l'angle α et la désorientation). La trace du plan (α) n'apportant pas d'information pertinente supplémentaire pour l'étude de la sélection de variants, nous avons limité les études 2D à l'analyse de la désorientation.
En pratique, la caractérisation des paramètres de JDG réels est plus complexe car l'orientation cristallographique peut varier dans les grains en particulier lorsque le matériau a été déformé (Chaussy, 1996; Laude, 1997)

Les variations locales d'orientations ont été prises en compte en réalisant trois mesures par caractéristique : une moyenne et les deux extrêmes. Ainsi pour chaque paire de grains adjacents, nous mesurons les désorientations θ moyennes, d'angle minimal et d'angle maximal.

Nous mesurons également la longueur de JDG afin de pouvoir exprimer les résultats en fraction linéique.

2.5.2. Caractérisation de la précipitation α_{GB}

D'après la littérature, l'orientation des précipités α_{GB} respecte la ROB avec un des deux grains β adjacents. Connaissant l'orientation du grain β parent, la ROB permet de calculer

l'orientation théorique héritée des variants α. Pour cela on exprime la ROB par une rotation $\boldsymbol{\Delta_g}$ qui permet de passer d'un repère cristallin de la maille β cubique à un repère cristallin de maille hexagonale d'un variant α en ROB. Les orientations théoriques $\{\boldsymbol{g^{th}_{\alpha,i}}\}$ de l'ensemble des variants α héritées de l'orientation β mesurée $\boldsymbol{g^{exp}_{\beta}}$ s'écrivent sous la forme :

$$\left\{g^{th}_{\alpha,i}\right\} = \{\Delta_g . C_i . g^{exp}_{\beta}\} \tag{2-2}$$

Les 24 orientations $\{\boldsymbol{g^{th}_{\alpha,i}}\}$ se répartissant en deux groupes équivalents de 12 orientations différentes. Il est commode d'organiser les éléments $\boldsymbol{C_i}$ tel que :

$$H_j . \Delta_g . C_i = H_k . \Delta_g . C_{i+12} \tag{2-3}$$

Où $\boldsymbol{C_i}$ permet d'obtenir directement l'orientation des 12 variants α $\{\boldsymbol{g^{th}_{\alpha,i}}\}$, en faisant varier **i** de 1 à 12.

Expérimentalement, la ROB n'est jamais strictement respectée. L'écart à la ROB d'une orientation α mesurée expérimentalement $\boldsymbol{g^{exp}_{\alpha}}$ s'obtient en recherchant l'angle de rotation Ω minimum de l'ensemble des matrices $\boldsymbol{\varepsilon_{ijk}}$ tel que :

$$\varepsilon_{ijk} = H_j^{-1} . g_{\alpha}^{\exp -1} . g^{th}_{\alpha,i} . H_k \text{ et } \Omega = min\left(arccos\left(\frac{trace(\varepsilon_{ijk})-1}{2}\right)\right)_{ijk} \tag{2-4}$$

Avec la méthode de reconstruction présentée section 2.4.2.3, les précipités α_{GB} sont localisés aux mêmes coordonnées (x, y) que les JDGs β/β où ils se sont formés. Ainsi, le JDG correspondant est déjà caractérisé. Nous mesurons ainsi trois informations supplémentaires:

- L'orientation du précipité α_{GB}.
- Le numéro de variant correspondant (indice **i** de l'élément $\boldsymbol{C_i}$).
- Les écarts à la ROB avec chaque grain β adjacent (Ω_1 et Ω_2, tel que $\Omega_1 < \Omega_2$).

L'occurrence des critères SV1 (Furuhara et al., 1996) et SV2 (Shi et al., 2014) (décrits § 1.2.2.5.2) peut être estimée de manière systématique. Le critère SV3 (Furuhara et al., 1996) n'a été étudié que sur les mesures 3D à partir d'une dizaine de grains α_{GB}. Son occurrence a été vérifiée manuellement.

2.5.2.1. Critère SV1 : mise en commun des plans denses

Ce critère postule qu'un grain α_{GB} précipitant sur un JDG β_1/β_2 mettant en commun un plan dense $\{110\}_{\beta}$ aligne son plan dense avec ce duo de plans β, tel que :

$$\{011\}_{\beta 1} \,//\, [0001]_{\alpha} \sim // \{011\}_{\beta 2} \tag{2-5}$$

Afin de mesurer l'occurrence du critère SV1, nous calculons pour chaque grain α_{GB} détecté sur un JDG β_1/β_2 :

- L'angle ω : angle minimal entre les normales aux plans $\{110\}_{\beta 1}$ et $\{110\}_{\beta 2}$.

- L'angle δ : angle entre la normale au plan $\{0001\}_{\alpha}$ et la normale au plan $\{110\}_{\beta 1,\beta 2}$ non en ROB du duo de plan $\{110\}_{\beta 1} \sim // \{110\}_{\beta 2}$.

Le critère SV1 est ainsi respecté lorsque :

$$(\delta - \omega)^2 \approx 0° \tag{2-7}$$

Comme pour la caractérisation des JDGs, nous avons mesuré ces grandeurs en trois points par grain α_{GB} : une moyenne et deux extrêmes.

2.5.2.2. Critère SV2 : déviation à la ROB avec le grain β opposé

Shi (Shi et al., 2014) affirme que le grain α_{GB} choisit son orientation de telle manière à minimiser la déviation à la ROB avec le grain non en ROB. Similairement à SV1, nous calculons pour chaque grain α_{GB} détecté sur un JDG β_1/β_2, où α_{GB} est en ROB avec β_1 :

- L'angle Ω^{min} : L'angle de déviation à la ROB minimum entre chacun des 12 variants théoriques $\boldsymbol{g}_{\boldsymbol{\alpha,i}}^{\boldsymbol{th}}$ et $\boldsymbol{g}_{\boldsymbol{\beta_2}}^{\boldsymbol{exp}}$.

Le critère SV2 est ainsi respecté lorsque :

$$\left(\Omega^{min} - \Omega_2\right)^2 \approx 0° \tag{2-8}$$

2.5.3. Caractérisation de la morphologie $\boldsymbol{\alpha_{WGB}}$

L'analyse des colonies α_{WGB} est moins triviale que celle des liserés α_{GB}. Leur morphologie complexe, qui présente des concavités (Sharma, 2008; Sharma et al., 2010), complique la recherche de leur précurseur α_{GB}. Il est ainsi fréquent d'observer sur une coupe métallurgique une colonie α_{WGB} non reliée à son précurseur ou dont le précurseur n'est pas visible. Nous avons donc ajouté des hypothèses suivantes au code AMAP (vérifiées § 3.1.2) :

- Les informations α situées à plus de trois pixels du JDG β/β sont considérées comme appartenant à la morphologie α_{WGB}.

- Une colonie α_{WGB} provient obligatoirement d'un précurseur α_{GB}. Elle ne se forme jamais directement à partir du JDG β/β.

- Une colonie α_{WGB} hérite de l'orientation cristallographique de son précurseur α_{GB}.

Les colonies α_{WGB} sont identifiées de deux manières différentes :

- **Une analyse par grain $\boldsymbol{\beta}$**, où la phase α est considérée en terme de variants (tous les grains α correspondant au même variant sont considérés comme une seule entité). Pour chaque orientation $\boldsymbol{g_{\alpha}^{exp}}$ correspondant à une des douze orientations théoriques $\boldsymbol{g_{\alpha,i}^{th}}$, le code calcule :
  - La longueur du liseré α_{GB} (ou longueur cumulée lorsque plusieurs grains possèdent la même orientation)
  - La longueur du liseré α_{GB} suivant le critère SV1
  - La surface de colonie correspondant à chaque liseré α_{GB}

Pour éviter les doubles comptages, les liserés α_{GB} non en ROB avec le grain β considéré ne sont pas pris en compte, ceux-ci sont comptabilisés dans le grain β voisin, avec qui ils respectent la ROB.

- **Une analyse par grain $\boldsymbol{\alpha_{GB}}$**, donnant l'information sur :
  - La longueur du liseré α_{GB}
  - Le respect des critères SV1 et SV2
  - Le nombre de colonies α_{WGB} émises (aucune, dans un grain β ou dans les deux grains β)

2.5.4. Validation du code AMAP

Les premières mesures effectuées dans ce travail de thèse avaient pour objectif d'étudier le critère SV1. Ce travail préliminaire s'est focalisé sur la morphologie aux JDGs α_{GB}, pour les états transformés en condition isotherme et sans pré-déformation. En pratique, cela consiste à mesurer le volume de liserés α_{GB} respectant ce critère SV1 dans un volume représentatif de la microstructure. L'épaisseur des liserés α_{GB} visible sur une coupe 2D est relativement constante, la longueur de liséré est donc un estimateur pertinent de la fraction volumique. Nous avons ainsi mesuré manuellement pour chaque JDG β/β sa désorientation θ, sa longueur, le nombre et la longueur de variants α_{GB} le décorant et l'occurrence du critère SV1. La morphologie α_{WGB} n'a pas été considérée, isoler chacune des colonies de chaque grain β pour en déterminer son précurseur et sa fraction surfacique aurait décuplé le temps d'analyse.

La Figure 2-18 compare ces résultats statistiques obtenus par des analyses manuelles d'une part, et par la méthode AMAP d'autre part pour six états transformés en condition isotherme sans déformation préalable.

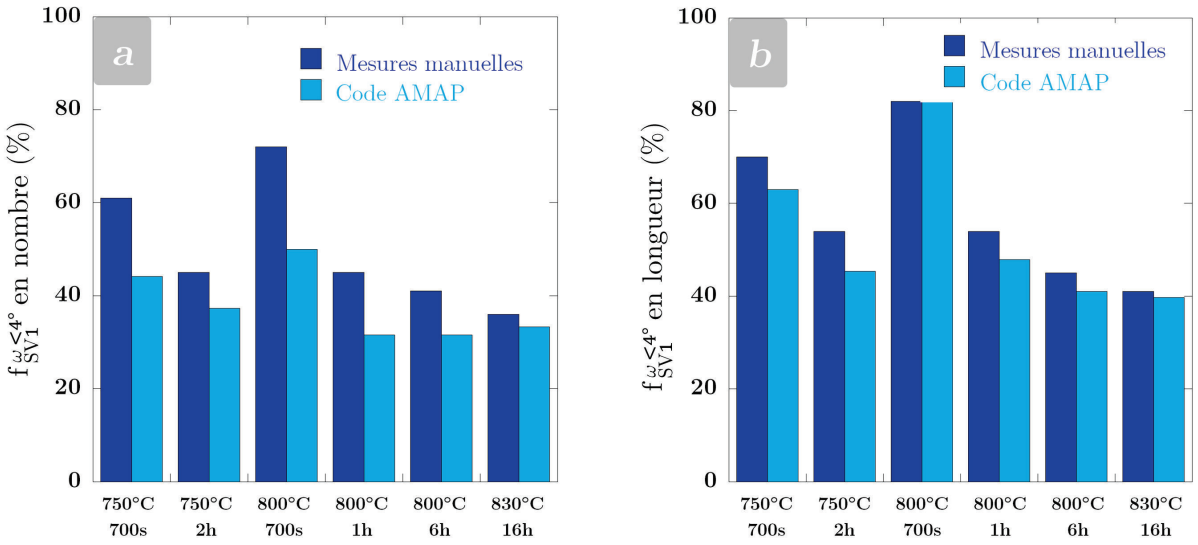

Figure 2-18 : Comparaison de résultats obtenus manuellement et par le code AMAP sur l'occurrence d'α_{GB} suivant le critère SV1 en nombre de variants α_{GB} ; b) en longueur de variants α_{GB}

Ces deux histogrammes représentent la fraction de variants α_{GB} suivant le critère SV1, en nombre et en longueur, pour tous les états non déformés. Plus de cent JDGs β/β ont été analysés pour chaque état, mais seulement ceux dont l'angle ω est inférieur à 4° ont été pris en compte. Nous n'allons pas décrire physiquement les résultats, mais montrer les différences entre les deux méthodes.

La Figure 2-18, indique la proportion de variants α_{GB} respectant le critère SV1 pour chaque traitement thermique. Les données sont représentées en fraction du nombre sur la figure 2-18a et en fraction linéique sur la figure 2-18b, Les deux méthodes donnent des tendances très semblables. Des disparités de l'ordre de 10% entre les mesures manuelles et celles du code sont visibles sur les fractions en nombre avec une exception pour l'état 800°C – 700s où la différence entre les deux méthodes est de 20%. La mesure manuelle donne toujours une valeur supérieure à celle automatique. L'écart est de l'ordre de 5% pour les fractions linéiques (Figure 2-18b).

La Figure 2-19 illustre une configuration microstructurale où les deux mesures donnent un résultat légèrement différent.

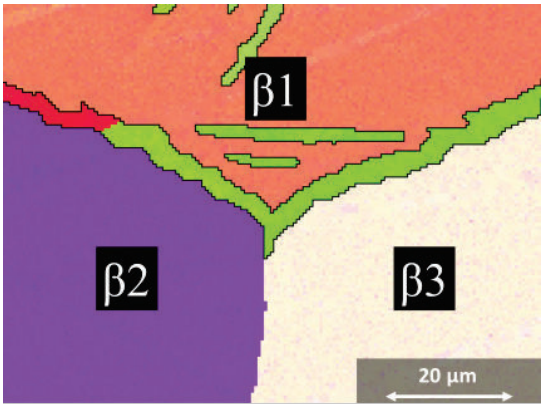

Figure 2-19 : Exemple de différence de détection de variants α_{GB} entre les mesures manuelles et celles du code AMAP

Cette carte EBSD est constituée de trois grains β voisins et d'un grain α_{GB} ayant germé au joint triple. Ce liseré α_{GB} a décoré les JDGs $\beta_1\beta_2$ et $\beta_1\beta_3$ et a légèrement mouillé le JDG $\beta_2\beta_3$. Avec la méthode automatique, les quelques microns occupés par ce précipité au JDG $\beta_2\beta_3$ ont été décomptés alors que manuellement ils ont été raisonnablement ignorés. De nombreux exemples semblables sont repérables sur toutes les cartes EBSD, menant à des disparités en terme de nombre assez important. Néanmoins, ces grains α_{GB} correspondent à des grains de très faible longueur, l'analyse en longueur n'y est pas sensible.

Les résultats montrés dans la suite de la thèse sont tirés de données provenant du code AMAP. La SV aux JDGs ne sera caractérisée qu'en termes de longueur de variant α_{GB}, paramètre le plus représentatif du volume de liseré α_{GB}.

Chapitre III :

3. Influence de la température de transformation sur la microtexture α

3.1. Etude microstructurale

3.1.1. Séquence de précipitation

Les microstructures ont été caractérisées par EBSD après transformation en condition isotherme suivie de trempe à l'ambiante (Figure 3-1). Comme attendu, dans la gamme de température 830°C – 750°C, la phase α a précipité uniquement de manière hétérogène aux joints de grains β/β (JDG), formant d'abord des liserés continus le long des JDGs (morphologie α_{GB}), puis des colonies de plaquettes vers l'intérieur des grains β (morphologie de type Widmanstätten α_{WGB}). Dans chaque colonie, les plaquettes sont parallèles entre elles, elles ont la même orientation cristallographique et elles sont séparées par des couches de matrice β non transformée. Plus la température de transformation est basse, plus la fraction volumique de phase α est élevée. Par ailleurs, les lamelles α_{WGB} et les liserés α_{GB} sont plus fins et la cinétique de transformation est plus rapide.

La microscopie optique a été plus efficace que l'EBSD pour caractériser le commencement de la transformation, 800°C-200s (Figure 3-2), étant donné la finesse des grains α_{GB} et leur faible quantité. Une analyse statistique a été effectuée sur une surface couvrant 25 mm² dont un exemple est présenté sur la micrographie de la Figure 3-2. Elle montre qu'à 800°C tous les grains α_{GB} sont reliés à un joint triple $\beta/\beta/\beta$ (JT).

L'observation des états partiellement transformés montre que la croissance des grains α_{GB} a été plus rapide à 750°C qu'à 800°C comme le montre la comparaison des états après transformation pendant 700 s. La précipitation plus rapide à 750°C est en accord avec une croissance de la phase α contrôlée par la diffusion, dans ce domaine de températures (Héricher, 2004).

Par ailleurs, ces observations montrent que la précipitation est fortement liée aux caractéristiques des JDGs. Par exemple pour l'état 800°C-700s, certains JDGs peuvent être vierges de précipité et d'autres complètement décorés par des grains α_{GB}. Ces derniers peuvent avoir émis deux, une ou aucune colonies selon les cas. Il est souvent admis dans la littérature que les colonies sont toujours émises à partir d'interfaces α_{GB}/β et qu'elles héritent de l'orientation de leur grain α_{GB} précurseur (Bhattacharyya et al., 2003). Pourtant les exemples où les colonies ne sont pas en contact avec un grain α_{GB} sont nombreux. Une caractérisation tridimensionnelle a permis d'éclaircir ce point qui fait l'objet de la section suivante. L'émission de deux colonies reste rare et sera discutée en § 3.3.1.

En fin de transformation à 750°C, les grains β ont été complètement remplis par les colonies α_{WGB}. A 800 et 830°C, le taux de phase α à l'équilibre est plus faible et de plus, certains grains β semblent partiellement transformés. Les colonies sont enchevêtrées, surtout à 750°C et dans une moindre mesure à 800 et 830°C. Cette observation est en accord avec plusieurs caractérisations microstructurales tridimensionnelles (Sharma et al., 2010; Vanderesse et al., 2008).

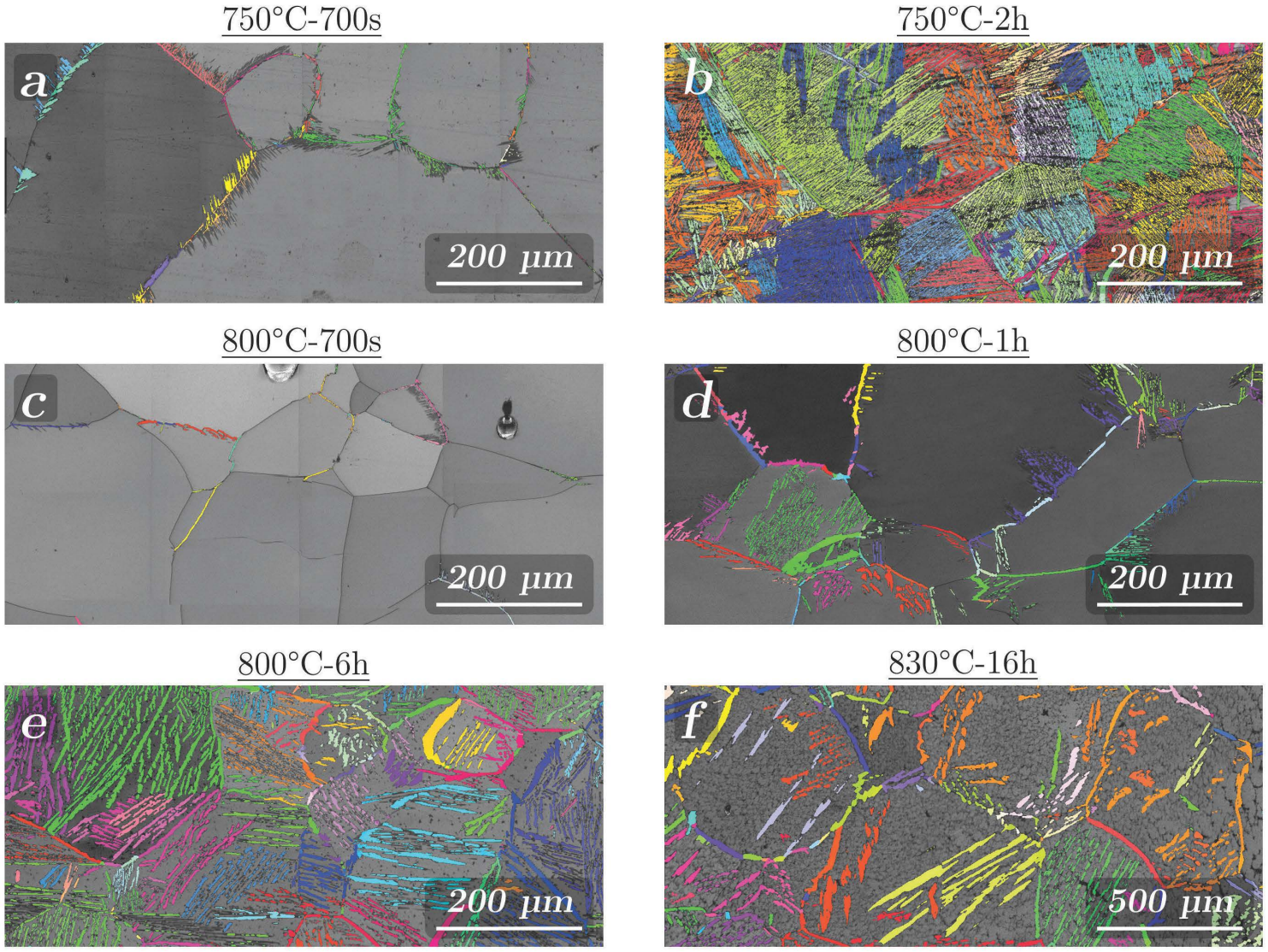

Figure 3-1 : Cartes EBSD (α : IPF/DT, β : contraste de bandes) des états:
a) 750°C–700s ; b) 750°C–2h ; c) 800°C–700s ; d) 800°C–1h ; e) 800°C–6h ; f) 830°C–16h

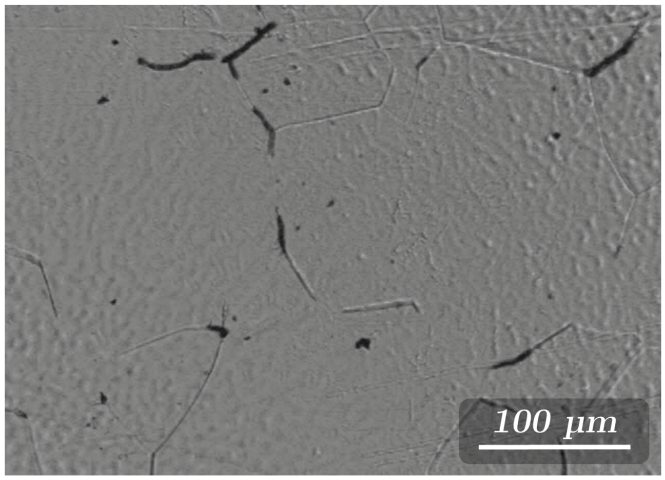

Figure 3-2 : Micrographie optique de l'état : a) 800°C–200s

3.1.2. Etude tridimensionnelle

A partir d'une analyse tridimensionnelle, nous avons établi la géométrie tridimensionnelle des morphologies α_{GB} et α_{WGB} et mis en évidence les limites liées à l'exploitation de coupes bidimensionnelles. La microstructure d'un grain β de l'état transformé 830°C-16h a été caractérisée en trois dimensions selon une méthode reposant sur la reconstruction d'un volume par coupes sériées, décrite § 2.4.2. Cet état a été retenu pour la taille caractéristique de sa microstructure (épaisseurs des grains α_{GB} et des colonies α_{WGB} supérieures à l'espacement inter-coupe de 2 µm). Un grain β de diamètre moyen de 250 µm a été reconstruit presque entièrement. Le volume analysé mesure 150×220×210 µm^3 et a été obtenu à partir de 104 coupes.

La Figure 3-3 montre le volume reconstruit. Chacun des 9 variants de phase α que contient le grain β étudié est ajouté successivement et la phase β n'est pas représentée pour plus de clarté. Différentes caractéristiques tridimensionnelles des morphologies α_{GB} et α_{WGB} sont mises en lumière :

- Les grains α_{GB} ne sont pas toujours parfaitement plans. Comme cela avait été observé dans (Dey et al., 2007), cela peut provenir du fait que certains JDGs sont courbés. Par ailleurs, la formation de la phase α peut parfois conduire à déformer (faire migrer) les JDGs selon un mécanisme dit de plissage (Aaron & Aaronson, 1971; Angelier et al., 1997), comme c'est clairement le cas pour le variant *f* (Figure 3-17a).

- Les grains α_{GB} peuvent se ramifier au cours de leur croissance le long du JDG, comme le montre l'exemple du variant *a*. De telles ramifications avaient été observées dans (Sharma et al., 2010) pour un sous-refroidissement équivalent (40°C au lieu de 50°C).

- Dans les colonies α_{WGB}, la phase α présente le plus souvent une morphologie en lamelles. Certaines de ces lamelles présentent des cavités (visibles dans les variants *b* et *d*). Celles-ci peuvent provenir de l'interaction avec la croissance d'autres colonies par soft-impingement. Par exemple, l'arrangement spatial des variants *b* et *c* laisse supposer que le variant *c* s'est d'abord formé en rejetant des éléments bétagènes à son voisinage, puis que le variant *b* a entouré la zone enrichie chimiquement pendant sa croissance.

- Dans certaines colonies α_{WGB}, la phase α présente davantage une morphologie en latte que de plaquette, comme le montre l'exemple du variant i (Figure 3-4). Les lattes présentent une direction de croissance commune.

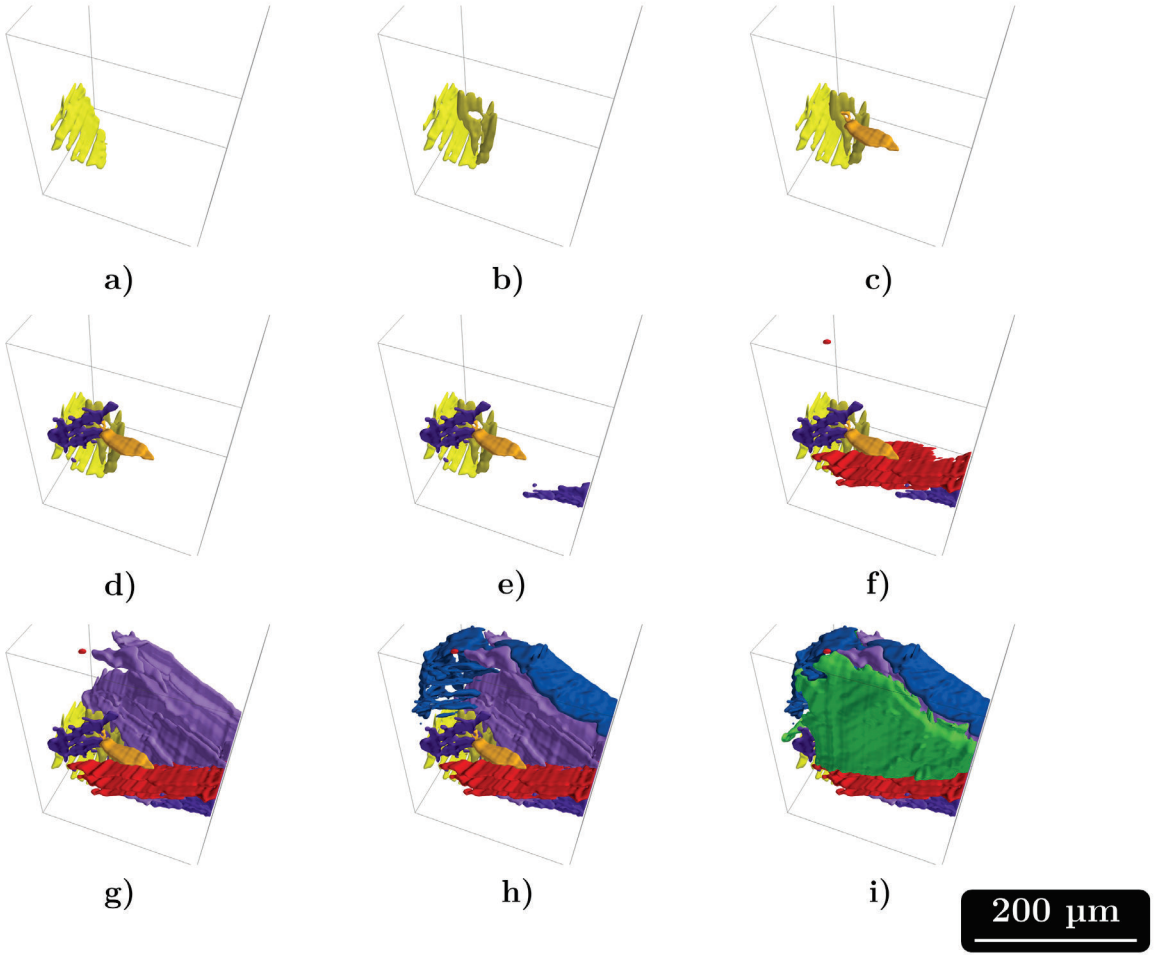

Figure 3-3 : Reconstruction tridimensionnelle de la phase α représentée selon un code de couleur IPF pour les orientations selon DT ; phase β non représentée

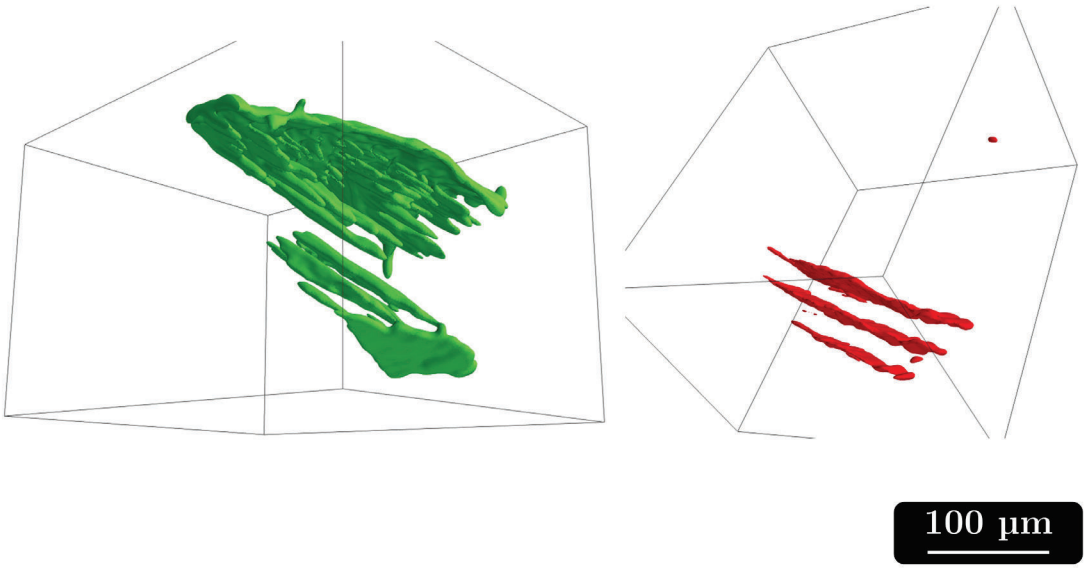

Figure 3-4 : Reconstruction tridimensionnelle des variants α i et f

La caractérisation tridimensionnelle permet également de démontrer que toutes les colonies α_{WGB} proviennent d'un grain α_{GB} précurseur dont elles héritent de l'orientation. Ce point qui est généralement admis dans la littérature ne peut pourtant pas être démontré à partir de coupes bidimensionnelles, comme l'illustre la Figure 3-5. Celle-ci montre les cartes EBSD obtenues à une profondeur de 0, 10, 20 et 30 µm. Le cadre rouge indique une lamelle de phase α au sein d'une colonie α_{WGB}. La coupe en Figure 3-5a montre que cette lamelle émane d'un grain α_{GB} précurseur de même orientation, tandis qu'elle en est disjointe sur les autres coupes. Sur la coupe en Figure 3-5d, l'espacement apparent atteint 90 µm et le grain α_{GB} a quasiment disparu, rendant la correspondance précurseur α_{GB} / lamelle α_{WGB} impossible, d'autant plus que deux grains α_{GB} ont la même orientation (les deux variants verts présents à gauche et à droite du grain β). Plusieurs exemples similaires sont visibles sur ces coupes 2D.

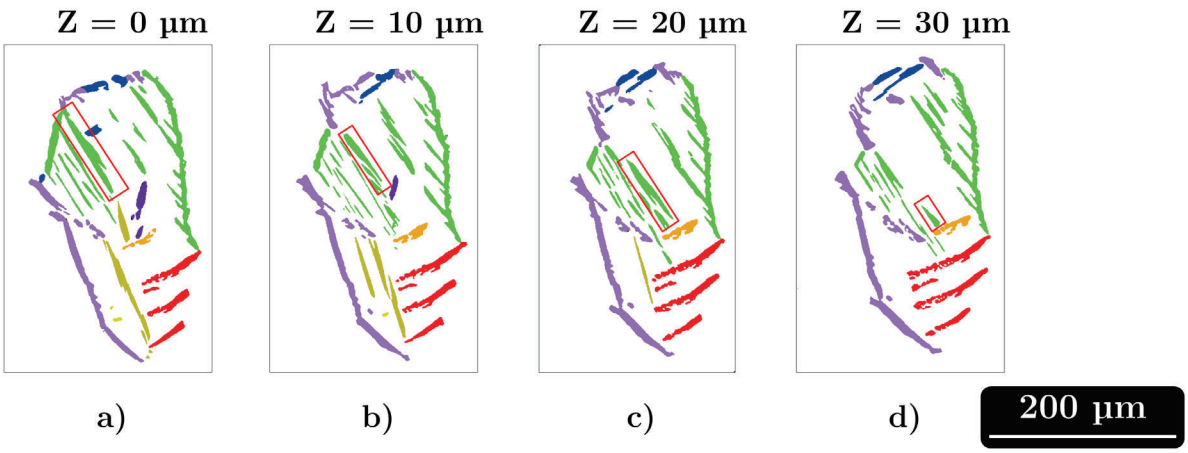

Figure 3-5 : Cartes EBSD de l'état 830°C–16h représentant le même grain β pour une profondeur du plan de coupe de : a) z = 0 µm; b) z = 10 µm ; c) z = 20 µm; d) z = 30 µm. Phase α représentée par un code de couleur IPF et phase β non représentée

Cette meilleure connaissance de la morphologie tridimensionnelle complexe de la phase α est indispensable pour interpréter correctement les mesures 2D présentées dans la suite de ce travail. Deux aspects particuliers sont considérés :

- L'identification des précurseurs α_{GB} des colonies α_{WGB} prend en compte le fait que ceux-ci ne sont pas nécessairement connectés (voir 2.5.3).

- Une coupe transverse d'un grain β n'étant pas représentative de son volume réel, une étude quantitative de la microtexture α_{GB} et α_{WGB} doit s'appuyer sur un nombre d'observations bidimensionnelles statistiquement représentatif.

3.1.3. Morphologie $\boldsymbol{\alpha_{GB}}$

La Figure 3-6a montre l'avancement de la décoration des JDGs β/β pour tous les états étudiés. La cinétique de formation des grains α_{GB} a été plus rapide à 750°C qu'à 800°C. En effet, le temps nécessaire pour décorer les JDGs à 80% était respectivement de 700 s et 1 h. En divisant une longueur approximative de JDG de 100 µm par ces durées, une vitesse de croissance de 140 nm.s^{-1} et de 28 nm.s^{-1} respectivement est estimée. Ces ordres de grandeurs sont cohérents avec de précédents travaux de modélisation sur la morphologie en plaquettes α_{WGB} (Appolaire et al., 2005; Da Costa Teixeira, 2005).

Dans chaque grain β, le nombre de grains α_{GB} et de colonies α_{WGB} sont directement liés, car chaque colonie a besoin d'un α_{GB} précurseur pour se former. Ainsi, une mesure du nombre de grains α_{GB} formés est nécessaire pour comprendre le développement de la microstructure. On définit n_{GB} comme le nombre moyen de grains α_{GB} par JDG. n_{GB} a été mesuré de manière statistique à l'aide de la méthode AMAP, présentée au § 2.5.
La Figure 3-6b montre les valeurs de n_{GB} mesurées pour chaque état. La température de transformation a eu une influence limitée sur la valeur de n_{GB} en fin de transformation, qui vaut

2,4, 1,9 et 1,8 à 750, 800 et 830°C. On peut en déduire que la force motrice influence peu le nombre de sites de germination actifs pour α_{GB} dans ce domaine de températures. Les faibles valeurs de n_{GB} (2,4 au maximum) sont cohérentes avec les observations microstructurales tridimensionnelles selon lesquelles les sites de germination se réduisent aux JTs voire aux points quadruples, soit un nombre limité de sites.

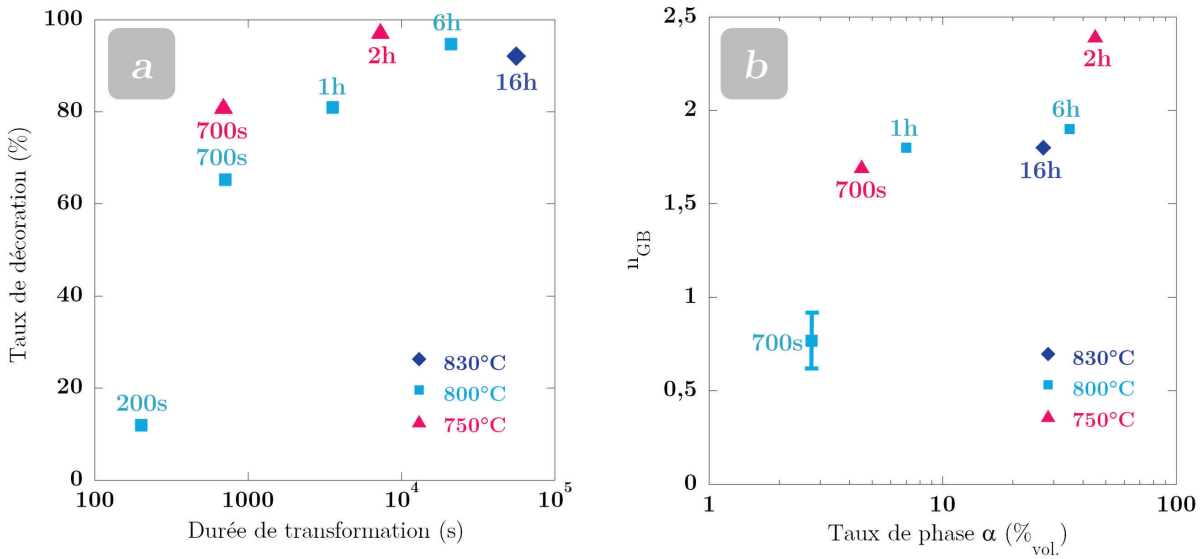

Figure 3-6: a) Taux de décoration des JDGs β/β par α_{GB} en fonction de la durée de transformation ; b) n_{GB}, le nombre de variants α_{GB} par JDG, en fonction du taux de phase α formé

Comme on l'a vu au § 3.1.1, la décoration des JDG ne s'effectue pas de manière homogène. Nous avons cherché à établir l'influence de l'énergie de JDG ($\gamma_{\beta/\beta}$) sur la vitesse de formation des grains α_{GB}. On distingue habituellement les joints de faible désorientation (θ<15°) pour lesquels $\gamma_{\beta/\beta}$ est quasi-proportionnelle à θ et les joints de forte désorientation (θ>15°) pour lesquels $\gamma_{\beta/\beta}$ atteint une valeur maximum.

En Figure 3-7 est tracé le taux de décoration des JDGs en fonction de leur angle de désorientation pour trois états à 800°C, après 700 s, 1 h et 6 h de transformation. La précipitation des grains α_{GB} est plus rapide sur les joints de forte désorientation. En fin de transformation après 6h, les joints de forte désorientation sont presque tous décorés alors que certains joints de faible désorientation ne le sont que partiellement. Pour ces derniers, le taux de décoration augmente avec l'angle de désorientation. Pour des temps de transformation intermédiaires de 700 s et 1 h, les joints de forte désorientation ne présentent pas tous le même taux de décoration. L'angle de désorientation θ n'est donc pas le seul paramètre influençant la vitesse de précipitation des grains α_{GB}.

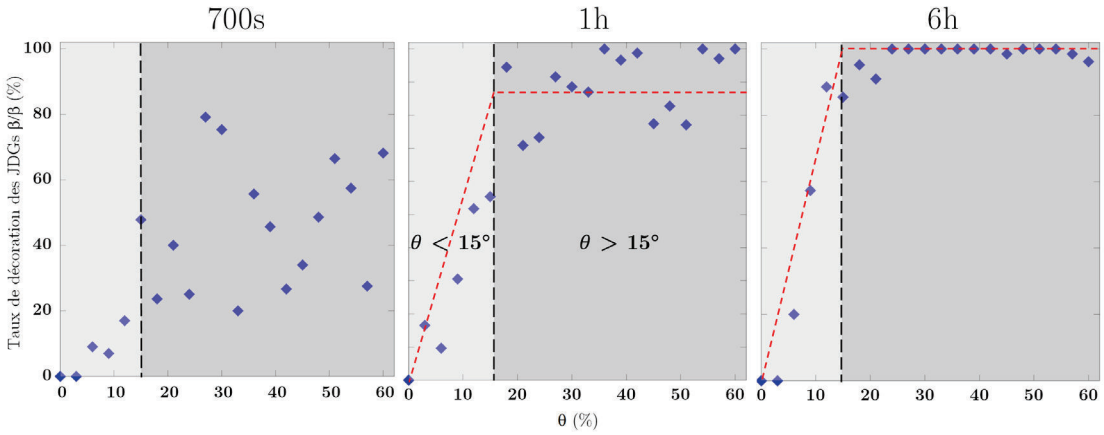

Figure 3-7 : Taux de décoration des JDGs en fonction de leur désorientation θ, états 800°C-700s, 800°C-1h, 800°C-6h. Chaque point représente la moyenne pour tous les JDGs ayant un angle de désorientation compris dans des intervalles successifs de 3° (de 0 à 3°, de 3 à 6°, etc..)

3.1.4. Relation d'orientation entre phases α et β

Comme introduit dans le chapitre 2, on désigne par Γ_1 l'interface α_{GB}/β_{ROB}, par Γ_2 l'interface α_{GB} avec le second grain β (β_{nROB}), et par Ω_1 et Ω_2 les angles d'écart à la ROB correspondants (Figure 3-8). Les interfaces α_{WGB}/β sont notées Γ_{WGB}, avec un angle associé Ω_{WGB}.

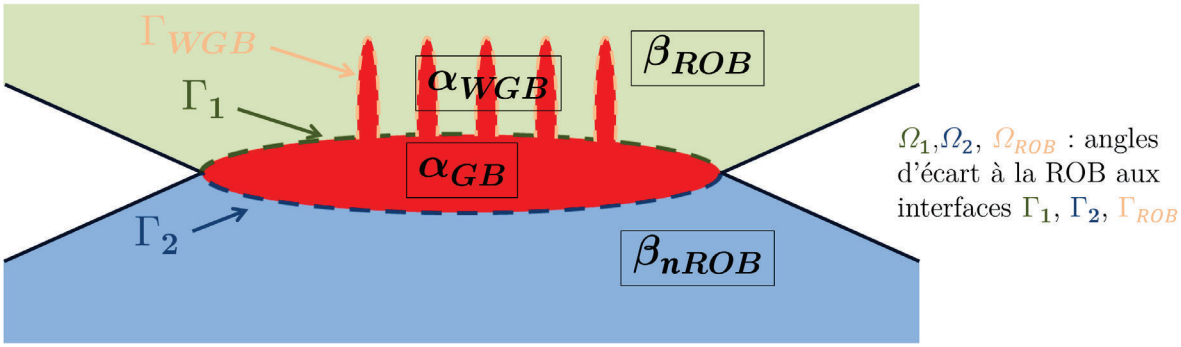

Figure 3-8 : Définition des interfaces Γ_1, $\Gamma_2$et Γ_{WGB} entre α_{GB} et le grain β adjacent en ROB (β_{ROB}) et le grain β opposé (β_{nROB}) et entre une colonie α_{WGB} et la phase β

Dans la grande majorité des cas, les grains α_{GB} sont en relation d'orientation de Burgers (ROB, § 1.2.1) avec un des deux grains β et toutes les colonies α_{WGB} sont en ROB avec leur grain β parent. Par exemple, la Figure 3-9a montre une cartographie EBSD en contraste de bandes de l'état 800°C-1h sur laquelle les interfaces α/β sont représentées par un code de couleur indiquant l'angle d'écart local à la ROB. La plupart des grains α_{GB} ont une interface en ROB avec l'un des deux grains β adjacents tandis que l'interface avec l'autre grain β présente un écart à la ROB souvent supérieur à 10°. On remarque que le long des interfaces α_{GB}/β, les angles Ω_1 et Ω_2 sont à peu près constants. Quelques grains α_{GB} présentent un angle Ω_1

supérieur à 5°. Des observations similaires de grains α_{GB} ne respectant pas la ROB avaient été montrés dans la littérature (Banerjee, Bhattacharyya, Collins, Viswanathan, & Fraser, 2004; Stanford & Bate, 2004). De tels grains α_{GB} se sont probablement formés en ROB mais avec un grain β situé en dehors du plan de coupe. Nous n'avons observé aucun grain α_{GB} respectant strictement la ROB simultanément avec les deux grains β (i.e. $\Omega_2 \sim 0°$), contrairement à ce qui avait été observé dans (Bhattacharyya et al., 2007). Les grains α_{GB} ne peuvent être simultanément en ROB avec les deux grains β que dans le cas de JDGs spéciaux (Germain et al., 2007) (voir § 1.2.2.5.3).

La Figure 3-9b montre, pour l'état 800°C-1h, la distribution des angles Ω_1, Ω_2 et Ω_{WGB}. Plus de 90% des grains α_{GB} présentent une interface Γ_1 avec un angle Ω_1 inférieur à 5° tandis que la seconde interface Γ_2 présente une distribution d'angles Ω_2 beaucoup plus étalée. 80% des angles Ω_2 sont supérieurs à 10° et Ω_2 vaut au maximum 45°. La distribution des angles Ω_{WGB} est très resserrée, avec $\Omega_{WGB} < 2°$ dans 92% des cas. Les colonies sont donc toujours parfaitement en ROB avec leur grain β parent.

La Figure 3-9 montre également la distribution théorique pour une microtexture isotrope où les phases α et β ne sont pas en ROB. L'écart entre cette courbe et la distribution d'angles Ω_2 est significatif surtout pour les petits angles : l'interface Γ_2 n'est pas quelconque. Ce phénomène a été observé par Nie (Nie et al., 1998). Nie et al confirment par des observations par MET que les interfaces Γ_2 ne sont pas totalement incohérentes, une structures de dislocations est observée à ces interfaces leur apportant un caractère semi-cohérent et menant à diminuer l'angle de déviation à la ROB, augmentant l'énergie d'interface mais abaissant l'énergie élastique du système.

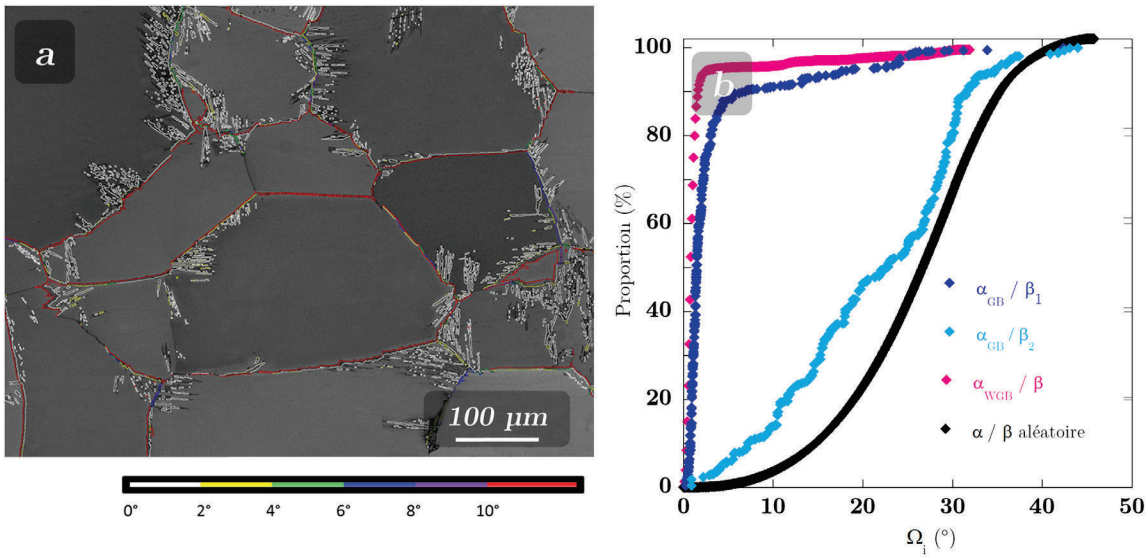

Figure 3-9 : a) Carte EBSD en contraste de bandes de l'état 800°C-1h. Ecarts à la ROB aux interfaces α/β représentés à l'aide d'un code de couleur ; b) Distribution des angles d'écart à la ROB Ω_1, Ω_2, Ω_{ROB} et aléatoire

3.2. Etude de la sélection de variants aux joints de grains

Trois critères de sélection de variants (SV) sont étudiés (§ 1.2.2.4) :

- SV1 : parallélisme entre plans $\{011\}_{\beta_{ROB}}$ // $(0001)_{\alpha_{GB}}$ ~ // $\{011\}_{\beta_{nROB}}$.
- SV2 : minimisation de l'écart à la ROB avec le grain β_{nROB} (angle Ω_2 le plus faible possible).
- SV3 : directions denses communes α_{GB} et β_{ROB} participant à la ROB contenues dans le plan de joint de grains (PJDG) : $[11\bar{2}0]_{\alpha_{GB}}$ // $< 111 >_{\beta_{ROB}}$ ~ // PJDG.

Les critères SV1 et SV2 ont été étudiés de manière statistique en exploitant les cartes EBSD de coupes bidimensionnelles, à l'aide de l'algorithme AMAP (2.5). Le critère SV3 n'a pu être étudié de manière statistique puisqu'il nécessite un recours aux techniques de caractérisation tridimensionnelle.

3.2.1. Critère SV1

Le critère SV1, introduit par Furuhara (Furuhara et al., 1996), est défini comme suit : le grain α_{GB} aligne son plan dense avec le couple de plans denses de β_{ROB} et β_{nROB} faisant l'angle le plus faible ($\{011\}_{\beta_{ROB}}$ // $[0001]_{\alpha}$ ~//$\{011\}_{\beta_{nROB}}$), comme l'illustre la Figure 3-10.

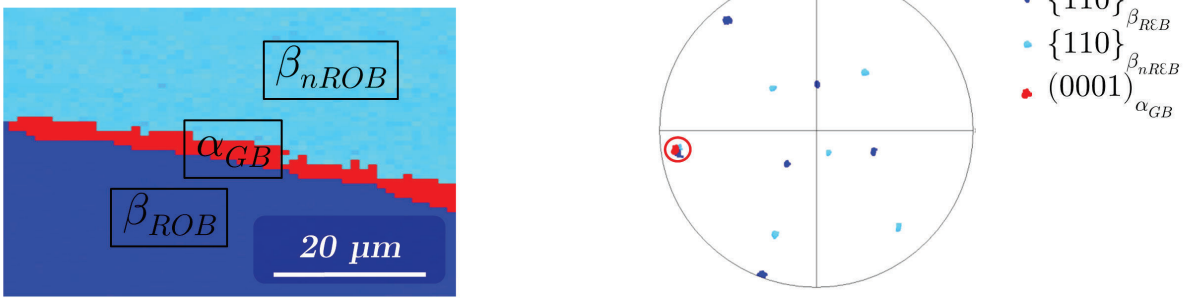

Figure 3-10 : Exemple de configuration où SV1 est respecté ($\{011\}_{\beta_{ROB}}$ // $[0001]_{\alpha}$ ~//$\{011\}_{\beta_{nROB}}$)

Une proportion élevée de grains α_{GB} a une orientation cristallographique respectant le critère SV1. Nous avons mesuré cette proportion, notée L_{SV1}, à l'aide de l'algorithme AMAP, correspondant à la fraction linéique de liserés α_{GB} respectant le critère SV1. Nous l'avons comparée à la proportion théorique lorsque chaque variant se forme de manière équiprobable. Parmi les 24 variants cristallographiques qui peuvent se former à un JDG β/β, deux dans chaque grain respectent SV1. Ces deux variants partagent un plan (0001) commun et sont désorientées de 10.5°. En absence de sélection de variants, L_{SV1} est égale à $4/24^{ème}$ soit 16.6%. La Figure 3-11a montre L_{SV1} en fonction de l'angle ω (angle minimal entre les normales aux plans $\{110\}_{\beta1}$ et $\{110\}_{\beta2}$, voir § 2.5.2.1) pour l'état 750°C-700s. Les JDGs ont été répartis en classes d'angles ω par intervalles de 4°.

L_{SV1} diminue lorsque ω augmente : pour $\omega \leq 4°$ L_{SV1} atteint 57% tandis que pour $\omega > \sim 12°$, L_{SV1} approche de la proportion équiprobable. La diminution de L_{SV1} lorsque ω augmente a été observée pour tous les états transformés, comme le montre par exemple la Figure 3-11b pour l'état 800°C-1h. Cette tendance avait été mise en évidence également dans (van Bohemen et al., 2008) pour un alliage Ti–4,5Fe–6,8Mo–1,5Al.

Par la suite, on ne mesure L_{SV1} que pour les JDGs avec un angle $\omega \leq 8°$ et on note la valeur correspondante $L_{SV1}^{\omega \leq 8°}$. Il est utile de préciser que dans nos échantillons, ces JDGs étaient en proportion d'environ 50%, si bien que la SV1 s'est produite souvent. Les JDGs β/β ne sont pas distribués spatialement de manière aléatoire, mais nous avons vérifié que les distributions d'orientation des grains β étaient similaires pour tous les échantillons, afin d'éviter tout biais liés à une texture β.

.

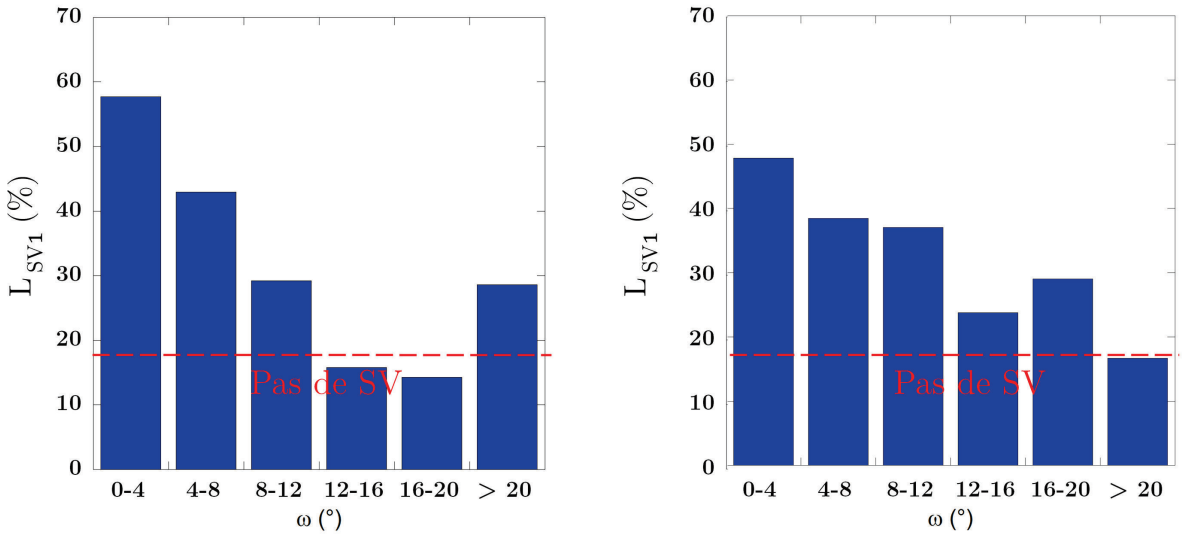

Figure 3-11 : Fréquence d'occurrence en proportion linéique du critère SV1 en fonction de l'angle ω.
Etats : a) 750°C-700s ; b) 800°C-1h

La Figure 3-12 montre pour les trois températures de traitement l'évolution de $L_{SV1}^{\omega \leq 8°}$ en fonction du taux de décoration des JDGs par α_{GB}. A 800°C, $L_{SV1}^{\omega \leq 8°}$ est très élevée dans les premiers instants puis diminue avec l'avancement de la transformation, évoluant de 78% à 700 s à 42% à 1 h et 40% en fin de transformation à 6 h. Cette tendance est la même à 750°C (51% à 700 s et 43% à 2 h). En fin de transformation, $L_{SV1}^{\omega \leq 8°}$ vaut environ 40% quelle que soit la température. Les grains α_{GB} respectant le critère SV1 ont donc une cinétique de formation plus rapide. Par ailleurs, on remarque que la température de transformation et donc la force motrice n'ont pas d'influence significative sur la sélection de variants selon ce critère.

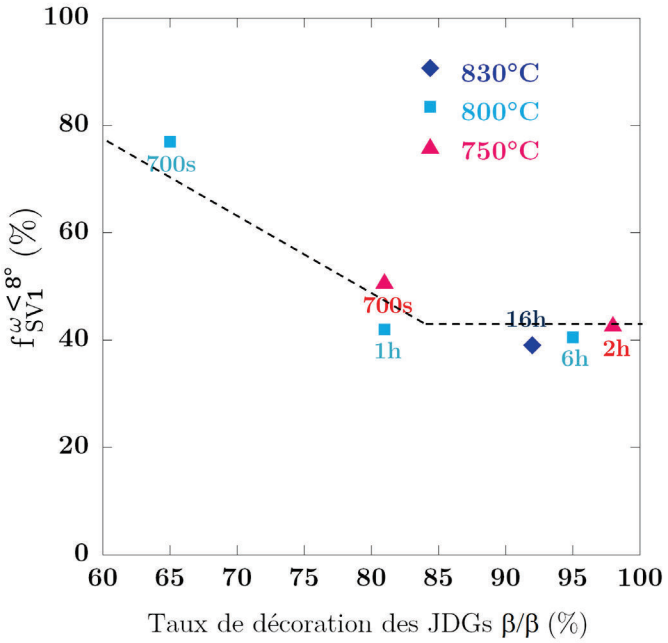

Figure 3-12 : Fréquence d'occurrence du critère SV1 en fonction du taux de décoration des JDGs β/β

3.2.2. Critère SV2

Le critère que nous notons SV2 a été introduit récemment par Shi (Shi et al., 2014). En utilisant les notations introduites sur la Figure 3-8, il peut être énoncé de la manière suivante : Le grain α_{GB} sélectionné est celui qui minimise Ω_2 (l'angle d'écart à la ROB entre α_{GB} et β_{nROB}). On note cet angle $\Omega_2^{\min}$. Ce critère ressemble au critère SV1, mais il est plus restrictif car les grains α_{GB} sélectionnés doivent respecter un alignement de plan et de directions Ainsi lorsque SV2 est respecté SV1 l'est aussi. Shi a considéré 35 grains α_{GB}, pour un alliage de titane Ti-5553 et un sous-refroidissement de 25°C. Le critère SV2 était vérifié systématiquement, lorsque $\Omega_2^{\min}$ était inférieur à un angle critique (Ω^c) de 15° (i.e. $\Omega_2^{\min} \leq \Omega^c$ $=> \Omega_2 = \Omega_2^{\min}$).

Nous avons examiné l'occurrence du critère SV2, à l'aide de l'algorithme AMAP. On note L_{SV2} la fréquence d'occurrence du critère qui est représentée en Figure 3-13, en fonction du taux de décoration des JDGs β/β. La Figure 3-13a représente l'occurrence du critère SV2 en ne considérant que les grains α_{GB} dont $\Omega_2^{\min} < 15°$, noté $L_{SV2}^{\Omega_2^{\min}<15°}$. Les résultats de Shi y sont également reportés[2]. Contrairement à Shi, on constate que $L_{SV2}^{\Omega_2^{\min}<15°}$ est inférieur à 100% et diminue lorsque la transformation de phase progresse (70% à 800°C-700s contre 44% à 800°C-6h).

[2] Le taux de décoration a été estimé entre 65% et 80% à partir des micrographies présentées dans (Shi et al., 2014)

Afin de pouvoir comparer les critères SV1 et SV2, nous avons porté en Figure 3-13b l'occurrence du critère SV2 en limitant l'analyse aux JDGs dont $\omega \leq 8°$, noté $L_{SV2}^{\omega \leq 8°}$. Les mesures de $L_{SV2}^{\omega \leq 8°}$ sont proches de celles de $L_{SV1}^{\omega \leq 8°}$ (Figure 3-12). $L_{SV2}^{\omega \leq 8°}$ est très élevée en début de transformation (80% pour 800°C – 700s, 56% pour 750°C – 700s) puis se stabilise entre 39% et 48% en fin de transformation.

Ces résultats contredisent clairement les conclusions de Shi. Pourtant, les données analysées dans ce travail sont plus nombreuses et donc plus représentatives d'un point de vue statistique, avec plus de 100 grains α_{GB} analysés par état transformé, au lieu de 30 pour un seul état dans (Shi et al., 2014). Les différences entre les deux études peuvent provenir des alliages étudiés, de la microtexture initiale voire des sous-refroidissements différents (Ti17, de 50 à 130°C au lieu de Ti-5553, 25°C dans (Shi et al., 2014)).

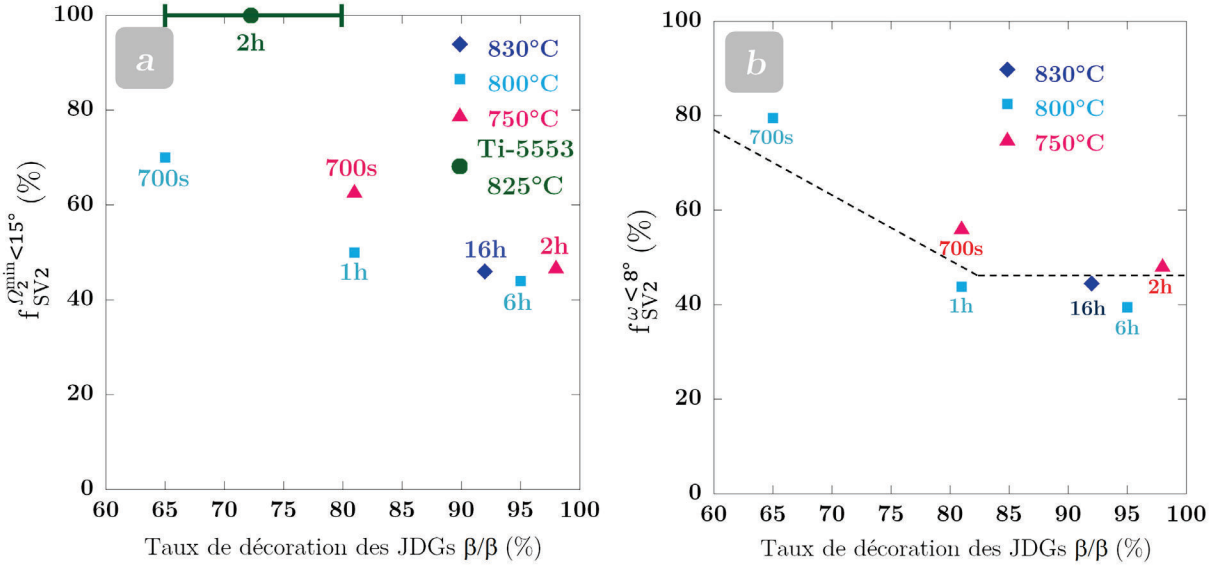

Figure 3-13 : Fréquence d'occurrence du critère SV2 en fonction du taux de décoration des JDGs β/β

On remarque que $L_{SV1}^{\omega \leq 8°} \approx L_{SV2}^{\omega \leq 8°}$. Parmi les quatre α_{GB} qui respectent SV1, deux respectent SV2. D'où en absence de sélection de variants: $f_{SV2}^{\omega \leq 8°} = f_{SV1}^{\omega \leq 8°}/2$. Si les deux fractions sont si proches, c'est parce que lorsque SV1 est vérifié, c'est en réalité SV2 qui a opéré.

3.2.3. Critère SV3

Selon le critère SV3 (Furuhara et al., 1996), le variant sélectionné est l'un de ceux pour lesquels la direction dense mise en commun par la ROB est la plus parallèle au PJDG : $[11\bar{2}0]_{\square_{GB}}$ // $< 111 >_{\square_{ROB}}$ ~ // PJDG. Pour plus de commodité, l'écart angulaire entre le PJDG et les directions denses communes est noté Φ_n. Il y a donc 3 variants sur 12 qui peuvent respecter le critère SV3, ou 6 sur 24 si on considère à priori les deux grains β adjacents. Ce critère est plus difficile à étudier puisque la détermination du PJDG nécessite une caractérisation tridimensionnelle. Deux méthodes expérimentales ont été employées. La première repose sur l'étude d'un volume obtenu à l'aide d'un FIB couplé à l'EBSD (voir § 2.4.1). La seconde utilise

les coupes sériées qui avaient été réalisées pour la reconstruction 3D (voir § 2.4.2). Ces approches excluent une étude statistique : un seul grain α_{GB} a été examiné par FIB et 11 par coupes sériées. Pour tenter néanmoins d'estimer l'évolution de l'occurrence du critère SV3 à travers la séquence de précipitation, nous avons étudié deux états correspondant à un début et à une fin de transformation : 800°C-200s par FIB-EBSD et 830°C-16h par coupes sériées.

3.2.3.1. FIB – EBSD

L'état de transformation considéré est le maintien isotherme à 800°C pendant 200 s. A ce stade de la séquence de précipitation, la phase α formée se limite à quelques grains α_{GB} localisés à proximité des joints triples β (voir § 3.1.1). Nous avons examiné l'un de ces grains α_{GB} ainsi que les grains β adjacents. La mesure des orientations effectuée avant les découpes ioniques est présentée sur la Figure 3-14a. La Figure 3-14b montre une coupe transverse du volume reconstruit et permet d'accéder à l'inclinaison du PJDG. Les figures de pôles (FP) des plans denses montrent que le grain α_{GB} est en ROB avec le grain β_1 et qu'il respecte les critères SV1 et SV2. Sur la figure de pôle $< 111 >_{\square}$, la ligne tracée en rouge représente l'ensemble des directions contenues dans le PJDG. L'angle Φ_n est inférieur à 2° : le grain α_{GB} respecte donc le critère SV3.

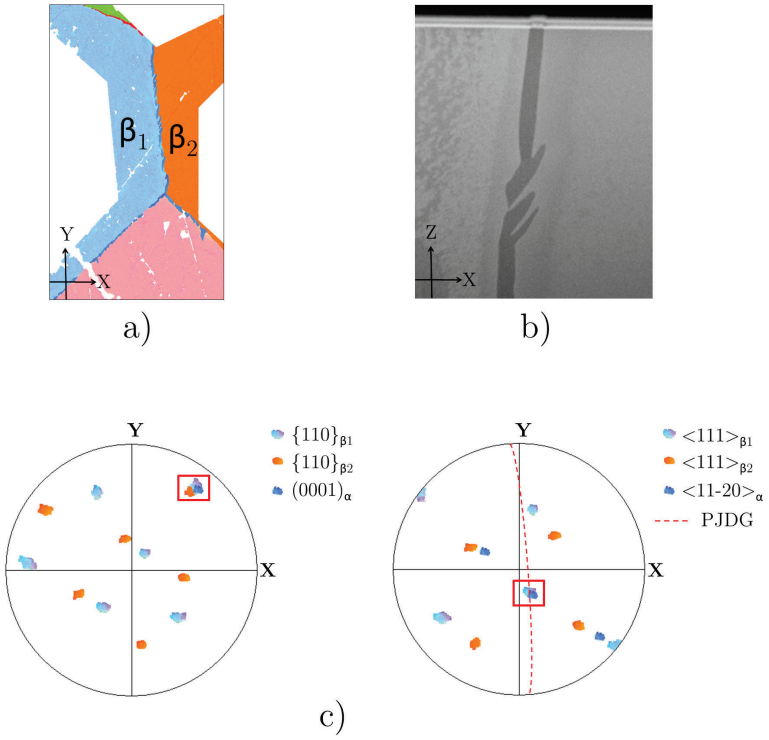

Figure 3-14 : Observation par FIB-EBSD d'un grain $\square_{GB}$, état 800°C–200s, a) carte EBSD en mode IPF de la première coupe ; b) une coupe transverse du volume reconstruit ; c) FP des plans denses de $\square_{GB}$ et $\square$; encadré rouge : mise en commun de plans $(110)_{\beta_1}$ // $(110)_{\beta_2}$ // $(0001)_{\alpha_{GB}}$; d) FP des directions denses de α et $\square$; ligne en pointillés : normales au PJDG ; encadré rouge : directions denses communes $[111]_{\beta_1}$ // $[0001]_{\alpha_{GB}}$, parallèles au PJDG

3.2.3.2. Coupes sériées

L'état de transformation considéré est le 830°C-16h. La Figure 3-15 montre la zone étudiée, dans laquelle 11 grains α_{GB} ont été examinés. La détermination du PJDG a été le plus souvent difficile car nous avons constaté, comme Dey (Dey et al., 2007), que de nombreux JDGs ne sont en réalité pas parfaitement plans. Nous n'avons donc considéré que les JDGs qui nous paraissaient suffisamment plans. De plus, nous avons déterminé le PJDG au voisinage des joints triples, là où commencent à se former les α_{GB} et donc où s'effectue la sélection de variants.

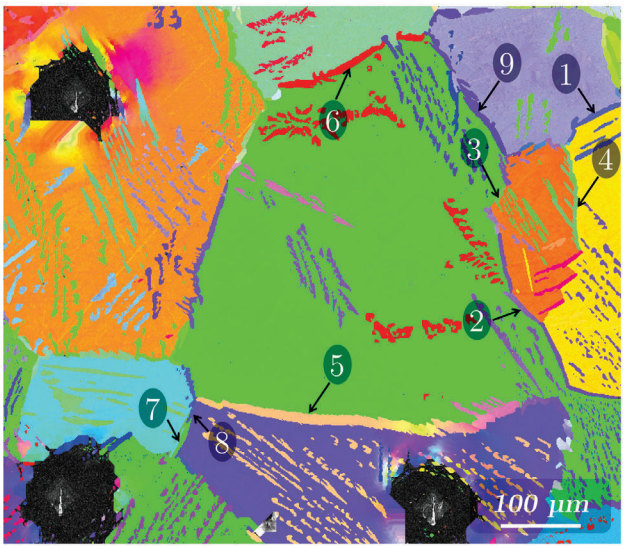

Figure 3-15 : Zone analysée pour l'étude du critère SV3. Etat 830°C-16h, carte EBSD en mode IPF. Parmi les 11 variants α_{GB} analysés, 9 sont indiqués sur cette carte, les 2 autres sont visibles sur un autre plan de coupe

La Table 3-1 montre sur un exemple les mesures qui ont été effectuées pour établir si chaque grain α_{GB} respecte ou non le critère SV3. La méthodologie est la même que dans (Furuhara et al., 1996). La normale au PJDG est spécifiée dans le repère de chacun des deux grains β_{ROB} et β_{nROB}. On définit Φ_n, n=1..8 les angles entre le PJDG et chacune des 4 directions $< 111 >_{\beta_{ROB}}$ et des 4 directions $< 111 >_{\beta_{nROB}}$. Ces 8 angles sont classés du plus petit au plus grand selon leur rang, noté n. Le critère SV3 est respecté si la direction $< 111 >_{\beta_{ROB}}$ est bien celle de rang n=1. Le grain α_{GB} considéré respecte donc le critère SV3. En revanche, il ne respecte pas le critère SV1. On voit sur cet exemple que les angles Φ_n peuvent être proches, ce qui rend leur classement parfois ambigu.

Repère	β_{ROB}			β_{nROB}
PJDG	$(\overline{0{,}66}\ ;\ \overline{0{,}74}\ ;\ 0{,}13)_{\beta_{ROB}}$			$(\overline{0{,}57}\ ;\overline{0{,}81}\ ;0{,}16)_{\beta_{nROB}}$
numéro variant	V9			/
ROB ?	$(101)_{\beta_{ROB}}//(0001)_{\alpha_{GB}}$; $[11\bar{1}]_{\beta_{ROB}}//[1\bar{1}20]$			$\Omega_2 = 20°$
SV1	non			
SV3	$< 111 >$	$\Phi_n(°)$	n	
	$[11\bar{1}]_{\beta_{ROB}}$	2	1	
	$[11\bar{1}]_{\beta_{nROB}}$	3	2	
	$[\bar{1}11]_{\beta_{ROB}}$	7	3	
	$[\bar{1}11]_{\beta_{nROB}}$	13	4	
	$[1\bar{1}1]_{\beta_{nROB}}$	28	5	
	$[111]_{\beta_{ROB}}$	28	6	
	$[1\bar{1}1]_{\beta_{ROB}}$	43	7	
	$[111]_{\beta_{nROB}}$	46	8	

Table 3-1 : Mesures effectuées pour chacun des 11 grains α_{GB} : PJDG dans les deux repères β_{ROB} et β_{nROB}, le numéro du variant α, les plans et directions participant à la ROB dans β_{ROB}, l'angle d'écart à la ROB Ω_2 avec β_{nROB}, l'occurrence du critère SV1, l'angle entre chacune des 8 directions $< 111 >_\beta$ et le PJDG (Φ_n) classé du plus petit au plus grand selon un rang noté n

La Figure 3-16 montre l'ensemble des résultats pour les 11 grains α_{GB} considérés. 66% des grains α_{GB} ont un angle Φ_n inférieur à 20° et 73% ont un coefficient n inférieur ou égal à 3. Suivant qu'on définisse le respect du critère SV3 par un coefficient n égal à 1 ou 3, on obtient une fréquence d'occurrence du critère SV3 (f_{SV3}) comprise entre 37 et 66%. En fin de transformation, f_{SV3} est donc comparable, voire supérieure à L_{SV1}.

La Figure 3-16 montre également quelle proportion de grains α_{GB} respecte le critère SV1. Trois grains sur onze respectent ce critère et leur valeur de n correspondante est égale à 1, 6 et 7. Ainsi il semble que la plupart des α_{GB} respectant le critère SV3 ne respectent pas le critère SV1 et réciproquement. Il faut cependant interpréter avec prudence ces mesures, compte tenu de leur nombre limité et non statistique.

Nos mesures sont comparées en Figure 3-16 à celles de (Furuhara et al., 1996). Dans cette autre étude, 89% des grains α_{GB} avaient un angle Φ_n inférieur à 20° et 86% avaient un coefficient n inférieur ou égal à 3. Les résultats sont donc proches. L'alliage étudié dans (Furuhara et al., 1996) était un Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al, transformé en conditions isothermes à 660°C, soit un sous-refroidissement de 90°C, au lieu de 50°C dans notre cas. Ces résultats proches suggèrent que f_{SV3} dépend peu du sous-refroidissement, comme on l'avait observé pour L_{SV1} (voir § 3.2.1).

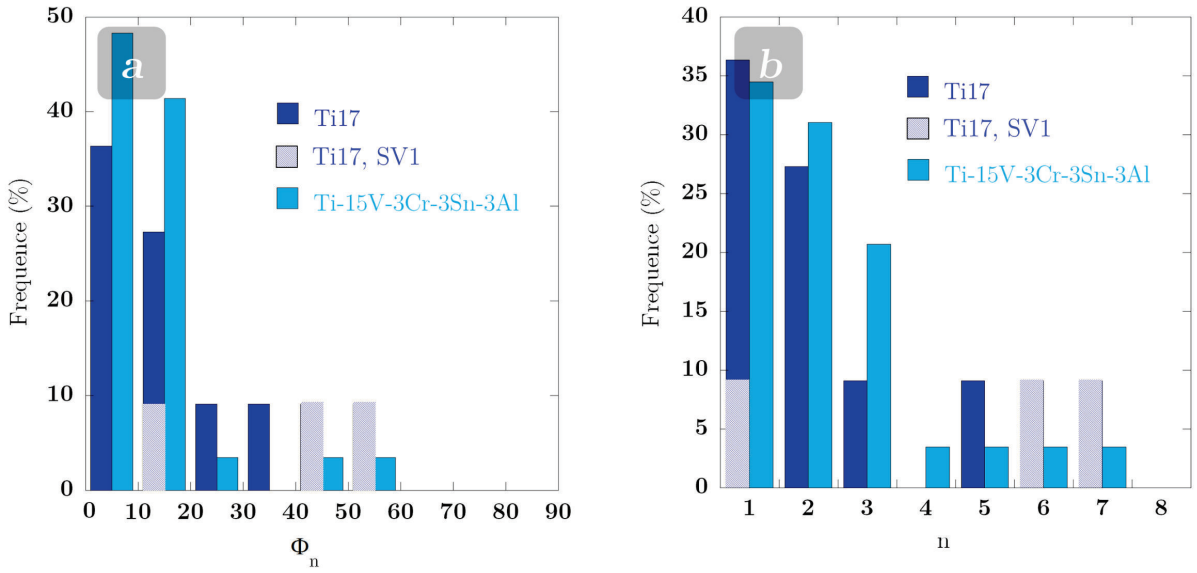

Figure 3-16 : Distribution de la fréquence de grains α_{GB} : a) en fonction de l'angle Φ_n ; b) en fonction de n. Les résultats tirés de la littérature (Furuhara et al., 1996) sont comparés à nos résultats

3.2.4. Analyse des grains α_{GB} présents sur les JDGs β/β plissés

Pour certains joints de grains β/β, la phase α ne recouvre pas l'ensemble du joint β/β et ces joints présentent une morphologie dite de JDGs plissés ou en "zig-zag" (Angelier et al., 1997; Ohmori et al., 1994; Sharma, 2008). Les JDGs plissés sont très minoritaires ; moins de 1% des JDGs observés sont plissés et sur l'ensemble de nos essais, nous n'en avons observé que sept, tous représentés en Figure 3-17.

Chaque JDG plissé est décoré partiellement par plusieurs grains α_{GB} appartenant toujours au même variant et séparés par des portions de JDG non décorées. La caractérisation tridimensionnelle a permis de visualiser un tel JDG (Figure 3-4, variant rouge). Elle montre clairement que les grains α_{GB} sont disjoints et ont donc germé séparément. L'analyse attentive des coupes sériées montre que l'un des grains s'est formé sur un point triple. Lorsque l'orientation du JDG change, les grains α_{GB} se prolongent dans une lamelle intragranulaire dont l'interface est légèrement désorientée par rapport à l'interface α_{GB}/β. Cette interface α_{WGB}/β correspond au plan d'habitat.

Le phénomène de plissage est favorisé par une température de transformation élevée et une cinétique de transformation lente. En effet, nous avons observé du plissage soit en conditions isothermes à 830°C (Figures 3-20a, 3-20b et 3-20e), soit pour une transformation en refroidissement continu à 0,02°C.s^{-1} (Figures 3-20e, 3-20d, 3-20f et 3-20g) pendant lequel la transformation s'est produite à partir de 830°C, d'après l'épaisseur des grains α_{GB}. Nous n'avons observé aucun plissage lorsque la transformation se produisait à plus basse température.

Ohmori et al (Ohmori et al., 1994) ont proposé que la morphologie en zig-zag était due à la formation de deux variants α_{GB} d'orientations différentes. Mais dans leur étude, le JDG était entièrement décoré, contrairement à nos observations. D'après Angelier et Sharma (Angelier et al., 1997; Sharma, 2008), le plissage serait dû à un mécanisme selon lequel le JDG β/β migre localement pour se conformer à la géométrie adoptée par les grains α_{GB} pendant leur croissance ("pucker mechanism" (Aaron & Aaronson, 1971; Tu & Turnbull, 1967)). Cette dernière interprétation permet d'expliquer la présence d'un seul et non de deux variants α_{GB} sur chaque JDG plissé.

L'analyse des caractéristiques cristallographiques de ces grains ne nous a pas permis de mettre en évidence de corrélation entre le plissage du JDG et sa désorientation (θ), son angle ω ou encore le fait que le grain α_{GB} vérifie ou non le critère SV1 ou SV2. Par exemple, les JDGs en Figures 3-17a, 3-17b et 3-17c ont une faible désorientation θ (<15°) et un faible angle ω (<8°) tandis que les JDGs en Figures 3-17d, 3-17e, 3-17f et 3-17g ont une forte désorientation θ (>15°). Les grains α_{GB} en Figures 3-17a, 3-17b et 3-17c respectent le critère SV1 et pas les autres.

En revanche, il existe peut-être une corrélation entre l'occurrence du plissage et deux paramètres cristallographiques : le PJDG et le plan d'habitat associé au variant α. Sachant que la trace des faces des lamelles α_{WGB} correspond à la trace de leur plan d'habitat, nous avons mesuré l'angle entre la trace du plan du joint α_{GB}/β et la trace du plan d'habitat de la lamelle α_{WGB} qui en est issue.

Sur le grain 3D, nous avons pu mesurer l'angle (noté χ) entre les normales au PJDG et au plan d'habitat du variant représenté Figure 3-4. Celui-ci vaut 17°. Nous avons également mesuré cet angle pour les autres JDGs, qui ne sont pas plissés. Les mesures sont reportées dans la Table 3-2. Le seul JDG plissé sur 12 est celui qui a la valeur de χ la plus faible.

N° grain	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	Figure 3-17b
χ (°)	25	29	72	32	35	50	43	46	52	62	52	17

Table 3-2 : Angle χ mesuré pour les 12 grains α_{GB} caractérisés en 3D (numérotation en Figure 3-15)

Bien que davantage de mesures soient nécessaires pour le confirmer, il semble que lorsque le PDJG est proche d'un plan d'habitat d'un variant α, ce variant se forme. Si le plan moyen du joint β/β diffère en moyenne du plan d'interface α_{GB}/β, il y a migration du joint β/β avec plissement de ce joint pour conserver une orientation moyenne semblable à celle du plan du joint de grains initial. Ce plissement pourrait induire la formation de nouveaux germes α_{GB} au voisinage de la zone plissée.

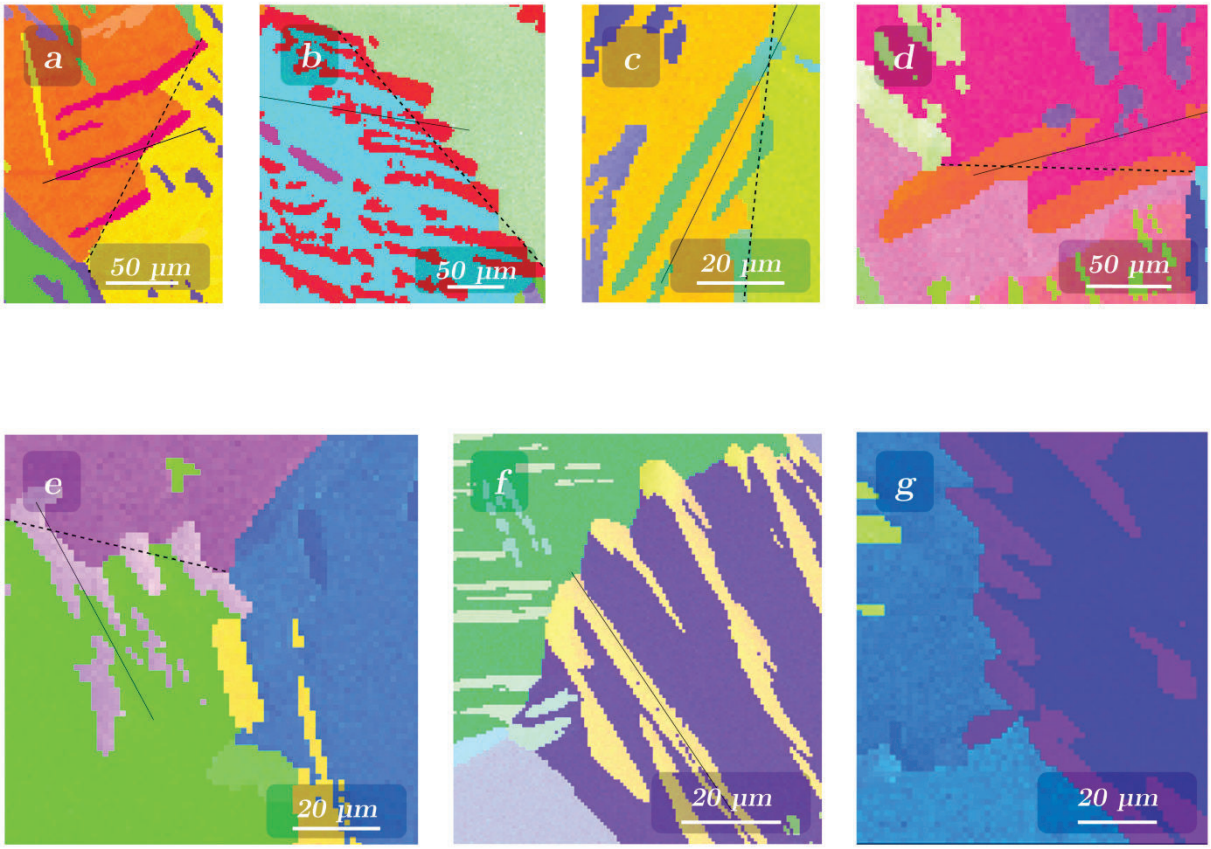

Figure 3-17 : Joints de grains β/β avec une morphologie en zig-zag, a) 830°C-16h (grain 3D) ; b, e)830°C-16h ; c, d, f, g) 0,02°C.s^{-1}. Lignes pointillées : estimation de la trace du PJDG avant plissage ; lignes continues : trace des plans d'habitat de type $\{\mathbf{11\,11\,13}\}_\beta$ attendue connaissant le variant α_{GB}

3.3. Microtexture α_{WGB}

3.3.1. Influence de l'orientation cristallographique des précurseurs α_{GB}

3.3.1.1. Interfaces α_{GB}/β

Comme on l'a observé dans l'étude qualitative (voir § 3.1.1), les grains α_{GB} n'émettent pas tous le même nombre de colonies (aucune, une ou deux colonies émises selon les cas). Nous avons montré que l'orientation cristallographique des grains α_{GB} est déterminante. Plus précisément, il faut considérer la relation d'orientation locale entre α et β au niveau des interfaces α_{GB}/β. La Figure 3-18 montre quelques exemples des cas de figure les plus fréquents.

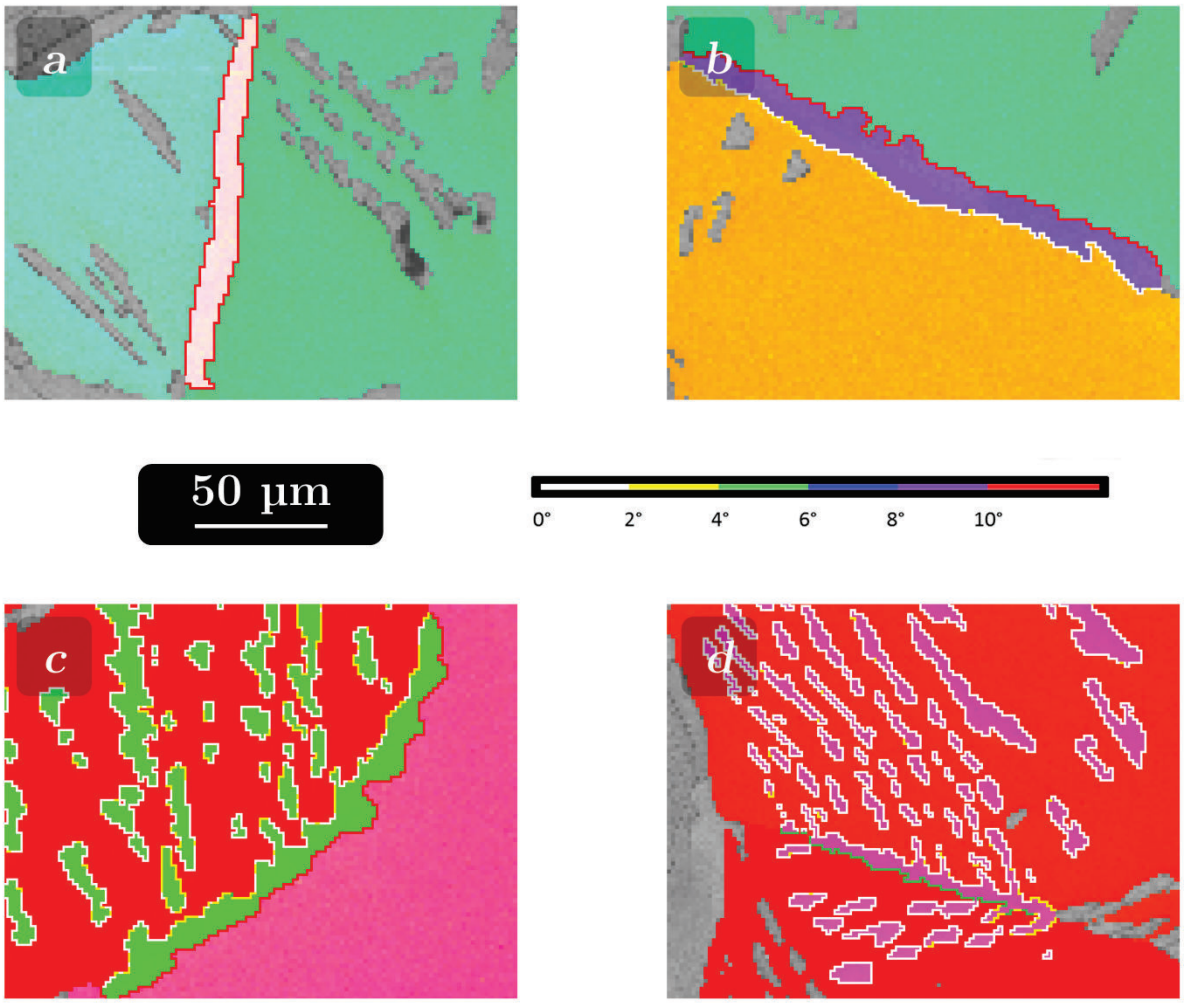

Figure 3-18 : Cartes EBSD en mode IPF (phase β, et phase α uniquement pour le variant α_{GB} considéré). Ecart à la ROB au niveau des interfaces α/β représenté selon le code de couleurs indiqué. a) aucune colonie α_{WGB} émise, Ω_1 et $\Omega_2 > 10°$; b) aucune colonie émise, $\Omega_1 < 2°$ et $\Omega_2 > 10°$; c) une colonie émise $\Omega_1 < 2°$ et $\Omega_2 > 10°$; d) deux colonies émises, $\Omega_1 < 2°$ et $4° < \Omega_2 < 6°$

(a) Aucune colonie α_{WGB} n'est émise. Pour les deux interfaces Γ_1 et Γ_2 (voir définition en section 3.1.4), l'angle d'écart à la ROB, Ω_1 et Ω_2, est supérieur à 10°.

(b) Aucune colonie α_{WGB} n'est émise. L'interface Γ_1 est en ROB, avec un angle $\Omega_2 < 2°$. L'interface Γ_2 possède un angle $\Omega_2 > 10°$.

(c) Une seule colonie α_{WGB} est émise, depuis l'interface Γ_1. Sur l'exemple, $\Omega_1 < 2°$ et $\Omega_2 > 10°$.

(d) Deux colonies α_{WGB} sont émises, chacune dans l'un des deux grains β adjacents. Sur l'exemple, $\Omega_1 = 1°$ et $\Omega_2 = 5°$. Cela implique un angle de désorientation de l'ordre de 5° entre le grain α_{GB} et la colonie α_{WGB} émise depuis l'interface Γ_2.

Sur ces exemples, les colonies α_{WGB} n'ont été émises que lorsque l'écart local à la ROB au niveau de l'interface entre α_{GB} et β est faible. Cette observation s'est confirmée sur un nombre statistique de grains α_{GB} (environ 3000), analysés à l'aide de l'algorithme AMAP. La

Colonies α_{WGB} émises	Aucune						Dans un grain β						Dans les deux grains β					
Traitement thermique	Ω_1			Ω_2			Ω_1			Ω_2			Ω_1			Ω_2		
	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy
750°C-700s	1	30	5	1	34	23	1	4	2	1	40	22	1	4	2	2	5	3
800°C-1h	1	42	12	1	43	25	1	6	2	1	44	21	1	5	2	1	6	4
830°C-16h	1	38	11	1	44	26	1	7	1	2	44	21	1	3	1	2	8	4
800°C-6h	1	34	11	1	44	22	1	6	3	2	43	19	1	4	2	1	6	4
750°C-2h	1	42	9	3	45	22	1	10	3	1	45	19	1	5	2	1	11	4

Table 3-3 synthétise les mesures d'angles Ω_1 et Ω_2, selon que les grains α_{GB} ont émis 0, 1 ou 2 colonies et selon les paramètres de traitement. D'après les valeurs moyennes, les grains α_{GB} ayant émis une seule colonie avaient une interface Γ_1 presque exactement en ROB : ($\overline{\Omega_1} \sim 1$ à 3°), tandis que l'interface Γ_2 était éloignée de la ROB, ($\overline{\Omega_2} \sim 20°$). Les grains α_{GB} ayant émis deux colonies présentent à la fois les deux interfaces Γ_1 et Γ_2 proches de la ROB ($\overline{\Omega_1} \sim 2°$, $\overline{\Omega_2} \sim 4°$). Quant aux grains α_{GB} n'ayant émis aucune colonie, leurs deux interfaces Γ_1 et Γ_2 sont éloignées de la ROB ($\overline{\Omega_1} \sim 10°$, $\overline{\Omega_2} \sim 24°$).

Au-delà d'un certain angle critique, l'écart à la ROB entre α_{GB} et β est trop élevé pour qu'une colonie α_{WGB} puisse être émise. D'après les valeurs maximales reportées dans la

Colonies α_{WGB} émises	Aucune						Dans un grain β						Dans les deux grains β					
Traitement thermique	Ω_1			Ω_2			Ω_1			Ω_2			Ω_1			Ω_2		
	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy
750°C-700s	1	30	5	1	34	23	1	4	2	1	40	22	1	4	2	2	5	3
800°C-1h	1	42	12	1	43	25	1	6	2	1	44	21	1	5	2	1	6	4
830°C-16h	1	38	11	1	44	26	1	7	1	2	44	21	1	3	1	2	8	4
800°C-6h	1	34	11	1	44	22	1	6	3	2	43	19	1	4	2	1	6	4
750°C-2h	1	42	9	3	45	22	1	10	3	1	45	19	1	5	2	1	11	4

Table 3-3, cet angle Ω critique serait de 11°. Afin de l'estimer plus précisément, nous avons tracé en Figure 3-19 la distribution des angles Ω pour les interfaces α_{GB}/β ayant émis une colonie. Les données sont issues de tous les traitements thermiques et les interfaces de type Γ_1 comme Γ_2 ont été considérées indistinctement. On constate que 99% des interfaces α_{GB}/β ayant émis une colonie ont un écart local à la ROB inférieur à 6°. On peut garder cette valeur d'angle Ω comme l'angle critique et considérer les valeurs plus élevées comme des exceptions.

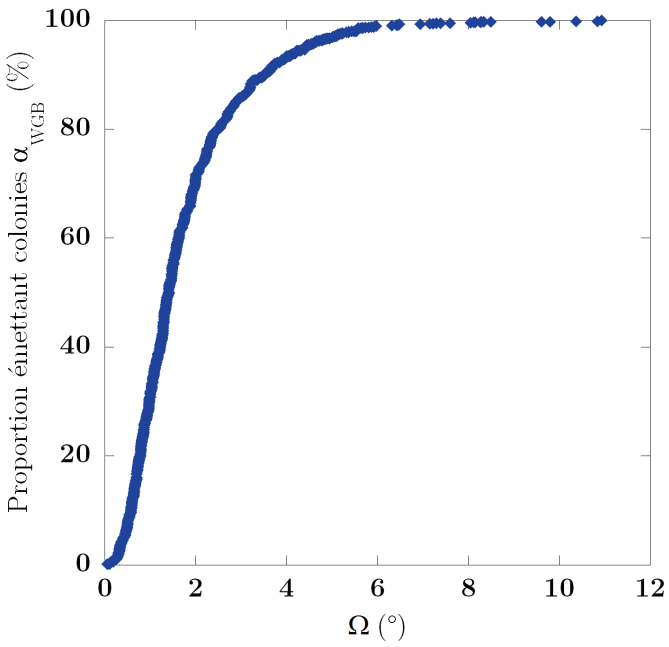

Figure 3-19 : Distribution des écarts locaux à la ROB au niveau des interfaces α_{GB}/β ayant émis une colonie α_{WGB}

Un faible écart à la ROB entre α_{GB} et β est une condition nécessaire pour l'émission d'une colonie. Ce résultat est cohérent avec nos observations précédentes :

- Les colonies sont toujours en ROB exacte avec leur grain β parent (voir § 3.1.4).

- Elles héritent de l'orientation de leur précurseur α_{GB} (voir § 3.1.2).

Lorsque l'angle d'écart à la ROB entre α_{GB} et le grain β hôte de la colonie est élevé, la colonie n'hérite pas de l'orientation exacte du grain parent α_{GB}. Un angle de désorientation entre α_{GB} et α_{WGB} est alors mesurable par EBSD, comme le montre l'exemple en Figure 3-20. La désorientation entre α_{GB} et α_{WGB} n'est pas brutale mais progressive sur 20 µm avant d'obtenir l'orientation de la colonie. Ce cas de figure s'est souvent présenté lorsque le grain α_{GB} émettait une deuxième colonie, au niveau de l'interface Γ_2.

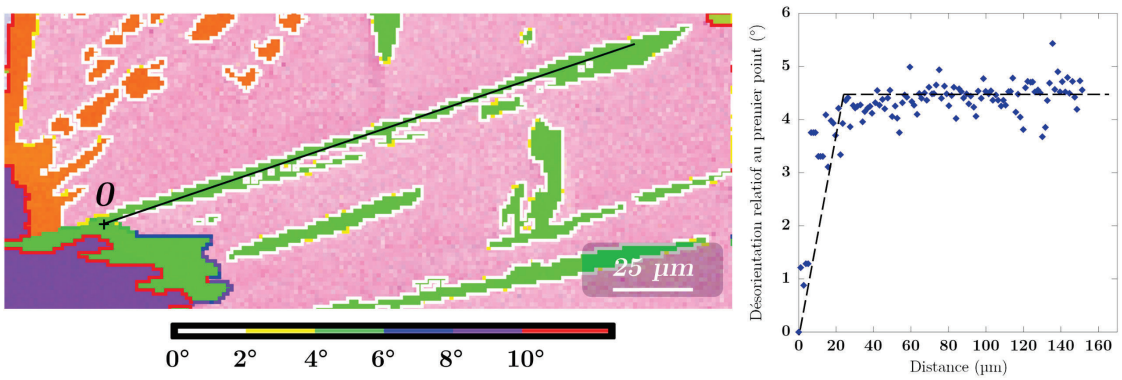

Figure 3-20 : Profil de désorientation depuis un grain α_{GB} précurseur vers une plaquette α_{WGB} ayant été émise depuis une interface Γ_1 présentant localement un angle Ω_1 d'environ 5° ; Etat 830°C-16h

Colonies α_{WGB} émises	Aucune						Dans un grain β						Dans les deux grains β					
Traitement thermique	Ω_1			Ω_2			Ω_1			Ω_2			Ω_1			Ω_2		
	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy	min	max	moy
750°C-700s	1	30	5	1	34	23	1	4	2	1	40	22	1	4	2	2	5	3
800°C-1h	1	42	12	1	43	25	1	6	2	1	44	21	1	5	2	1	6	4
830°C-16h	1	38	11	1	44	26	1	7	1	2	44	21	1	3	1	2	8	4
800°C-6h	1	34	11	1	44	22	1	6	3	2	43	19	1	4	2	1	6	4
750°C-2h	1	42	9	3	45	22	1	10	3	1	45	19	1	5	2	1	11	4

Table 3-3 : Angles d'écart à la ROB Ω_1 et Ω_2 entre α_{GB} et les deux grains β adjacents, en fonction du nombre de colonies émises, pour chaque état transformé

3.3.1.2. Influence d'un précurseur respectant le critère SV1

Les grains α_{GB} respectant le critère SV1 ont émis davantage de colonies α_{WGB} que les autres, quelles que soient la température et la durée du traitement. La Figure 3-21 montre la proportion de grains α_{GB} ayant émis 0, 1 ou 2 colonies pour chaque état transformé, selon que les grains α_{GB} respectent le critère SV1 (Figure 3-21a) ou non (Figure 3-21b). Les grains α_{GB} respectant le critère SV1 sont en proportion plus nombreux à émettre au moins une colonie. Par exemple pour l'état 800°C-6h, 88% d'entre eux ont émis une ou deux colonies, au lieu de 81% pour les grains α_{GB} sans orientation particulière. Une proportion élevée de grains α_{GB} respectant le critère SV1 a émis deux colonies. En fin de transformation, cette proportion s'élève à 40, 45 et 60% à 830, 800 et 750°C. En revanche les autres grains α_{GB} n'ont presque jamais émis deux colonies. Les faibles pourcentages indiquant deux colonies en Figure 3-21a sont attribués au traitement automatique des données par l'algorithme AMAP.

La Figure 3-21 montre également l'influence de la durée de transformation isotherme : Avec l'avancée de la transformation, la proportion de grains α_{GB} ayant émis des colonies α_{WGB} augmente progressivement, qu'ils respectent ou non le critère SV1.
Enfin, la température de transformation a eu une influence significative : plus celle-ci était basse, plus la proportion de grains α_{GB} émettant des colonies était élevée.

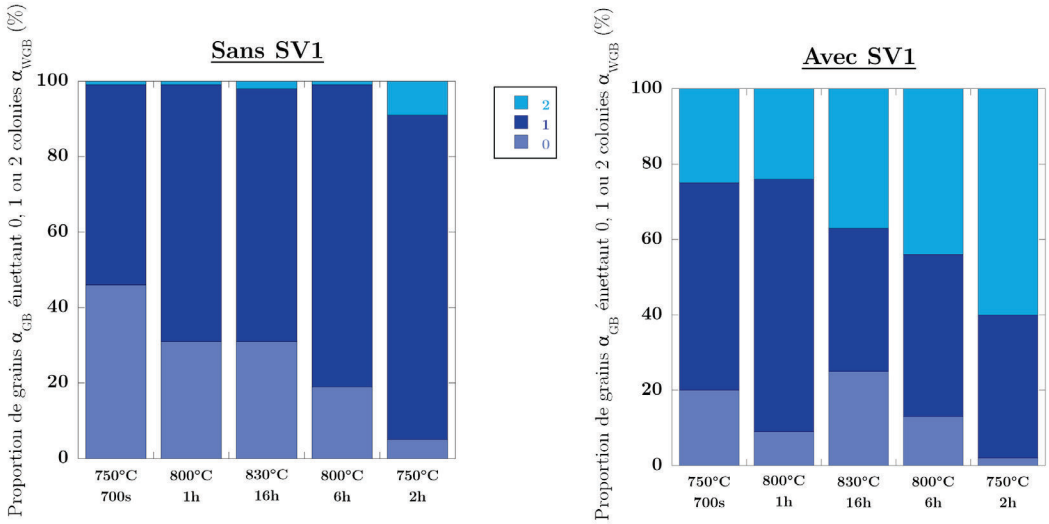

Figure 3-21 : Proportion de grains α_{GB} émettant 0, 1 ou 2 colonies pour chaque traitement thermique : a) pour les α_{GB} sans SV1 ; b) pour les grains α_{GB} avec SV1

L'émission d'un plus grand nombre de colonies par les grains α_{GB} respectant le critère SV1 est cohérente avec les résultats du paragraphe précédent, où nous avions montré qu'une colonie ne peut être émise que lorsque l'écart local à la ROB entre α_{GB} et β est inférieur à un angle critique de 6°. En effet par définition, le critère SV1 permet au grain α_{GB} à la fois d'être en ROB avec un grain β tout en déviant peu de la ROB avec l'autre grain β adjacent, i.e. l'angle Ω_2 est faible pour ces grains α_{GB}, ils ont la possibilité d'émettre des colonies dans les deux grains β.

C'est ce que montre la Figure 3-22 où est tracée la distribution des angles Ω_2 pour tous les grains α_{GB} respectant le critère SV1. Pour comparaison, on a tracé également la distribution pour les grains α_{GB} ne respectant pas ce critère. On constate que les grains α_{GB} respectant le critère SV1 présentent plus souvent de faibles valeurs d'angle Ω_2, par rapport aux autres grains α_{GB}. Pour 48% d'entre eux Ω_2 est inférieur à 6°, l'angle critique pour qu'une colonie puisse être émise, déterminé en section 3.3.1. Ainsi, on peut estimer que 48% des grains α_{GB} respectant le critère SV1 possèdent une orientation "favorable" pour émettre deux colonies. Cette valeur est en accord avec la proportion de grains α_{GB} respectant le critère SV1 ayant émis deux colonies, qui s'élève en fin de transformation à 40% et 45% à 830°C et 800°C (Figure 3-21). En revanche à 750°C une proportion sensiblement plus élevée de 60% a été mesurée.

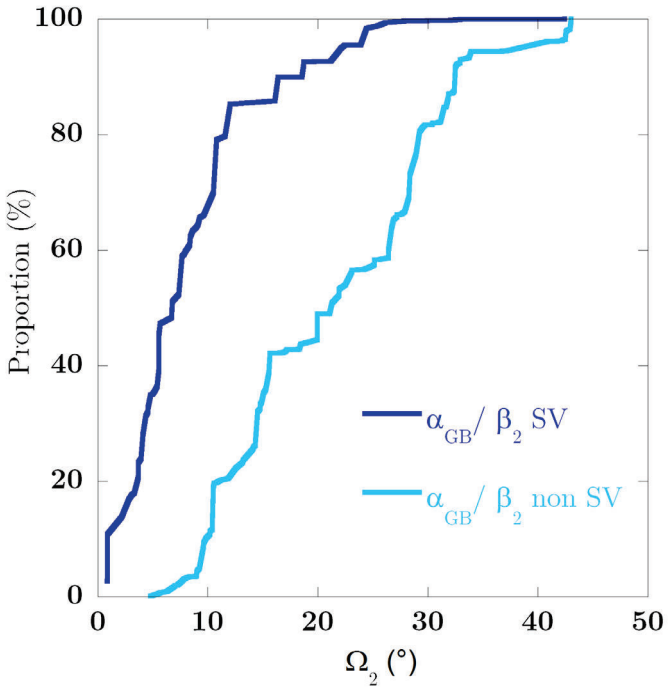

Figure 3-22 : Distribution des angles Ω_2 pour les grains α_{GB} suivant et ne suivant pas le critère SV1

3.3.1.3. Conséquence sur la microtexture α_{WGB}

Une proportion élevée de colonies α_{WGB} provient de grains α_{GB} respectant le critère SV1, car ceux-ci ont émis davantage de colonies. La Figure 3-23 montre cette proportion (notée S^{SV}_{WGB}, voir la méthode de mesure au § 2.5.3) pour les états transformés qui avaient un nombre significatif de colonies. Suivant l'état de transformation, S^{SV}_{WGB} se situe entre 40% et 63% (états 750°C–700s et 800°C-6h). Cet ordre de grandeur est proche de la proportion de grains α_{GB} respectant le critère SV1 (qu'on avait notée $L^{\omega\leq 8^\circ}_{SV1}$ en section 3.2.1). Pourtant, S^{SV}_{WGB} a augmenté avec la durée de transformation, tandis que $L^{\omega\leq 8^\circ}_{SV1}$ diminuait. Ainsi, entre le temps intermédiaire et la fin de transformation, S^{SV}_{WGB} est passée de 40 à 63% à 750°C et de 52 à 65% à 800°C. A l'inverse, $L^{\omega\leq 8^\circ}_{SV1}$ a diminué par exemple de 70% à 40% à 800°C entre le début et la fin de transformation. L'évolution en sens inverse de S^{SV}_{WGB} et $L^{\omega\leq 8^\circ}_{SV1}$ s'interprète qualitativement. Au début du traitement, la valeur déjà élevée de S^{SV}_{WGB} provient du fait que les grains α_{GB} respectant le critère SV1 se forment plus rapidement (3.2.1) et sont donc les premiers à émettre des colonies, par rapport aux autres grains α_{GB}. En fin de traitement, il faut ajouter à ce décalage temporel le fait que les premières colonies émises ont rempli les grains β. Ainsi, les autres colonies, celles issues de grains α_{GB} ne respectant pas le critère SV1, ont vu leur croissance entravée, ce qui a diminué davantage leur proportion.

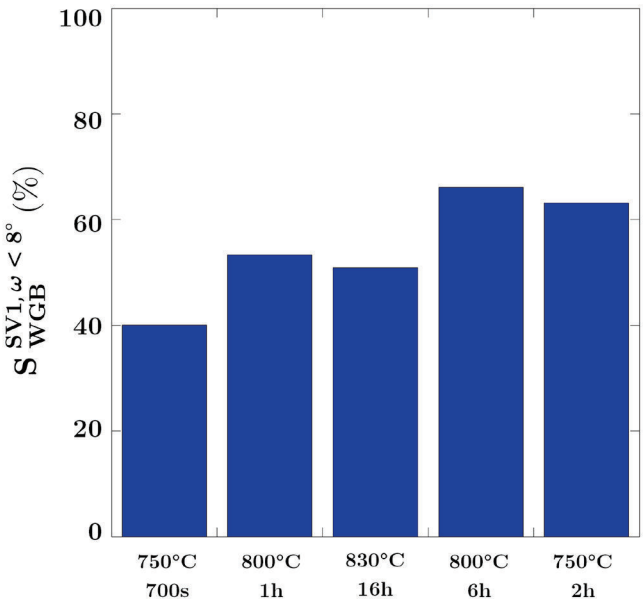

Figure 3-23 : Proportion de colonies α_{WGB} émanant de grains α_{GB} respectant le critère SV1

3.3.2. Influence de la cinétique de précipitation

3.3.2.1. Observations qualitatives

Dans cette partie, nous allons mettre en évidence l'influence de la cinétique de précipitation sur la formation de la microtexture α, considérée à l'échelle d'un grain β initial. Dans notre campagne d'essais (sans pré-déformation de la phase β), la température de traitement isotherme est le paramètre qui nous a permis de faire varier la cinétique de précipitation. Comme on l'a montré au § 3.1.1, plus la température est basse, plus la cinétique de précipitation est rapide.

La Figure 3-24 montre quelques exemples de microtextures α en fin de transformation à 830, 800 et 750°C. On constate qu'aux plus basses températures de transformation, les grains β contiennent un plus grand nombre de variants de colonies α_{WGB}. L'accélération de la cinétique affaiblit donc la microtexture α, en augmentant le nombre d'orientations α dans chaque grain β.
Par ailleurs dans de nombreux grains β, quelques variants α_{WGB} dominent, ce qui tend à renforcer la microtexture. L'effet de la température est en revanche moins perceptible, concernant ce deuxième aspect.
L'étude quantitative suivante montre comment varie la microtexture α_{WGB} en fonction de la température de transformation.

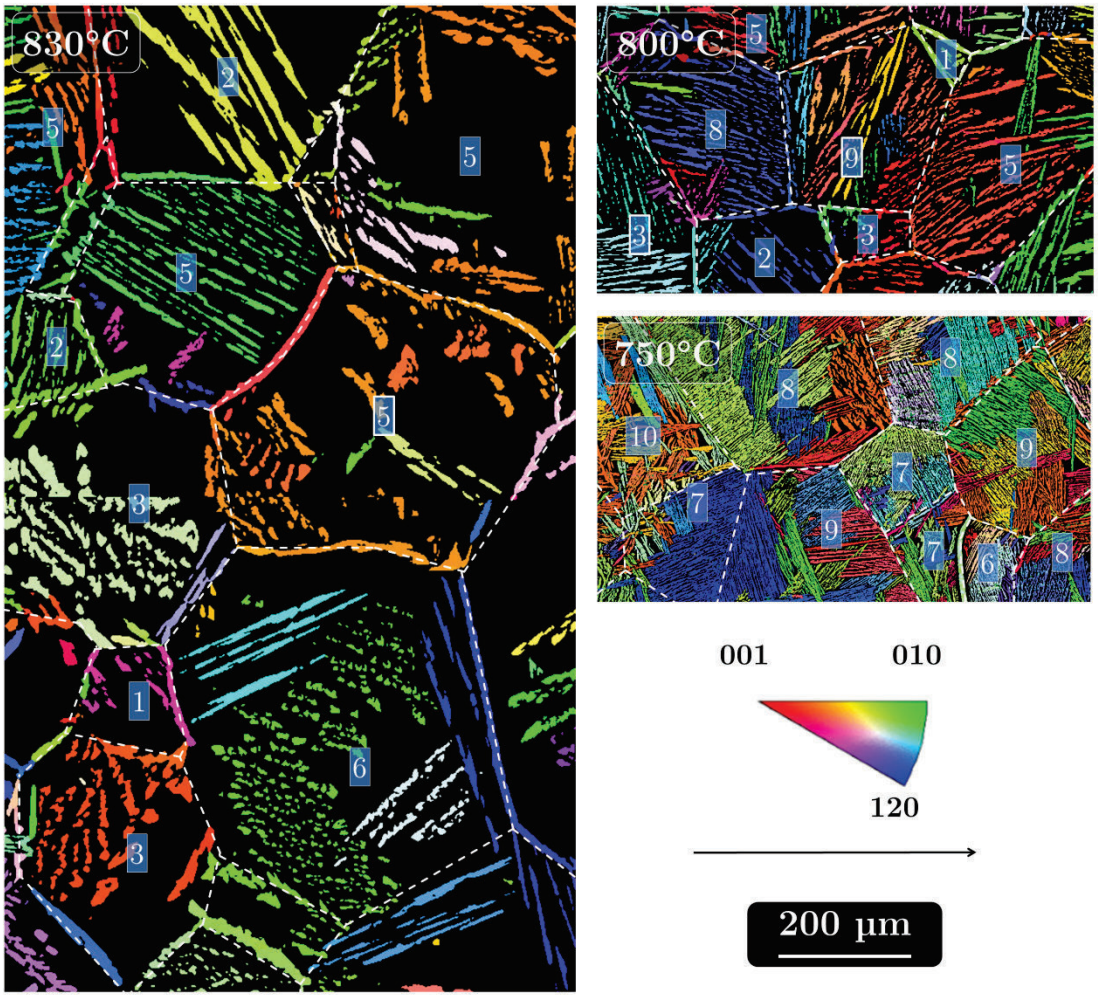

Figure 3-24 : Cartes EBSD des états en fin de transformation 830°C – 16h, 800°C – 6h et 750°C – 2h. Phase α représentée en mode IPF. Nombre de variants de colonies α_{WGB} par grain β indiqué dans les encadrés bleus

3.3.2.2. Etude quantitative

Afin de caractériser les microtextures α_{WGB} de manière quantitative, nous introduisons deux paramètres mesurables : (i) Le nombre de variants α_{WGB} par grain β, noté N_{WGB}. (ii) La proportion des variants, S^{i}_{WGB}, i=1…12. Par exemple, S^{2}_{WGB} est égal, dans chaque grain β, à la surface (nombre de pixels dans la carte EBSD) du deuxième variant α_{WGB} le plus important divisée par la surface cumulée de tous les variants α_{WGB}.

Pour mesurer ces paramètres, il a été nécessaire d'analyser un nombre statistique de grains β, soit environ une centaine par état, à l'aide de l'algorithme AMAP. En effet, N_{WGB} et S^{i}_{WGB} varient fortement d'un grain β à un autre. En l'occurence, N_{WGB} dépend de la taille de grain β, cette taille étant elle-même liée à la position du plan de coupe. Ainsi à 830°C, N_{WGB} était compris entre 1 dans les plus petits grains β et 6 dans les plus grands. Les valeurs s'étalent

entre 1 et 9 à 800°C et entre 6 et 11 à 750°C. Par ailleurs, on avait vu au § 3.1.2 que des coupes bidimensionnelles sont peu représentatives de la microstructure tridimensionnelle. Une étude statistique permet de limiter ces biais. Moyennés pour chaque état sur un grand nombre de grains β, N_{WGB} et S^{i}_{WGB} présentent des variations claires en fonction de la température et de la durée de traitement.

La Figure 3-25 montre la valeur de $\overline{N_{WGB}}$ mesurée pour chaque état transformé. La température de transformation a eu une forte influence sur $\overline{N_{WGB}}$, qui vaut en fin de transformation 5, 7 et 10 à 830, 800 et 750°C. $\overline{N_{WGB}}$ est donc plus élevé aux températures de transformation plus basses. $\overline{N_{WGB}}$ augmente également avec la progression de la transformation, à 800°C comme à 750°C. Par exemple à 800°C, $\overline{N_{WGB}}$ vaut 4 au bout de 1 h, puis 7 au bout de 6 h de traitement. Cette augmentation progressive de $\overline{N_{WGB}}$ s'explique par le fait que :

- les colonies n'ont pas toutes commencé à se former en même temps, mais qu'elles se sont formées successivement au cours du traitement.

- les coupes bidimensionnelles ne permettent pas d'observer toutes les colonies contenues dans le grain β tridimensionnel. Aux temps courts, les colonies sont plus petites et la probabilité qu'elles soient intersectées par le plan de coupe est moins grande.

On peut mentionner ici une étude précédente (Laude et al., 1996) dans laquelle $\overline{N_{WGB}}$ avait aussi été mesuré en fin de transformation isotherme, en fonction de la température, pour l'alliage β-Cez (Ti-5Al-4Mo-2Cr-1Fe-4Zr-2Sn), de composition chimique proche de celle du Ti17 (voir § 1.1.3). Les mesures reposaient sur des caractérisations microstructurales en microscopie électronique à balayage (MEB), $\overline{N_{WGB}}$ a été mesuré en terme de colonies morphologiques (paquets de lamelles parallèles) et non en terme de variants. Bien que la mesure de N_{WGB} soit plus difficile en MEB en raison de l'enchevêtrement des colonies, des tendances similaires avaient été obtenues. Ainsi, N_{WGB} augmentait également en diminuant la température de transformation, passant de 7 à 16 à 790 et 700°C. Les valeurs de N_{WGB} différentes dans les deux études sont dues aux techniques d'analyse différentes.

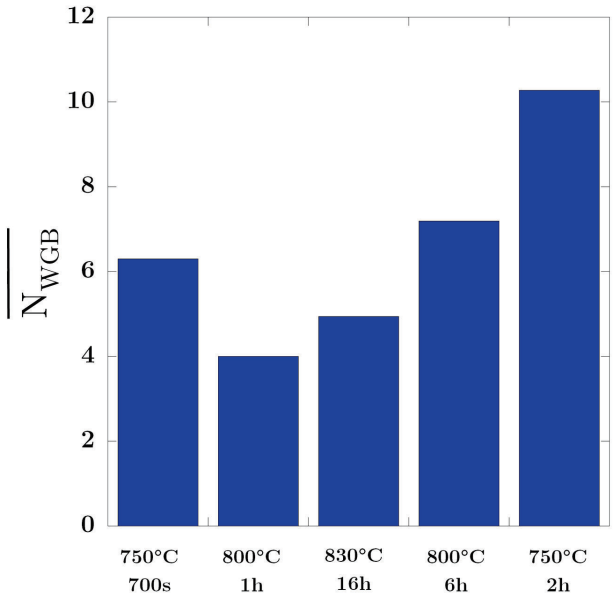

Figure 3-25 : Nombre moyen de variants de colonies α_{WGB} par grain β en fonction du traitement thermique

La Figure 3-26 montre $\overline{S^{i}_{WGB}}$, i=1, 2 ou 3, la fraction surfacique des trois plus grandes colonies α_{WGB}, pour tous les états transformés pour lesquels le développement des colonies était significatif. Les fractions surfaciques des autres colonies (i = 4…12) se limitant à des valeurs comprises entre 1 et 7%, elles ne sont pas représentées par souci de clarté.

Quel que soit le traitement, il y a toujours une colonie α_{WGB} qui domine : $\overline{S^{1}_{WGB}}$ est compris entre 71% et 36% (pour les états 750°C–700s et 750°C–2h), tandis que $\overline{S^{2}_{WGB}}$ et $\overline{S^{3}_{WGB}}$ sont beaucoup plus faibles, compris respectivement entre 12% et 23% et entre 6% et 12%. La somme des trois premières fractions surfaciques excède toujours 70%, voire 80% et celles-ci déterminent donc en grande partie la microtexture α.
Pour les états en fin de transformation, $\overline{S^{1}_{WGB}}$ diminue significativement lorsque la température de transformation diminue, décroissant de 56% à 830°C à 36% à 750°C. En revanche $\overline{S^{2}_{WGB}}$ et $\overline{S^{3}_{WGB}}$ sont peu influencés par la température. La proportion des premières colonies issues d'α_{GB} respectant le critère SV1 est également montrée. Cette proportion est élevée, ce qui indique que la microtexture α_{WGB} est fortement dépendante de la microtexture initiale β.

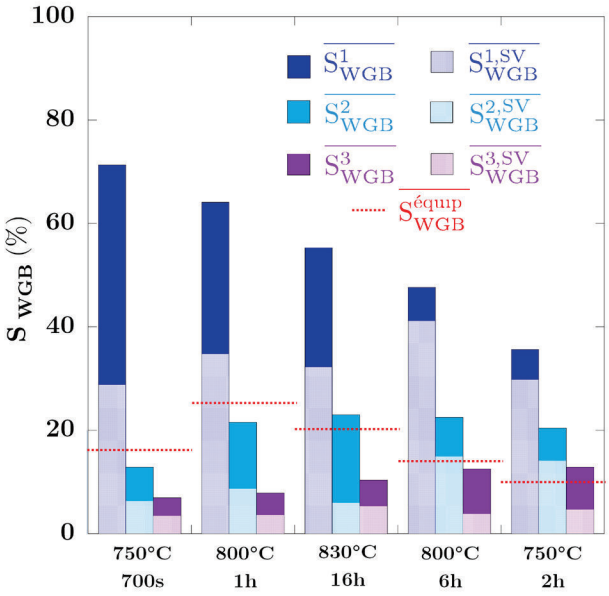

Figure 3-26 : Proportion surfacique des trois plus grandes colonies α_{WGB}, proportion de ces colonies émanant de grains α_{GB} suivant le 1er critère SV, proportion calculée dans le cas équiprobable

Ainsi, l'analyse statistique des cartographies EBSD montre clairement que lorsque la température de transformation est plus basse, donc quand la cinétique de précipitation est plus rapide, N_{WGB} augmente et S^1_{WGB} diminue : le nombre de variants α_{WGB} par grain β tend à augmenter et les proportions des variants tendent à s'égaliser. Ceci conduit à affaiblir la microtexture α_{WGB}, si on la considère à l'échelle des grains β. Par ailleurs on a montré que les colonies ne se forment pas simultanément : elles ont tendance à se former successivement.

3.4. Transformation en conditions anisothermes

3.4.1. Etude microstructurale

3.4.1.1. Précipitation intragranulaire

Dans le cas d'un traitement de refroidissement continu, il faut considérer la précipitation intragranulaire α_{WI} qui s'effectue à la suite des morphologies α_{GB} et α_{WGB}, à plus basse température (voir § 1.1.3). Plus le refroidissement est lent, plus les morphologies α_{GB} et α_{WGB} sont prépondérantes par rapport à l'α_{WI}. Par exemple, à l'issue d'un refroidissement relativement lent à 0,02°C.s^{-1}, le taux mesuré de morphologies α_{WI} et α_{WGB} s'élève à 23% et 37% (Teixeira et al., 2007).

La Figure 3-27 montre la microtexture obtenue à l'issue d'un refroidissement continu à 0,02°C. s^{-1} de 920°C à la température ambiante. La morphologie intragranulaire α_{WI} prédomine localement à cause de la taille élevée du grain β considéré, d'environ 700 µm. Des colonies α_{WGB} d'une longueur d'environ 50 µm se sont également formées. Ces colonies prédominent dans les grains β de plus petite taille (200 µm).

Les grains α_{WI} sont enchevêtrés et présentent différentes tailles. Ils ont une morphologie en plaquettes, dont le plan d'habitat est bien identifié pour chaque variant (Furuhara et al., 1991). Il en résulte une trace unique par variant α sur la cartographie EBSD. (Plusieurs variants différents peuvent apparaître avec le même code de couleur sur la cartographie en mode IPF). Les orientations cristallographiques des grains α_{WI} ont été mesurées à l'intérieur de la zone délimitée en Figure 3-27. Les figures de pôle (FP) révèlent la présence simultanée des douze variants de phase α. L'absence de sélection de variants avait déjà été montrée auparavant (van Bohemen et al., 2008) et elle s'explique par le grand nombre de sites de germination intragranulaires.
La précipitation intragranulaire α_{WI} atténue la microtexture α, par la formation équiprobable des 12 variants α au cœur des grains β. Cet effet est d'autant plus marqué que la vitesse de refroidissement est élevée, puisqu'on forme alors davantage de morphologie α_{WI} (Laude, 1997)(Teixeira et al., 2007).

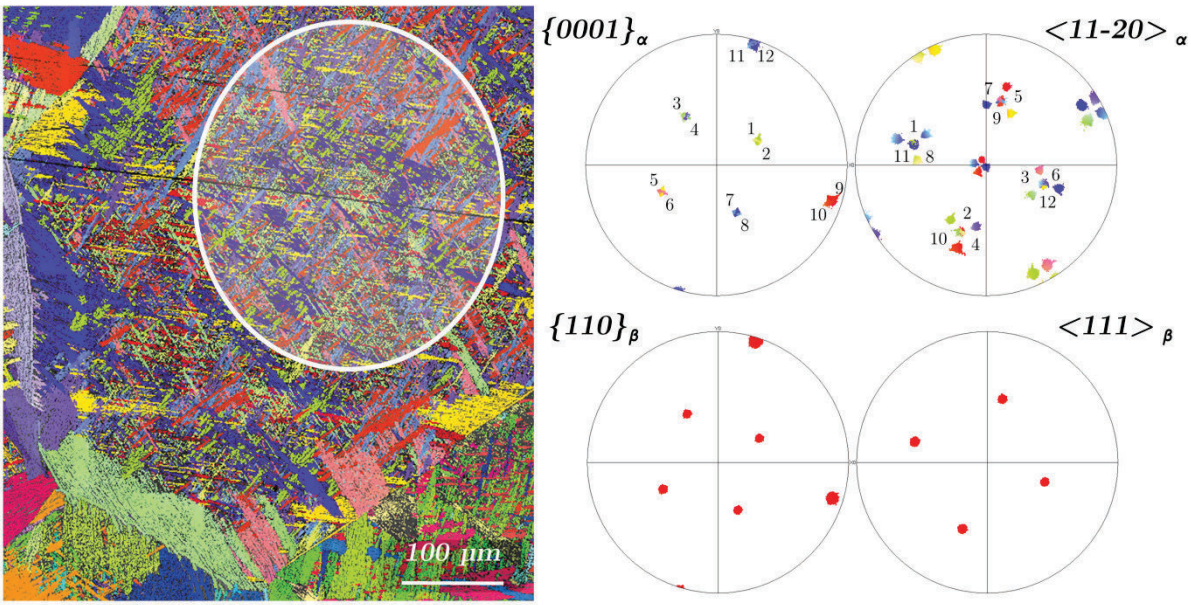

Figure 3-27 : Microtexture α à l'issue d'un refroidissement continu à 0,02°C.s^{-1} de 920°C à l'ambiante. FPs correspondant à la zone délimitée. Variants α indiqués par les numéros

3.4.1.2. Précipitation aux joints de grains

Nous allons maintenant considérer l'influence de la vitesse de refroidissement sur la microtexture associée aux seules morphologies α_{GB} et α_{WGB}. Afin de nous affranchir de la morphologie α_{WI}, nous avons appliqué les traitements thermiques décrits au § 2.2.2.2.

Les microtextures ont été caractérisées par EBSD à l'issue des traitements (Figure 3-28). Les refroidissements plus lents ont conduit à un stade plus avancé dans la séquence de précipitation aux joints de grains. Ainsi à 0,005°C.s^{-1} et 0,01°C.s^{-1}, tous les JDGs β/β ont été décorés et les

colonies α_{WGB} ont rempli les grains β, complètement à 0,005°C.s^{-1} et presque complètement à 0,01°C.s^{-1}. A 0,02°C.s^{-1}, les JDGs ont en grande partie été décorés et les colonies α_{WGB} ont seulement commencé à être émises. A 0,05°C.s^{-1} environ la moitié des JDGs β/β ont été décorés et très peu de colonies ont été émises. Par ailleurs au cours des refroidissements plus rapides, des grains α_{GB} et des lamelles α_{WGB} plus fins ont été formés, en accord avec des travaux précédents (Laude, 1997).

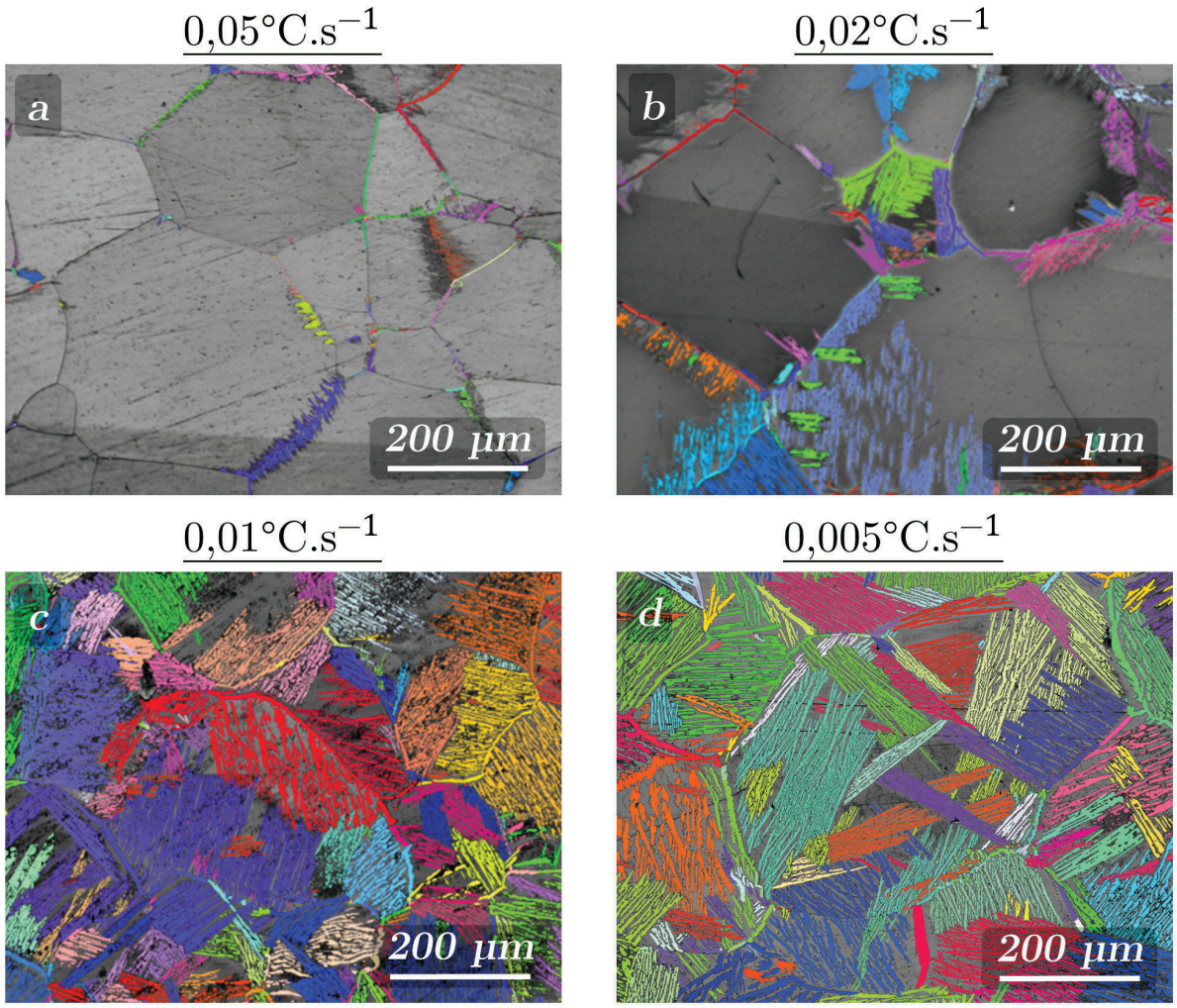

Figure 3-28 : Cartes EBSD (mode IPF pour α, contraste de bandes pour β) des états refroidis à a) 0,05°C.s^{-1} , b) 0,02°C.s^{-1}, c) 0,01°C.s^{-1}, d) 0,005°C.s^{-1} de 880 à 750°C, puis trempés

Pour pouvoir interpréter les microtextures générées au refroidissement en nous appuyant sur l'étude isotherme précédente, nous avons besoin de connaître les domaines de température où la transformation de phases s'est produite. Dans ce but, les essais ont été suivis in-situ par résistivimétrie électrique. En Figure 3-29 est représentée, par exemple pour l'échantillon refroidi à 0,01°C.s^{-1}, la variation relative de résistivité électrique notée $\frac{\Delta\rho}{\rho_0} = \frac{\rho-\rho_0}{\rho_0}$ avec ρ_0 la mesure à 880°C, température de début du refroidissement continu. Au début du refroidissement, la

résistivité électrique a d'abord augmenté linéairement, puis plus fortement à cause de la transformation de phases. La température de début de transformation d'après la méthode des tangentes s'élève à 806°C ± 5°C. Les températures de début de transformation mesurées ainsi pour les autres vitesses de refroidissement sont reportées dans la Table 3-4.
Les températures de début de transformation ont également été déterminées en s'appuyant sur la mesure des épaisseurs de grains α_{GB} et de lamelles α_{WGB}, qui dépendent de la température de transformation. Comme on le voit sur la Table 3-4, les estimations concordent avec celles reposant sur la résistivimétrie électrique. Les mesures d'épaisseur sont détaillées en Annexe A.

Plus le refroidissement est rapide et plus le début de transformation se décale vers les basses températures, en accord avec les travaux précédents (Laude, 1997). A 0,005°C.s^{-1} et 0,01°C.s^{1} la transformation a commencé à 810°C et 806°C. A 0,02°C.s^{-1}, la transformation a débuté à une température nettement plus basse, de 788°C. A 0,05°C.s^{-1} le début de transformation n'a pas pu être détecté par résistivimétrie électrique, certainement à cause du faible taux de phase α formé. La mesure des épaisseurs permet d'estimer un début à 761°C, soit peu de temps avant la trempe, ce qui explique la transformation peu avancée. Pour toutes les vitesses de refroidissement, la transformation de phases s'est bien produite à l'intérieur du domaine de température étudié en conditions isothermes, 750-830°C. Connaissant les températures de transformation, les résultats de l'étude anisotherme peuvent être interprétés en s'appuyant sur les résultats de l'étude isotherme.

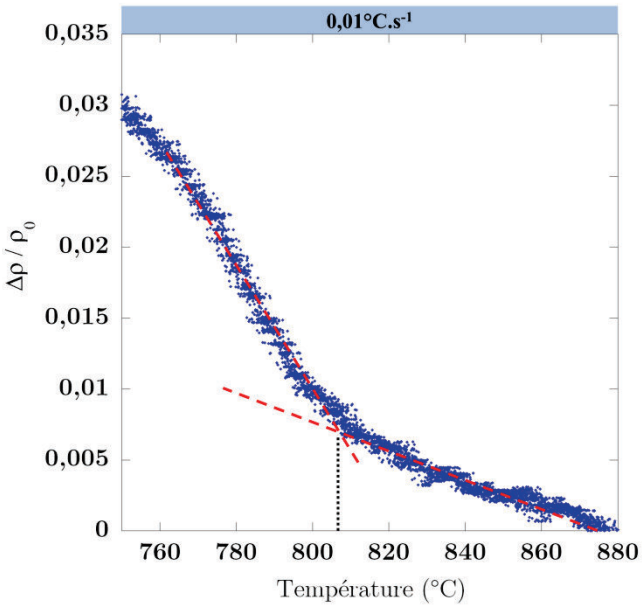

Figure 3-29 : Variation relative de la résistivité électrique en fonction de la température pendant l'essai de refroidissement continu à 0,01°C.s^{-1}. Détermination du début de la transformation par la méthode des tangentes

Vitesse de refroidissement (°C.s^{-1})	Température de début de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ (°C)		
	Déterminée à partir de mesure de résistivimétrie électrique	Déterminée à partir de l'épaisseur moyenne des :	
		Liserés α_{GB}	Lamelles α_{WGB}
0,005	810 $\pm$ 5°C	815	809
0,01	806 $\pm$ 5°C	808	802
0,02	788 $\pm$ 5°C	783	785
0,05	/	761	/

Table 3-4 : Températures de début de transformation de phase déterminées par résistivité électrique et par la mesure des épaisseurs de liserés α_{GB}/lamelles α_{WGB}

3.4.2. Microtexture $\boldsymbol{\alpha_{GB}}$

La majorité des grains α_{GB} vérifient la ROB avec l'un des deux grains β adjacents, comme on l'avait observé lors de l'étude isotherme (section 3.1.4). L'étude statistique ne montre pas d'effet de la vitesse de refroidissement, ce qui est cohérent avec l'absence d'effet de la température de transformation isotherme. Nous ne détaillons pas l'étude statistique pour les traitements anisothermes, car les résultats sont semblables à ceux présentés en section 3.3.1.1.

De même que pour l'étude isotherme, nous avons mesuré la fréquence d'occurrence du critère SV1, $L_{SV1}^{\omega \leq 8^\circ}$, toujours en nous limitant aux JDGs pour lesquels $\omega \leq 8°$. $L_{SV1}^{\omega \leq 8^\circ}$ est tracée en Figure 3-30 en fonction du taux de décoration des JDGs atteint à l'issue de chaque refroidissement continu. Les valeurs mesurées en conditions isothermes sont tracées également pour comparaison. L'ensemble des résultats montre que $L_{SV1}^{\omega \leq 8^\circ}$ est étroitement liée au taux de décoration des joints de grains. $L_{SV1}^{\omega \leq 8^\circ}$ prend des valeurs élevées en début de transformation, puis se stabilise à une valeur d'environ 40% lorsque le taux de décoration des JDGs dépasse 80%.

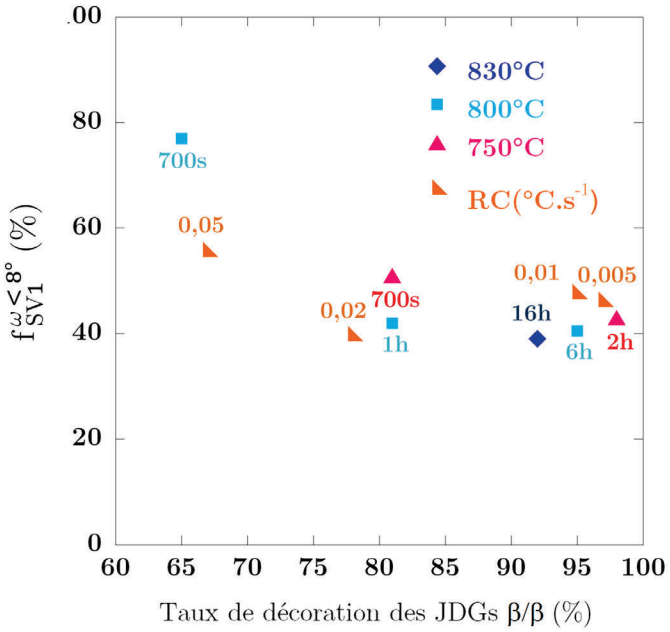

Figure 3-30 : Fréquence d'occurrence du critère SV1 en fonction du taux de décoration des joints de grains pour tous les traitements, isothermes et anisothermes

3.4.3. Microtexture α_{WGB}

3.4.3.1. Influence de précurseurs respectant SV1

Les observations confirment les résultats issus des essais de maintien isotherme :
(i) Les grains α_{GB} respectant le critère SV1 ont émis davantage de colonies que les autres grains α_{GB}.

(ii) Les colonies α_{WGB} ont été émises uniquement sur les interfaces α_{GB}/β pour lesquelles l'écart local à la ROB est inférieur à un angle critique de 6°.

Il n'y a pas d'effet de la vitesse de refroidissement, ce qui est cohérent avec l'absence d'influence de la température de transformation constatée en section 3.3.1.2. L'étude statistique n'est pas détaillée sur ces deux premiers aspects car les résultats sont proches de ceux obtenus en conditions isothermes.
Enfin, de même que pour les traitements isothermes, une proportion élevée de colonies provient de grains α_{GB} respectant le critère SV1. Cette proportion (notée S^{SV}_{WGB}) s'élève à ~ 52, 56 et 74% pour un refroidissement à 0,02, 0,01 et 0,005°C.s^{-1} (Figure 3-31). Ces ordres de grandeur sont proches des mesures effectuées à l'issue des traitements isothermes. Pour les traitements isothermes, on avait constaté une augmentation de S^{SV}_{WGB} avec la progression de la transformation. Les mesures des traitements anisothermes sont en accord avec cette tendance, puisque S^{SV}_{WGB} est la plus élevée pour le refroidissement à 0,005°C.s^{-1}, pendant lequel la transformation de phases a atteint le stade le plus avancé (voir Figure 3-28).

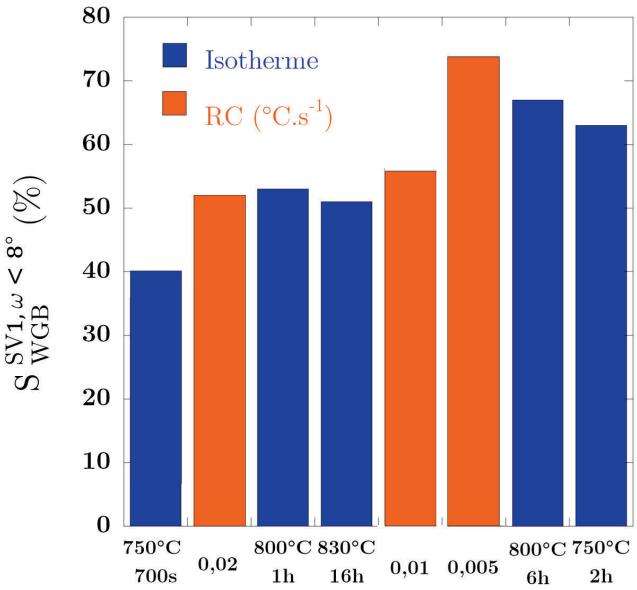

Figure 3-31 : Proportion de colonies émanant de grains α_{GB} respectant le critère SV1 pour tous les traitements, isothermes et anisothermes

3.4.3.2. Influence de la cinétique de précipitation

Comme on l'a montré dans l'étude isotherme (3.3.2), les paramètres N_{WGB} et S^{i}_{WGB} sont liés à la cinétique de précipitation de α_{GB}. Nous avons mesuré ces paramètres en fonction de la vitesse de refroidissement. N_{WGB} s'élève à 7,5 à l'issue des refroidissements à 0,005°C et 0,01°C.s^{-1} (Figure 3-32). Ces mesures sont en accord avec les résultats des traitements isothermes, si on considère que la transformation de phases a commencé à 810 et 805°C respectivement (pour rappel N_{WGB} valait 7,2 en fin de maintien isotherme à 800°C).

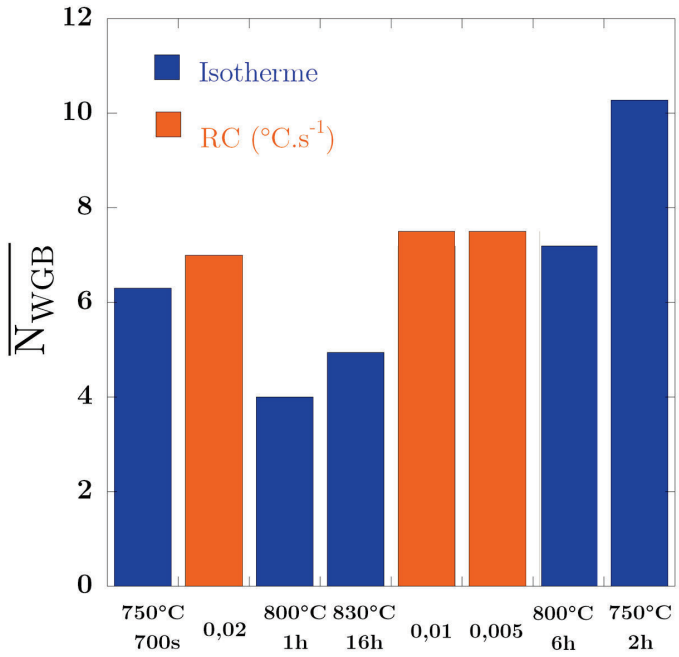

Figure 3-32 : Nombre moyen de colonies par grain β pour tous les traitements, isothermes et anisothermes

Comme pour les états isothermes, la colonie la plus développée prédomine : pour les deux vitesses de refroidissement, $\overline{S^1_{WGB}}$ est largement supérieure à la fraction surfacique équiprobable, $\overline{S^{\text{équip}}_{WGB}}$, tandis que $\overline{S^2_{WGB}}$ et $\overline{S^3_{WGB}}$ restent inférieurs à 20 et 12%. $\overline{S^1_{WGB}}$ s'élève à 50 et 47% pour un refroidissement à 0,005°C.s^{-1} et 0,01°C.s^{-1} (Figure 3-33). Ces valeurs sont proches de celles obtenues à l'issue du maintien isotherme à 800°C, ce qui indique que ce paramètre est lié à la température de transformation, de même que N_{WGB}.

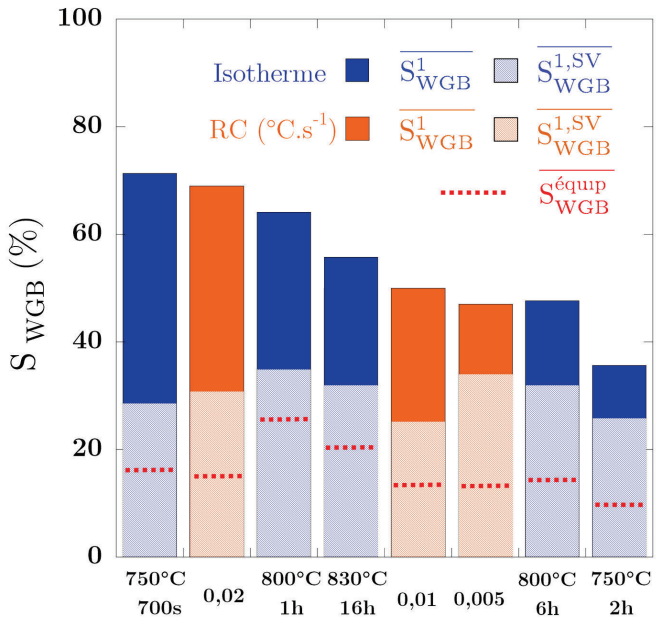

Figure 3-33 : Proportion moyenne de la colonie α_{WGB} prépondérante, proportion de ces colonies émanant d'un α_{GB} respectant le critère SV1 et proportion équiprobable calculée

3.5. Discussion

3.5.1. Formation de α_{GB}

3.5.1.1. Les principaux résultats

Les différents résultats obtenus à différents stades de la précipitation α aux JDGs β/β ainsi que la caractérisation tridimensionnelle d'un état totalement transformé (i.e. 830°C) montrent que la séquence de précipitation demeure inchangée dans la gamme de température 830°C – 750°C. Comme schématisé en Figure 3-34, elle est décrite en trois étapes :

- Germination hétérogène de précipités α_{GB} aux JTs β et/ou PQs β. Chaque précipité possède une mono-orientation.

- Ces premiers précipités α_{GB} croissent progressivement le long des JDGs β/β, croissance mettant en jeu la diffusion avec une partition des solutés suivant leur caractère alphagène ou bétagène (Dehmas et al., 2011). Les grains α_{GB} conservent l'orientation cristallographique de leur germe précurseur et possèdent une interface quasiment toujours en Relation d'Orientation de Burgers (ROB) avec un des deux grains β.

- Des colonies dites de Widmanstätten α_{WGB} peuvent être émises à partir des grains/liserés α_{GB}, mais pas de manière systématique. Ces colonies sont constituées de grains α de forme lamellaire, toujours parfaitement en ROB avec leur grain β parent. De plus, chaque lamelle d'une colonie possède la même orientation, héritée

généralement de son même précurseur α_{GB}. Selon la température de transformation et donc la cinétique de germination des grains α_{GB}, les étapes de décoration des JDGs par α_{GB} et d'émission de colonies α_{WGB} peuvent se recouvrir (notamment à 750°C). Les colonies croissent jusqu'à la fin de transformation, remplissant totalement ou non les grains β, selon leur taille et la température de transformation.

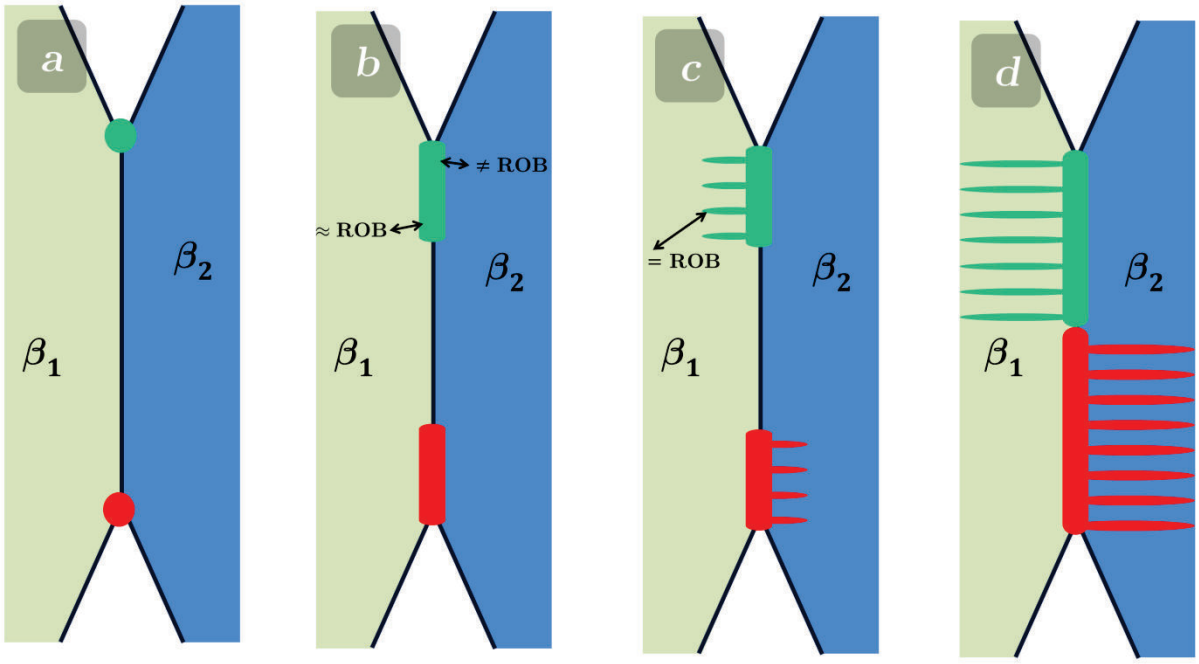

Figure 3-34 : Représentation schématique de la séquence de précipitation de la phase α aux JDGs β/β : a) Formation de α_{GB} aux PQs et/ou aux JTs β ; b) Croissance de α_{GB} le long du JDG β/β ($\Omega_1 \approx 0\,;\Omega_2 \neq 0$) ; c) Emission de colonies α_{WGB} depuis un précurseur α_{GB} dont elles héritent l'orientation ($\Omega_{WGB} = 0$) ; d) Remplissage des grains β par α_{WGB}

Nous avons ensuite étudié l'occurrence de trois critères de sélection de variants (SV1, SV2 et SV3, définis au § 1.2.2.4) proposés dans la littérature. Nous avons caractérisé leur fréquence d'occurrence en fonction de la température et de l'avancement de la transformation. Nos mesures s'appuient sur l'analyse de données EBSD statistiques pour chaque température et durée, sauf pour le critère SV3. Les principales observations nouvelles sont les suivantes :

- Les critères SV1 et SV2 sont fréquemment vérifiés, mais pas systématiquement, contrairement à ce que suggèrent (Stanford & Bate, 2004) pour SV1 et (Shi et al., 2014) pour SV2. Le critère SV1 n'est vérifié que par une certaine proportion de grains α_{GB}. Au maximum, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ (défini § 3.2.1) s'élève à 77% en début de transformation à 800°C. Il en est de même pour le critère SV2 : $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ s'élève au maximum à 78%. Ce résultat est en accord avec ceux de van Bohemen et al. (van Bohemen et al., 2008),

- La fréquence d'occurrence du critère SV1 dépend des paramètres cristallographiques du JDG. L_{SV1} décroît progressivement lorsqu'augmente l'angle ω, caractérisant l'écart entre les pôles $\{110\}_{\beta}$.

- La fréquence d'occurrence des critères SV1 et SV2 diminue lorsque la précipitation aux JDGs progresse. Par exemple à 800°C, $L_{SV2}^{\omega<8^{\circ}}$ passe de 77% au bout de 700 s de maintien à 40% au bout de 6 h de maintien. $L_{SV1}^{\omega<8^{\circ}}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^{\circ}}$ évoluent avec la cinétique de décoration des JDGs, i.e. de germination de $\boldsymbol{\alpha_{GB}}$.

- En fin de transformation, la fréquence d'occurrence des critères SV1 et SV2 est la même quelle que soit la température de transformation et donc de la force motrice de transformation : $L_{SV1}^{\omega<8^{\circ}}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^{\circ}}$ valent environ 40% à 750, 800 et 830°C.

- Le critère SV3, examiné à partir de 12 grains α_{GB}, est vérifié à hauteur de 70%. Ce résultat est en accord avec (Furuhara et al., 1996) mais est en contradiction avec (Dey et al., 2007).

3.5.1.2. Analyse de la sélection de variants

La précipitation de la phase α aux JDGs β/β est hétérogène. Les premiers germes α se forment sur les sites dont la barrière énergétique de germination est la plus faible, c'est-à-dire les PQs et/ou les JTs, comme le prédisent Clemm et Fischer (Clemm & Fisher, 1955). Lors de la germination et de la croissance des grains α_{GB}, les interfaces de fortes énergies β/β (incohérentes) sont remplacées par des interfaces de plus faible énergie α/β (semi-cohérentes).
Néanmoins, nous avons pu observer aux premiers stades de la précipitation (800°C-700s) que tous les JTs ne sont pas encore occupés. Les germes α formés sur ces premiers sites respectent en très grande majorité les critères SV1, SV2 et SV3. Le variant sélectionné est en fait celui qui minimise les énergies d'interface et l'énergie élastique associées à la formation du précipité.
Les analyses EBSD ne nous permettent pas d'observer les germes dans leurs premiers instants de formation, lorsque la taille est proche de la taille critique i.e. quelques dizaines de nanomètres ou moins. Nous observons les grains $\boldsymbol{\alpha}$ dans leur stade de croissance. Pour ces grains, nous considérons que l'énergie élastique a un rôle majeur, que nous allons discuter.
L'énergie élastique associée à la formation d'un précipité dépend de différents facteurs :

- La déformation libre associée à la transformation $\boldsymbol{\varepsilon}_{\mathrm{tr}}$
- Les propriétés élastiques des phases
- Le facteur de forme du précipité.

Il est rappelé au § 1.2.2.3 que les composantes du tenseur de déformation libre, correspondant aux mouvements atomiques minimaux pour passer d'un réseau cristallin vers l'autre (CC vers HC) sont les plus faibles lorsque le grain α se forme en Relation d'Orientation de Burgers avec un grain β. Expérimentalement, nous avons observé que l'ensemble des grains α_{GB} est en ROB (avec un écart inférieur à 5°) avec au moins un des grains β adjacents.

Les propriétés élastiques des phases sont données pour le matériau et elles sont anisotropes. Lorsque le précipité se forme dans le grain, il est possible de calculer l'énergie élastique moyennant une forme du précipité et sa déformation libre donnée.
Settefrati (Settefrati 2012) a calculé la forme optimale d'un précipité ellipsoïdal qui minimise l'énergie élastique d'une part et l'énergie élastique et l'énergie d'interface d'autre part en utilisant divers modèles micromécaniques. Les résultats obtenus avec le modèle d'Eshelby montrent que la forme (de type ellipsoïde) qui minimise l'énergie évolue en fonction de son volume (Figure 3-35). Ainsi la forme optimale pour un précipité de volume 1 μm^3 formée dans une matrice infinie est bien un ellipsoïde dont le rapport d'aspect a_1/a_3 est faible ($<10^{-2}$). Des calculs par la méthode de champ de phase sont venus conforter cette forme. La forme observée est un platelet avec un plan d'habitat proche des plans expérimentaux observés dans la littérature.

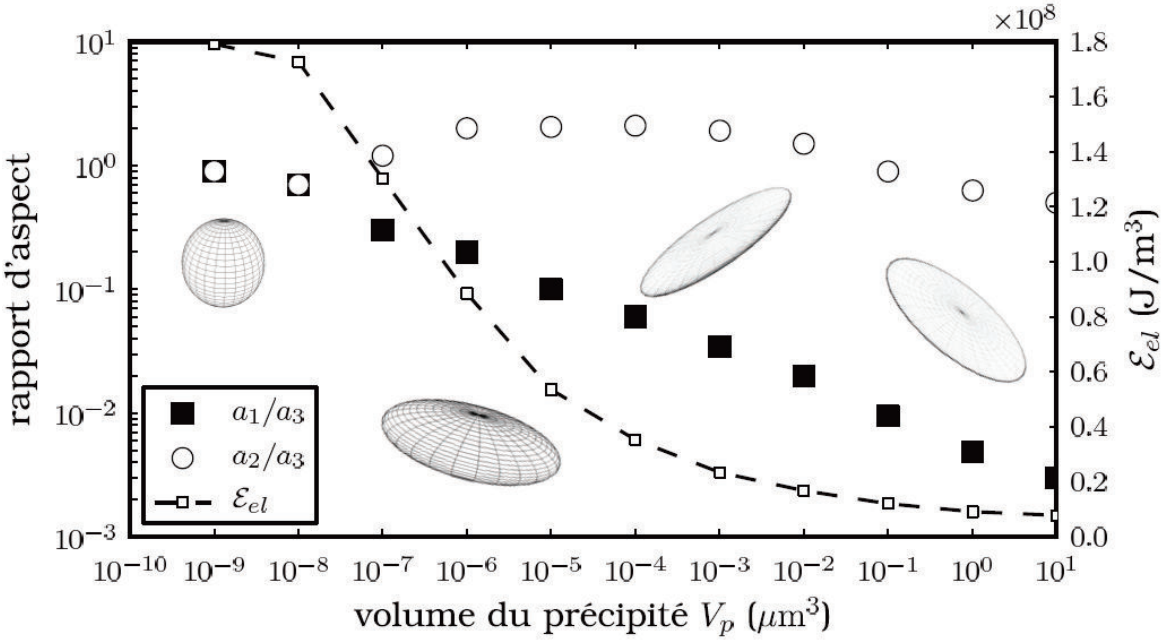

Figure 3-35 : Evolution du rapport d'aspect et de l'énergie élastique associée obtenue par minimisation de l'énergie élastique et l'énergie d'interface en fonction du volume du précipité (Settefrati 2012)

De plus, comme l'ont montré les calculs de (Shi et al., 2012; Cottura et al., 2014; Settefrati, 2012), l'énergie élastique associée à la formation d'un précipité de très faible épaisseur dans une matrice infinie présente des minima suivant l'orientation du précipité dans le référentiel du grain β. L'énergie élastique est minimale lorsque le précipité est orienté suivant des directions particulières, i.e. lorsque les faces du précipité correspondent au plan d'habitat. Les valeurs calculées sont proches des valeurs expérimentales.

Lorsque le précipité se situe aux joints des grains β/β, la déformation libre qui lui est associée doit être accommodée dans chacun des grains voisins. L'énergie élastique à considérer est donc

fonction du voisinage. Il existe peu d'études cherchant à corréler de manière quantitative les orientations cristallographiques et l'énergie élastique lors de la précipitation aux JDGs.
Humbert et al (Humbert et al., 2006) ont tenu compte du grain voisin en prenant en compte des propriétés élastiques moyennes entre celle du grain parent et celle du grain adjacent. Il est difficile d'utiliser leurs calculs pour analyser plus avant l'influence de ce voisinage.
Par ailleurs, ils montrent qu'un grain α_{GB} en ROB avec les deux grains β constitue une situation favorable. En effet, pour cette situation particulière, il existe un variant α dans chaque grain β ayant le même tenseur de déformation libre. En considérant des propriétés élastiques similaires, l'énergie élastique associée à la croissance de α_{GB} dans chaque grain β est alors identique.

Néanmoins, la probabilité d'obtenir cette situation est très faible, nous n'en avons d'ailleurs observé aucun exemple dans l'ensemble des cartes EBSD analysées respectant strictement cette condition.

De manière générale, la configuration cristallographique d'un JDG β/β ne permet pas de mettre un grain α_{GB} en ROB avec les deux grains β adjacents. Considérant le grain α_{GB} en ROB avec le grain β_1, sa croissance dans le grain β_2 et/ou l'accommodation de la déformation libre conduiront à des déplacements atomiques plus élevés que ceux requis si le grain était en ROB, et donc une déformation libre plus importante. Ainsi, plus l'angle de déviation à la ROB entre α_{GB} et β_2 est élevé, plus l'énergie élastique associée sera élevée. Le variant choisit ainsi son orientation de manière à minimiser l'énergie élastique i.e. à être en ROB avec un grain β tout en minimisant l'écart à la ROB avec le second.

Sachant que le matériau étudié présente une distribution d'orientation des grains β, les sites de germination auront des configurations différentes conduisant à des énergies élastiques associées à la formation du germe différentes. Les valeurs élevées de $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ en début de transformation, puis leur diminution pendant la transformation montrent que les grains α_{GB} respectant le critère SV2 (et donc SV1) ont une cinétique de formation plus rapide que les autres car ils ont des conditions de transformation plus favorables, en termes d'énergie élastique moins élevée. C'est seulement après des temps de transformation plus grands que les grains α_{GB} d'orientations cristallographiques moins favorables sont formés, ce qui conduit à une diminution de $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$.
Comme la distribution de sites est similaire pour les trois températures de transformation, nous obtenons en fin de transformation des valeurs similaires pour $\mathbf{L_{SV1}^{\omega<8^\circ}}$ et $\mathbf{L_{SV2}^{\omega<8^\circ}}$. L'augmentation de la force motrice de transformation ne conduit pas à former des variants dont l'énergie élastique est plus élevée (moins favorables). Par contre elle influence la cinétique d'occupation des sites. Ce sont toujours les mêmes variants favorables qui sont formés mais ils apparaissent plus rapidement.

Le fait que les critères de SV ne soient jamais vérifiés systématiquement (à 100%) s'explique d'abord par les paramètres cristallographiques des JDGs qui ne sont pas toujours favorables. Par exemple pour le critère SV1, une augmentation de l'angle ω tend à diminuer sa fréquence d'occurrence. Par ailleurs, il est probable que tous les critères de SV ne peuvent toujours être vérifiés simultanément. Les critères SV1 et SV2 sont proches, mais il faudrait établir expérimentalement dans quelle mesure ils sont compatibles avec le critère SV3. La Figure Figure 3-16b suggère qu'en l'absence de SV3, le critère SV1 serait respecté, tandis que l'occurrence de SV3 n'empêcherait pas l'occurrence de SV1. Cependant nos résultats expérimentaux ne permettent pas de conclure, n'étant pas statistiques. A l'avenir, l'utilisation de nouvelles techniques de caractérisation tridimensionnelle devrait permettre d'étudier le critère SV3 de manière statistique.

Les travaux récents de simulation numérique de l'énergie élastique associée à la formation d'une plaquette α très fine (Shi et al., 2012; Cottura et al., 2014; Settefrati, 2012) montrent que l'énergie élastique est minimale pour certaines orientations spécifiques de la plaquette (i.e. pour les orientations pour lesquelles le plan d'interface correspond au plan d'habitat de la plaquette). Tout écart d'orientation de la plaquette par rapport à ce plan conduit à une contribution plus élevée de l'énergie élastique. Ainsi, l'énergie élastique serait minimale si le PJDG correspond au plan d'habitat entre grain β et précipité α, comme l'a récemment suggéré Shi (Shi et al., 2014).
Nous pouvons donc considérer qu'un joint de grains β/β qui aurait une orientation correspondant à celle du plan d'habitat du variant α serait favorisé puisque la distorsion y est minimale.
L'observation de grains α_{GB} sur les joints de grains plissés est peut être le signe d'une telle sélection, notamment pour le variant i du grain observé en 3D. En effet, pour ces grains α_{GB} le plan d'habitat est faiblement désorienté ($\chi = 12°$) par rapport au plan de joint de grains estimé.

3.5.2. Formation des colonies α_{WGB}

3.5.2.1. Emission des colonies α_{WGB} à partir des grains/liserés α_{GB}

Après germination le grain α_{GB} croît en mouillant le JDG et en s'épaississant. Il est montré en Annexe A que l'épaisseur des liserés α_{GB} décroît avec la température de transformation de phase. Ce résultat avait déjà été observé pour l'alliage β-Cez (Laude, 1997). La croissance considérée en front plan et conduisant à l'épaississement des grains α_{GB} est ralentie voire stoppée et remplacée par une croissance de ces mêmes grains α_{GB} sous forme lamellaire.

Notre caractérisation 3D permet d'affirmer qu'une colonie est toujours émise par un grain α_{GB}. Les mesures d'orientations des stades avancés de la précipitation nous ont permis d'identifier des conditions d'émission de colonies α_{WGB} à partir de leurs précurseurs α_{GB}. Les colonies sont dans la plupart des cas émises à partir de l'interface α_{GB}/β en ROB. Mais elles peuvent

néanmoins être émises à partir de la seconde interface α_{GB}/β non en ROB, à condition que l'angle de déviation à la ROB soit faible. L'angle critique identifié est de 6°. Il ne dépend pas de la température de transformation.

Une colonie croît toujours parfaitement en ROB avec son grain β parent. Son émission à partir d'une interface α_{GB}/β quelque peu écartée de la ROB s'accompagne d'une désorientation progressive entre α_{GB} (légèrement écarté de la ROB) et α_{WGB} (strictement en ROB).
De plus, la lamelle qui croît voit son orientation morphologique modifiée. Chaque lamelle α_{WGB} croît selon une direction bien définie qui correspond à la ligne invariante du variant considéré, comme nous l'avons montré en Annexe B. D'après (Shi et al., 2012; Cottura et al., 2014; Appolaire, 2013; Settefrati, 2012), cette configuration conduit à minimiser l'énergie élastique associée à la croissance des colonies α_{WGB}.

Ainsi nous pouvons comprendre la transition α_{GB}/α_{WGB} comme une modification du mode de croissance contrôlée par une minimisation de l'énergie élastique.
La croissance en front plan des liserés α_{GB} est coûteuse en énergie. En effet, un grain α_{GB} est rarement strictement en ROB avec le grain β parent. Sa déformation libre est donc légèrement plus élevée que celle pour un respect strict de la ROB. Une modification de l'orientation cristalline vers une ROB stricte permet de réduire l'énergie élastique. De plus, le front de croissance plan (sensiblement parallèle au plan du joint de grains) correspond très rarement au plan d'habitat. Si on se réfère aux évolutions d'énergie élastique calculées pour une plaquette infinie en fonction de son orientation dans le grain β parent, l'énergie élastique est minimale si les faces de la plaquette correspondent au plan d'habitat. Ainsi une minimisation de l'énergie élastique est obtenue avec un changement de la direction de croissance du grain α_{GB} selon une direction qui suit la ligne invariante et en modifiant la morphologie vers celle d'une plaquette dont la facette large est le plan d'habitat. Cette formation de lamelles conduit bien sûr à une augmentation de l'énergie d'interface, mais la diminution de l'énergie élastique doit être bien plus conséquente. De plus, la vitesse de croissance de cette morphologie lamellaire est bien supérieure à la vitesse de croissance en front plan (Cottura et al., 2014).

Ce phénomène est bien observé expérimentalement avec la déstabilisation du front de croissance si $\Omega < 6°$. Si $\Omega > 6°$, les énergies d'interfaces et l'énergie élastique seraient trop importantes, le liseré α_{GB} n'émet pas de colonie.

La température de transformation a un rôle important sur cette transition α_{GB}/α_{WGB}. En effet, l'épaisseur des liserés α_{GB} est plus élevée à plus haute température. L'influence de la température peut être liée à l'influence de l'accommodation plastique sur l'énergie élastique. En effet, dans toutes nos discussions précédentes, nous n'avons pas mis en avant la possibilité de réduire l'énergie élastique par la prise en compte de dislocations aux interfaces comme l'a suggéré Shi (Shi et al., 2012), ou même du glissement plastique dans les phases pour accommoder les déformations de transformation. Il faut souligner qu'une telle minimisation de l'énergie élastique ne change pas l'existence de minima pour l'orientation de la plaquette ; elle

change légèrement le plan d'habitat (Shi et al., 2012). Ainsi à haute température, une accommodation par glissement plastique peut retarder les conditions critiques permettant d'émettre une colonie. Lorsque la transformation se produit à plus basse température, d'une part la force motrice est plus élevée et d'autre part l'énergie élastique est également plus élevée. Ces deux facteurs peuvent contribuer à déstabiliser plus rapidement la croissance du front plan en formant des lamelles. Des simulations numériques comme celles réalisées par Cottura et Shi seraient intéressantes à mener pour analyser plus avant le rôle de la force motrice et celui de l'énergie élastique et en considérant différents modes d'accommodation (introduction de dislocations aux interfaces ou glissement plastique dans les phases).

3.5.2.2. Conséquence sur la microtexture α

En fin de transformation, la fraction surfacique de la morphologie α_{WGB} représente environ 98% de la surface totale de phase α, c'est elle qui va déterminer la force de la microtexture finale. Nous avons observé que le nombre moyen de variants α_{WGB} par grain β (noté $\overline{\mathrm{N_{WGB}}}$) augmente lorsque la température de transformation diminue. Au même titre, la fraction surfacique de la plus grande colonie α_{WGB} (notée $\overline{\mathrm{S^1_{WGB}}}$) diminue avec la température.

On pourrait supposer que l'augmentation de $\overline{\mathrm{N_{WGB}}}$ lorsque la température baisse provient de la plus grande force motrice de transformation, conduisant à former davantage de grains α_{GB} précurseurs. Les mesures statistiques de nombre de grains α_{GB} et de colonies α_{WGB} par grain β permettent d'examiner cette interprétation.
On définit par $\overline{\mathrm{N_{GB}}}$ le nombre de grains α_{GB} par grain β (différent de $\mathrm{n_{GB}}$, le nombre de grains α_{GB} par JDG β/β, considéré en 3.1.3). La Figure 3-36 montre les valeurs de $\overline{\mathrm{N_{GB}}}$ mesurées pour chaque état transformé. On observe qu'en fin de transformation, $\overline{\mathrm{N_{GB}}}$ augmente peu lorsque la température de transformation diminue, valant 4,9, 5,1 et 6,2 à 830, 800°C et 750°C. Au contraire, l'augmentation relative de $\overline{\mathrm{N_{WGB}}}$ est élevée. $\overline{\mathrm{N_{WGB}}}$ augmente d'un facteur 2,1 en passant de 830°C à 750°C alors que $\overline{\mathrm{N_{GB}}}$ n'augmente que d'un facteur 1,3. Ainsi, l'accroissement de $\overline{\mathrm{N_{WGB}}}$ ne peut pas être totalement expliqué par l'augmentation de précurseurs α_{GB}. Par ailleurs, elle ne peut pas s'expliquer non plus par un plus grand nombre de colonies émises par grain α_{GB}. Comme on l'avait observé en section 3.3.1, les grains α_{GB} n'émettent pas en moyenne plus de colonies lorsque la force motrice est augmentée.

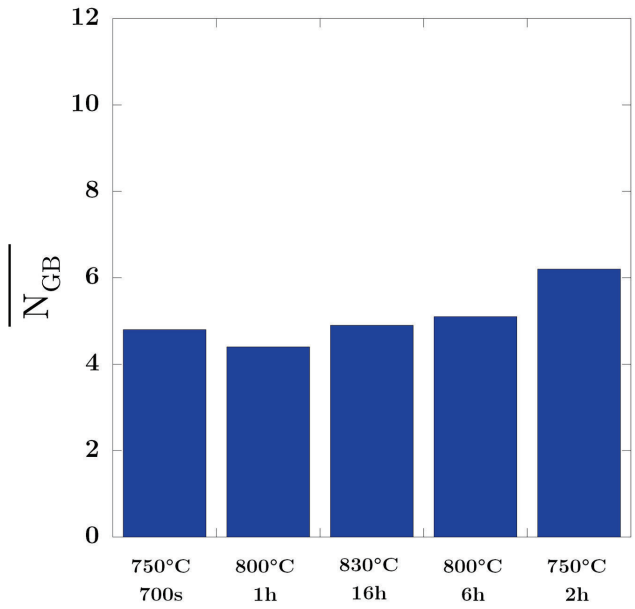

Figure 3-36 : $\overline{N_{GB}}$, le nombre moyen de grains α_{GB} par grain β

Une explication de l'augmentation de $\overline{N_{WGB}}$ à plus basse température de transformation repose sur la cinétique plus rapide de formation des grains α_{GB}, précurseurs des colonies. Le schéma en Figure 3-37 compare la séquence de précipitation α aux JDGs β/β à 750 et 800°C. Aux deux températures, la phase α commence à se former aux JTs. Comme on l'a vu précédemment, le nombre de grains α_{GB} est sensiblement le même. La différence entre les deux températures est la cinétique de formation des grains α_{GB}, qui est plus rapide à plus basse température. La Figure 3-37 schématise les conséquences sur le développement des colonies. A 800°C, la formation plus lente des grains α_{GB} a pour conséquence l'émission de colonies uniquement par les grains α_{GB} précoces. Ces premières colonies empêchent les autres colonies de se former par la suite, conduisant à une plus faible valeur de $\overline{N_{WGB}}$. Au contraire, à 750°C, la formation plus rapide des grains α_{GB} permet aux colonies d'être émises puis de croître simultanément, sans se gêner mutuellement, conduisant à une plus grande valeur de $\overline{N_{WGB}}$. L'augmentation de $\overline{S^1_{WGB}}$ avec la température conforte ce mécanisme.

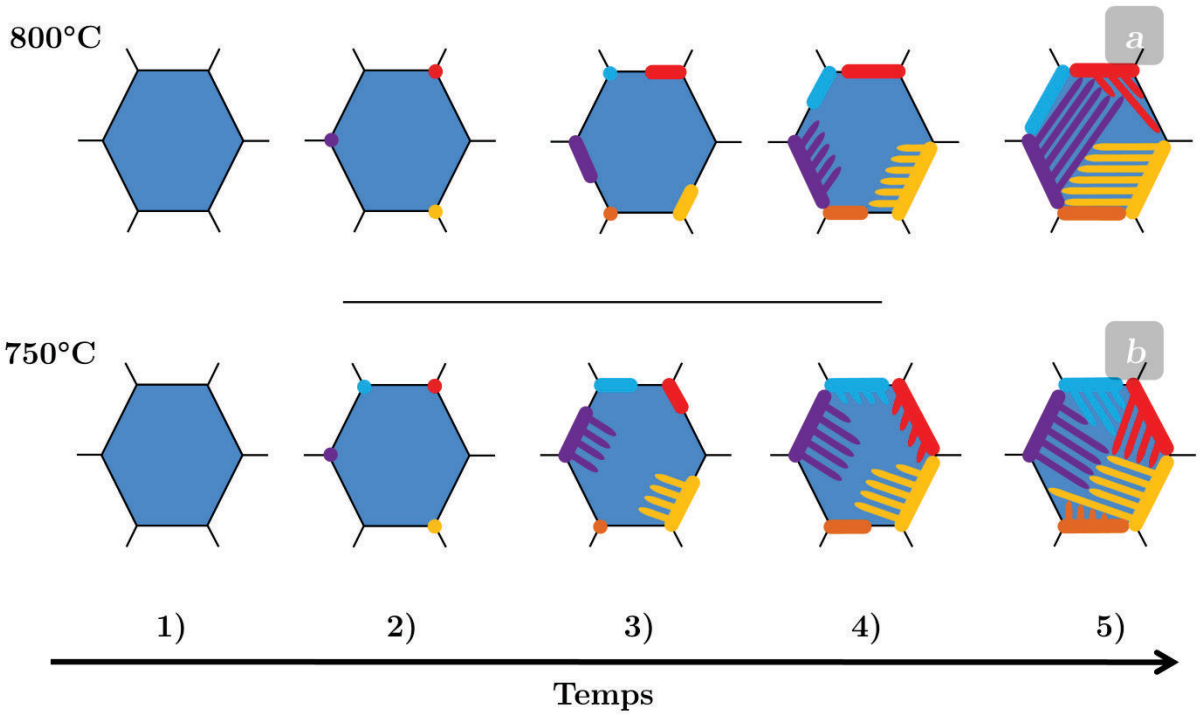

Figure 3-37 : Schéma de la séquence de précipitation de la phase α aux joints de grains β/β à 750°C et 800°C: 1) avant précipitation; 2) début de formation des grains α_{GB} aux joints triples β ; 3) et 4) décoration des joints de grains β/β par les grains α_{GB} et émission des colonies α_{WGB} dans le grain β ; 5) fin de transformation

3.6. Conclusions partielles

Dans le domaine de température de transformation étudié nous avons confirmé que la séquence de transformation se composait d'une germination aux PQs et JTs, suivie d'une croissance le long des JDGs. Cette première phase se caractérise par une sélection de variants notable. 80% des premiers grains formés suivent le critère SV2 (et donc SV1) récemment proposé par Shi (Shi et al., 2014). Les sites de germination ayant des configurations plus couteûses quant aux énergies mises en jeu se forment ultérieurement. Nous avons également montré que le critère SV3 est actif, mais n'avons pu établir une évolution cinétique de l'occurrence du critère. Nous avons lié les critères observés à l'énergie élastique mise en jeu lors de la formation de ces grains aux joints β_1/β_2.

Quelle que soit la température étudiée, la sélection de variants suit une même évolution en fonction de l'occupation des joints de grains/sites de germination. Une augmentation de la force motrice de transformation ne fait qu'accélérer la cinétique d'occupation des sites mais ne modifie pas le choix du variant sélectionné. Cette sélection de variants peut être analysée comme le choix du variant qui minimise l'énergie élastique.

La caractérisation 3D de la microstructure a clairement démontré qu'une colonie α_{WGB} est toujours émise à partir d'un précurseur α_{GB} dont elle hérite l'orientation cristallographique. Les

lamelles formées sont donc issues d'une modification du mode de croissance du grain α_{GB} qui minimise l'énergie élastique. L'orientation cristallographique de la lamelle évolue progressivement depuis celle d'α_{GB} pour respecter strictement la ROB. De plus, les lamelles ont leurs faces larges parallèles au plan d'habitat.

Enfin nous montrons d'une part que la microtexture de transformation est liée à la cinétique de germination et croissance des grains α_{GB} et d'autre part que les mêmes mécanismes sont actifs en RC.

Chapitre IV :

4. Influence d'une déformation préalable en β sur la formation des microtextures α aux JDGs β/β

L'objectif de ce chapitre consiste à déterminer l'influence d'une déformation plastique préalable dans le domaine β sur la formation des microtextures des phases : α_{GB} et α_{WGB} formées lors du refroidissement depuis le domaine β. Pour cela, différents traitements thermomécaniques ont été effectués, en faisant varier les conditions de déformation et de transformation de phase, jouant directement sur les cinétiques de transformation de phase : la vitesse de déformation, la température de transformation en conditions isothermes et la vitesse de refroidissement en condition anisotherme (Chaussy & Driver, 1996; Laude et al., 1996).

Nous analysons d'abord l'influence de la déformation plastique sur la microtexture β de déformation. Après avoir identifié les mécanismes de déformation et caractérisé la sous-structure formée, nous examinerons les changements de texture liés aux traitements thermomécaniques.

Nous discutons ensuite de l'influence de la microstructure β de déformation sur la séquence de précipitation et sur la sélection de variants aux JDGs β/β.

Nous étudions enfin la microtexture finale associée aux colonies α_{WGB} en comparant les résultats à ceux obtenus sur une microstructure non déformée.

4.1. Influence de la déformation sur la microtexture β

4.1.1. Microstructure de déformation

Les traitements thermomécaniques effectués, comprenant une déformation plastique par traction de la phase β, dont les détails sont précisés § 2.2.3.1, ont drastiquement modifié la microstructure β initiale. La Figure 4-1 compare des cartes EBSD en contraste de bande d'états trempés avec et sans déformation ($\varepsilon = 35\%, \dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$) effectuée à 800°C.

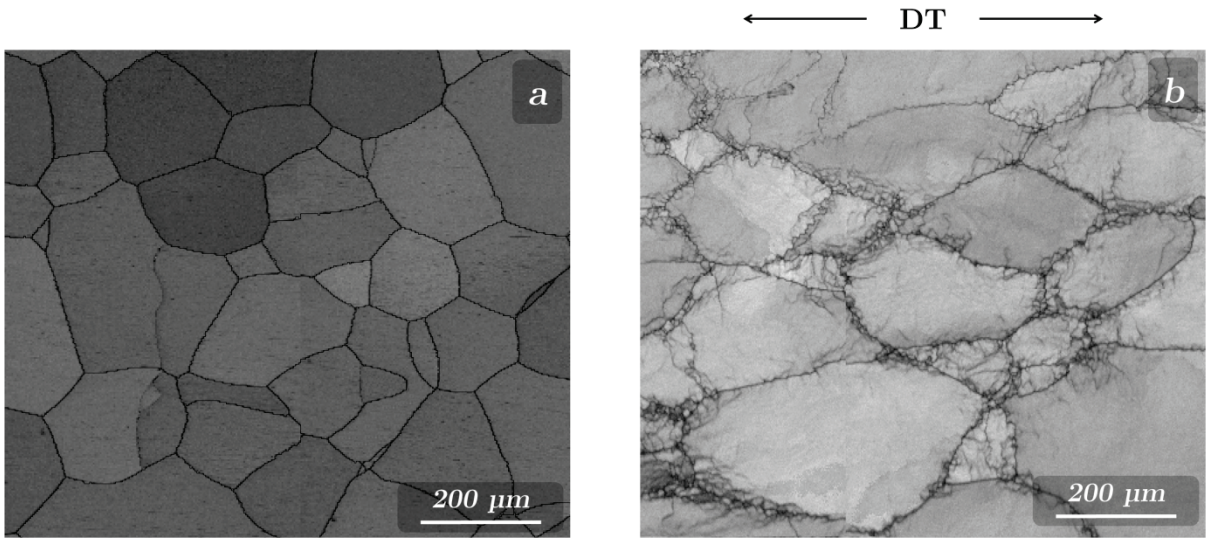

Figure 4-1 : Cartes EBSD (contraste de bandes) révélant la microstructure β trempée d'un état : a) non déformé; b) trempé à 800°C depuis le domaine β, déformé à $\varepsilon = 35\,\%$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$ puis trempé. Les JDGs β/β initiaux sont représentés par des lignes noires et les sous-JDGs β/β engendrés par la déformation par des lignes grises

La carte représentée Figure 4-1a montre une microstructure β trempée non déformée. Les grains β ont une forme équiaxe, délimités par des JDGs dont la désorientation est en majorité supérieure à 15°. Ces JDGs β/β sont en général rectilignes mais une faible proportion présente une faible courbure.

En comparaison, la Figure 4-1b montre une microstructure β trempée déformée. Les grains β perdent leur forme équiaxe pour s'allonger dans la direction de traction (DT). Les JDGs β/β initiaux agissent comme des puits absorbant les dislocations générées par la déformation, menant à modifier leur forme rectiligne vers une forme dentelée. Les dislocations générées au cours de la déformation, réarrangées par des mécanismes de restauration, ont engendré une sous-structure de déformation. La densité de dislocations étant très importante près des JDGs initiaux, cette sous-structure y est beaucoup plus marquée. Elle est composée de sous-JDGs, défauts quasi-plans faiblement désorientés. Ces sous-JDGs peuvent former de nouveaux sous-grains (Figure 4-2a), mais peuvent également constituer des interfaces β/β de faibles

désorientations formées à partir d'un JDGs initial et se propageant sur une distance de quelques dizaines de micromètres au sein des grains β (Figure 4-2b).

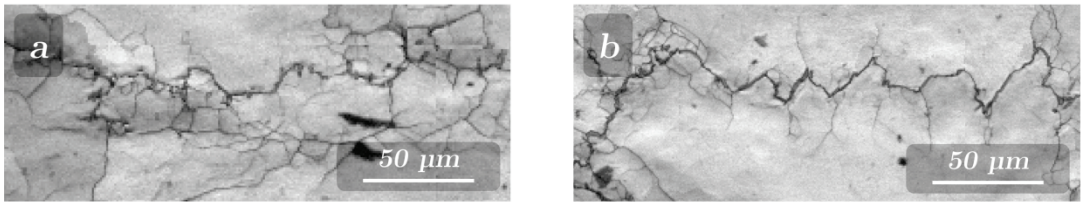

Figure 4-2 : Cartes EBSD de l'état déformé ($\varepsilon = 35\,\%$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$) et β trempé montrant : a) des sous-JDGs formant de nouveaux sous-grains β proches des grains β initiaux ; b) des sous-JDGs en cours de formation matérialisés par des parois faiblement désorientées isolées au sein des grains β initiaux

Ces sous-JDGs β/β sont localisés à proximité des JDGs β/β initiaux et plus particulièrement près des JTs. Leur désorientation est faible, comme le montre la Figure 4-3. Cette figure montre la longueur totale normalisée des sous-JDGs β/β présents sur la Figure 4-1b en fonction de leur désorientation. Ainsi, 85% des sous-JDGs β/β possèdent une désorientation inférieure à 6°, celle-ci pouvant atteindre 12° au maximum. La déformation au sein d'un grain dépendant de la sollicitation macroscopique et également de son voisinage ; la forme des grains β initiaux, des JDGs β/β, la sous-structure est variable selon les grains.

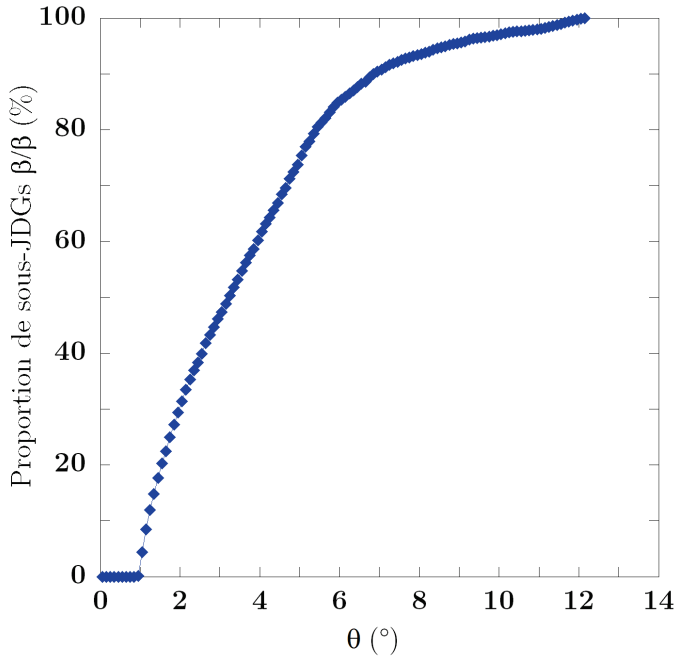

Figure 4-3 : Désorientation des sous-JDGs β/β générés par la déformation en fonction de leur longueur totale normalisée

Le taux et la vitesse de déformation appliqués sont trop faibles pour déclencher des mécanismes de recristallisation ($\varepsilon = 35\,\%$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$), l'écrouissage engendré restant faible. Néanmoins, les mécanismes de restauration dynamique sont efficaces, menant au changement de

morphologie des JDGs β/β initiaux et à la formation de la sous-structure constituée de sous-JDGs β/β faiblement désorientés.

4.1.2. Modification de la texture β

La Figure 4-4 compare les textures des états β trempés non déformé et déformé.

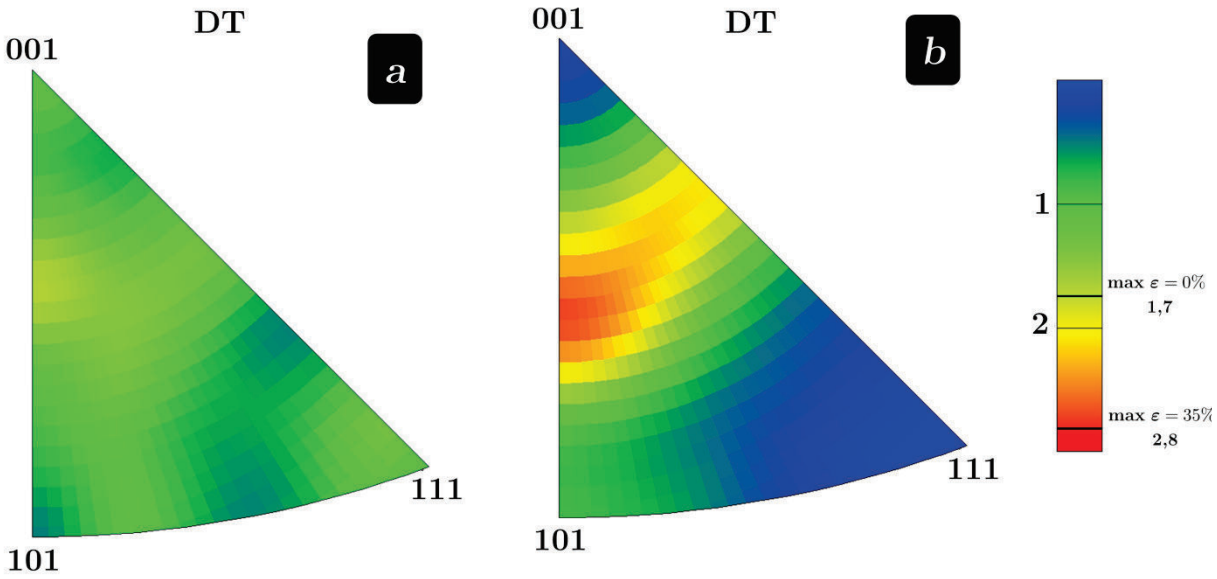

Figure 4-4 : Figures de pôles inverses orientées selon la direction longitudinale des éprouvettes : a) non déformé ; b) déformé

Cette analyse a été effectuée sur une surface de 4,8 mm² pour l'état non déformé et 3,4 mm² pour l'état déformé. Les données sont représentées sous forme de figures de pôles inverses (projection d'une direction macroscopique dans le repère fondamental du cristal β) par rapport à la même direction macroscopique, DT.

Comme la déformation est axisymétrique (selon DT), les variations de texture engendrées par la déformation ne sont observées que selon cette direction (Figure 4-4). L'intensité de la texture dépend du nombre de plans cristallographiques {hkl} perpendiculaires à la direction DT. L'éprouvette non déformée présente une distribution de texture quasiment uniforme, avec une composante proche de la direction <409> un peu plus marquée (max = 1,7). L'échantillon déformé expose approximativement la même distribution de texture, mais plus marquée, avec la composante proche de la direction <509> d'intensité 2,8 fois plus marquée qu'une texture uniforme. La déformation n'a ainsi pas généré de nouvelle texture, elle a simplement renforcé faiblement une fibre proche de <409>.

Néanmoins, même si le traitement thermomécanique n'a pas généré de texture marquée, on peut noter de forts gradients d'orientation au sein des grains β (Figure 4-5).

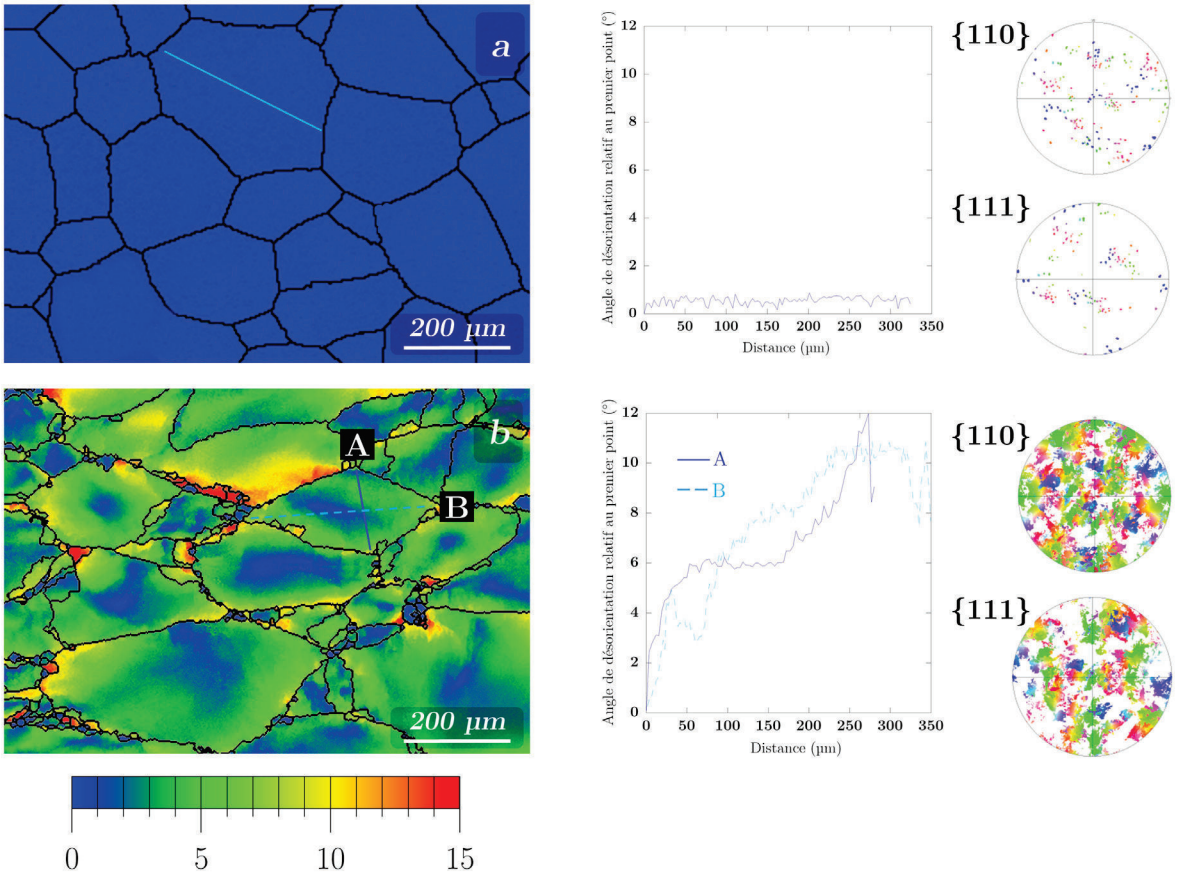

Figure 4-5 : Cartes EBSD en mode GROD mettant en exergue la désorientation des grains β d'un état β trempé : a) non déformé ; b) déformé. Sur les cartes figurent des profils de désorientation et à droite des profils sont montrées les figures de pôles $\{110\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$ correspondant aux cartes EBSD

Cette figure représente des cartes EBSD des états β trempés non déformés et déformés définies par un code de couleurs GROD (GRain Orientation Deviation). Cette représentation permet de mettre en exergue la désorientation au sein de chaque grain β : l'orientation moyenne de chaque grain β est calculée. Une couleur est ensuite attribuée à chaque pixel selon l'angle de désorientation entre son orientation et l'orientation moyenne du grain β (selon l'échelle définie Figure 4-5). Sur chacune des cartes EBSD sont représentés différents profils de désorientation tracés sur les courbes à droite des cartes. A l'extrême droite sont représentées les figures de pôles $\{110\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$ correspondant aux cartes EBSD.

Les grains β de la carte de l'état non déformé (Figure 4-5a) présentent un écart angulaire quasi nul à l'orientation moyenne du grain. De plus, le profil de désorientation oscille entre 0° et 1°, c'est-à-dire la précision de la mesure. Les figures de pôles $\{110\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$ montrent que chaque grain est représenté par l'intermédiaire de pôles bien distincts, il n'y a pas de dispersion. Ainsi chaque grain β possède une « mono-orientation ».

La carte EBSD correspondant à l'état déformé est très différente (Figure 4-5b). De forts gradients de GROD peuvent être remarqués, d'autant plus élevés qu'on se rapproche des JDGs β/β initiaux. Les valeurs de GROD atteignent 5-10° à proximité des JDGs β/β et dépassent 13° au voisinage des JTs β. Deux profils de désorientation ont été tracés sur un même grain, dans le sens long (noté A) et dans le sens travers (noté B). Contrairement aux grains recristallisés, l'angle de désorientation relatif au premier point peut atteindre 12°. A proximité des JTs, le profil évolue par paliers, l'angle de désorientation pouvant varier de plusieurs degrés d'un point au suivant. Ceci est corrélé aux incompatibilités de déformation de grains à grains et est directement corrélé à la présence des sous-JDGs, uniquement localisés près des JDGs initiaux. Au cœur des grains β, il n'y a pas de sous-structure marquée, aucune paroi ne provoque de saut de désorientation, celle-ci évolue continument, en raison de l'écoulement plastique plus homogène provoqué par la déformation par traction. Néanmoins, l'évolution de ces deux profils est bien différente, montrant que la déformation plastique de chaque grain dépend fortement de son voisinage.

4.2. Etats transformés après déformation en β

4.2.1. Description des différents états

Les états pré-déformés à 800°C ($\varepsilon = 35\,\%, \dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$), transformés en conditions isothermes à 750°C ou 800°C et arrêtés en température par trempe sont représentés sur les Figures 4-6 et 4-7. Les traitements thermomécaniques correspondants sont décrits en § 2.2.3.1. Dans la suite du manuscrit, les états déformés à ($\varepsilon = 35\,\%, \dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$) seront nommés : déf-X°C-Ys, X étant la température de maintien isotherme et Y la durée de ce maintien.

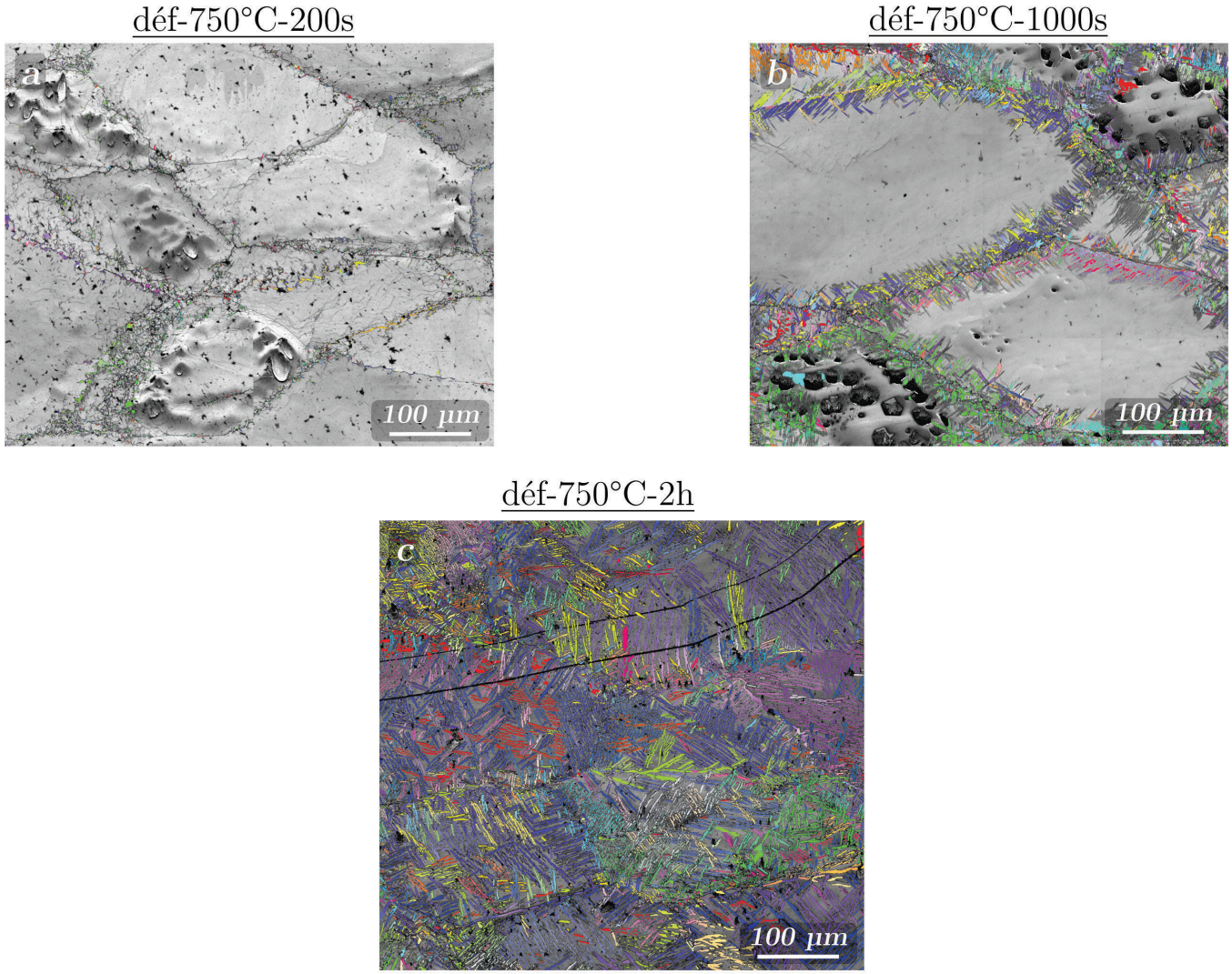

Figure 4-6 : Cartes EBSD (α : IPF/DT, β : contraste de bandes) des états déformés ($\varepsilon = 35\,\%$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$) : a) déf-750-°C-200s ; b) déf-750-1000s ; c) déf-750-2h

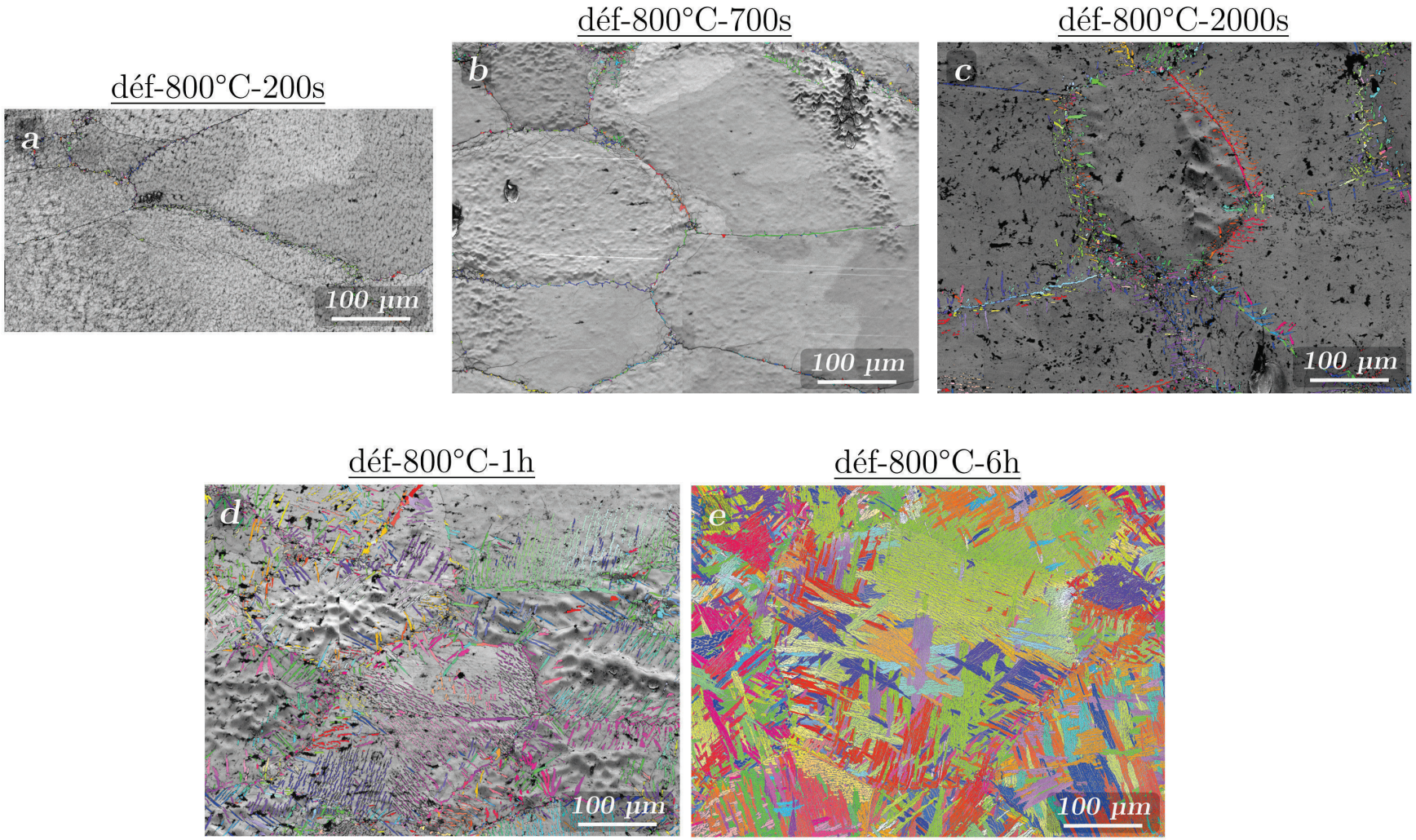

Figure 4-7 : Cartes EBSD (α : IPF/DT, β : contraste de bandes) des états déformés ($\varepsilon = 35\,\%$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\,s^{-1}$) : a) déf-800°C-200s ; b) déf-800°C-700s ; c) déf-800°C-2000s ; d) déf-800°C-1h ; déf-800°C-e)6h

Avant de discuter ces figures, il est important de préciser que les échantillons déformés ont été polis par polissage électrolytique. Les conditions utilisées n'étaient pas optimales, menant à des attaques par piqûres de la surface.

Les premiers germes sont localisés principalement sur les JDGs β/β initiaux. Une très faible minorité est constatable sur la sous structure. Les cartes EBSD en figures 4-6a et 4-6b correspondent aux premiers stades de la transformation (déf-750°C-200s et déf-800°C-200s), les grains α ont précipité mais n'ont pas encore eu le temps de croître le long du joint. Il est ainsi possible de localiser qualitativement les sites de germination. Aucun germe n'a été détecté au cœur des grains β, la seule morphologie visible est α_{GB}. Nous pouvons ainsi affirmer que la présence de la sous-structure n'a pas induit de précipitation α intragranulaire. La Figure 4-8 montre un JDG ayant subi la pré-déformation et transformé pendant 200 s à 800°C.

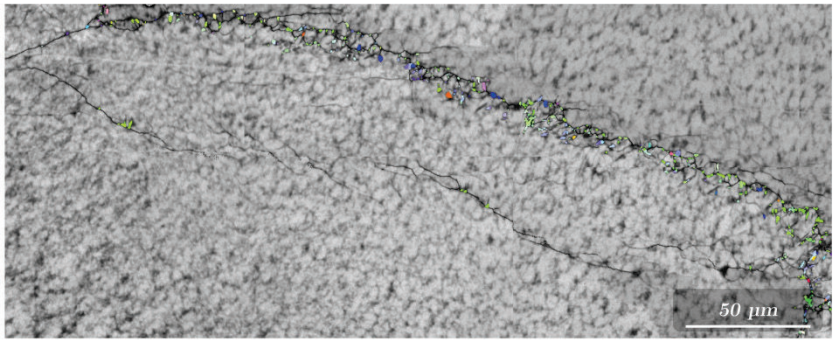

Figure 4-8 : Carte EBSD (α : IPF/DT, β : contraste de bandes) représentant un JDGs β/β déformé faiblement transformé (déf-800°C-200s)

Comme décrit précédemment (§ 4.1.1), le JDGs β/β est très déformé, il présente de nombreuses dentelures/serrations. Plusieurs germes α_{GB} se sont formés tout le long du JDG, présentant des couleurs, et donc des variants différents. Sept variants α différents sont ainsi détectés, certains d'entre eux (comme le vert) sont retrouvés à différents endroits du JDG. Proche du JDG, il est difficile de discerner les serrations des sous-JDGs, mais il est aisément visible que la sous-structure sert très peu de sites de germination en particulier si on considère les parois situées à l'écart du JDG initial. Les Figures 4-6b, 4-7b, 4-7c et 4-7d montrent les états intermédiaires. Après avoir décoré les JDGs β/β (déf-800°C-700s, Figure 4-7b), les grains α_{GB} émettent des colonies. Il est notamment remarquable sur les Figures 4-7c et 4-7d, représentant respectivement les états transformés pendant 2000s et 1h à 800°C, que les colonies α_{WGB} envahissent progressivement les grains β depuis les JDGs β/β. La cinétique de croissance des colonies α_{WGB} ne semble pas affectée par la microstructure de déformation, les sous-JDGs ne constituent pas de barrières à leur propagation. Le cœur des grains β est toujours vierge, montrant encore une fois qu'il n'y a pas de germination intragranulaire, l'augmentation du taux de phase α n'est attribué qu'à la croissance des colonies α_{WGB}. La Figure 4-9a montre que les colonies α_{WGB} sont émises par des précurseurs α_{GB} dont ils héritent de l'orientation, comme

cela a été montré en § 3.1.2 sur un état non déformé (800°C-16h). Néanmoins, aucun pixel ne lie les colonies de leur précurseur, montrant la complexité des morphologies 3D.

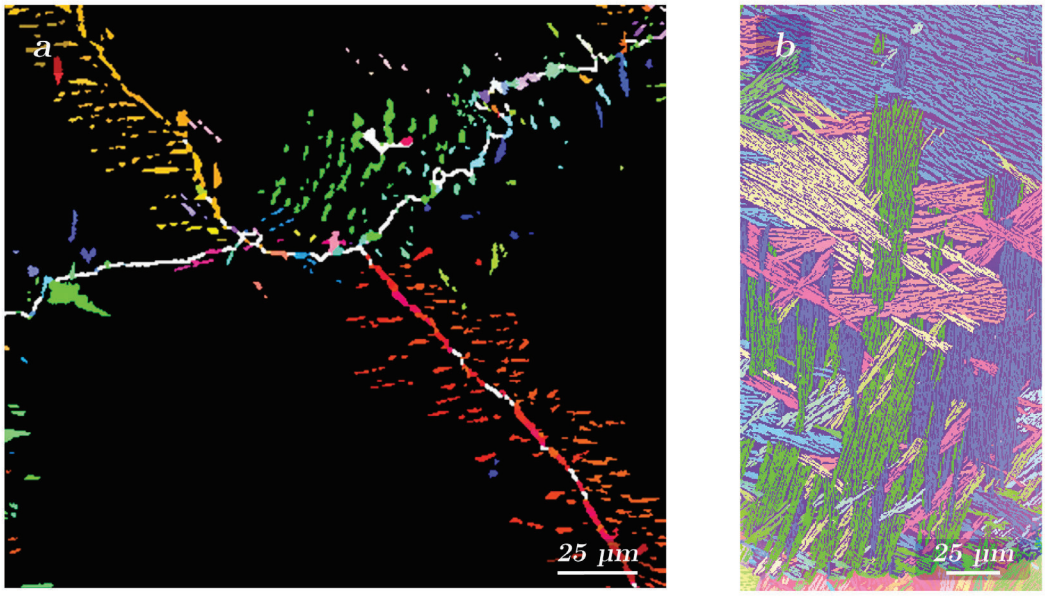

Figure 4-9 : a) Carte EBSD (α : IPF/DT, β : noir) de l'état déf-800°C-2000s. Les lignes blanches représentent les interfaces β/β ; b) Carte EBSD (α et β : IPF/DT) de l'état déf-800°C-6h

En fin de transformation (Figures 4-6c et 4-7e), les grains β sont complètement envahis par les colonies α_{WGB}. Les colonies se sont développées jusqu'à l'intérieur des grains β malgré la présence de la sous-structure. Malgré cela, la morphologie des colonies α_{WGB} est beaucoup plus enchevêtrée que celle d'un état non déformé. Elle ressemble davantage à une morphologie en panier tressé caractéristique d'une microstructure α_{WI} à la seule différence que les lamelles indépendantes α_{WI} entremêlées sont remplacées par les paquets de lamelles de Widmanstätten α_{WGB}. Sur une coupe métallographique, une même colonie α_{WGB} peut-être fragmentée, entrecoupée par le passage d'autres colonies α_{WGB} orientées différemment, comme illustré par la colonie α_{WGB} verte en Figure 4-9b.

4.2.2. Cinétiques de transformation de phase

Laude et Chaussy (Chaussy, 1996; Laude, 1997) avaient montré, sur l'alliage de titane β-cez, qu'une pré-déformation dans le domaine β accélérait grandement les cinétiques de transformation de phase (voir § 1.3.3.1). Les traitements thermomécaniques ont été réalisés sans résistivimétrie afin d'être le plus proche possible de la température réelle. Nous allons comparer le taux de phase α formé à 800°C pour des maintiens de 700 s et de 1 h des états non déformé et déformé (Figure 4-10).

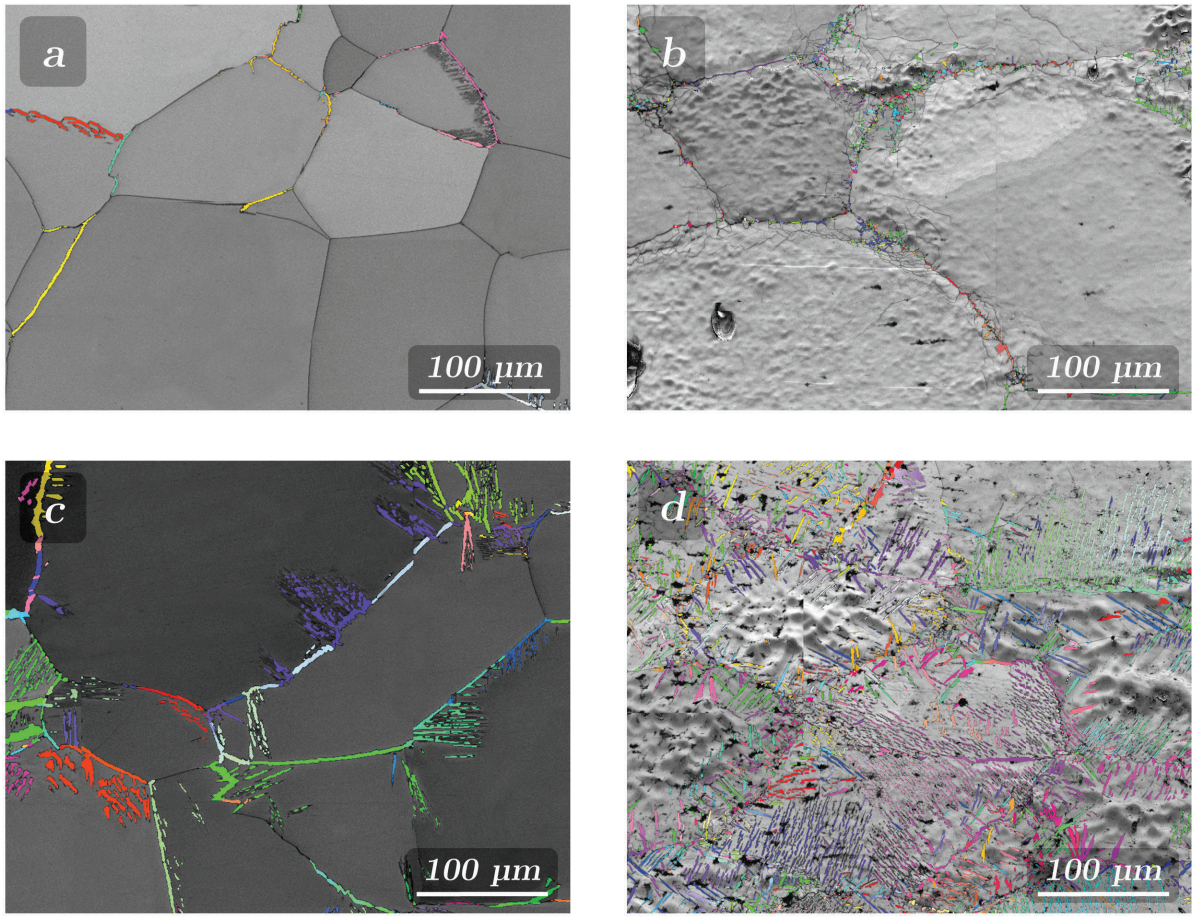

Figure 4-10 : Cartes EBSD (α : IPF/DT, β : contraste de bandes) des états : a) 800°C-700s ; b) déf-800°C-700s ; c) 800°C-1h ; d) déf-800°C-1h

Pour une durée et une température données, la séquence de précipitation a atteint un stade plus avancé pour les états déformés (Figures 4-10b et 4-10d) que pour les états non déformés (Figures 4-10a et 4-10c). Pour un maintien de 700s, une faible fraction de JDGs β/β est décorée de liserés α_{GB} pour l'état non déformé. En comparaison, la quasi-totalité des JDGs β/β initiaux est décorée pour l'état déformé. A 1h de maintien, même si le taux de JDGs décorés est quasiment équivalent pour les deux états (81% pour le non déformé et proche de 100% pour le déformé), les colonies α_{WGB} ont atteint le cœur de nombreux grains β pour l'état déformé alors qu'elles n'occupent que la périphérie des grains β pour l'état non déformé. Le taux de phase α est donc moins élevé dans ce dernier cas. On remarque que la longueur des lamelles dans les colonies n'est pas sensiblement différente entre les états déformé et non déformé. Cela démontre, comme l'avait souligné Laude, que la cinétique globale plus rapide provient des JDGs qui sont plus rapidement décorés. L'émission de colonies α_{WGB} démarre donc plus tôt lorsque l'échantillon est pré-déformé, mais la vitesse de croissance des colonies n'est pas affectée de manière significative.

Des mesures quantitatives de fraction de phase volumique viennent compléter cette analyse, réalisées d'une part par Teixeira (Da Costa Teixeira, 2005) par diffraction des rayons X sur les états non déformés, et d'autre part dans le cadre de cette étude par analyse d'images à partir de 30 à 40 micrographies MEB/BSE représentant une surface de plus de 2 mm². Ainsi à 800°C, 3%$_{vol.}$ et 6,5%$_{vol.}$ de phase α ont été formés pour les états non déformés pour des durées de maintien respectives de 700s et 1h, contre 4,5%$_{vol.}$ et 16%$_{vol.}$ pour les états déformés.

4.3. Microtexture α_{GB}

4.3.1. Maintien de la Relation d'Orientation de Burgers

Les cartes en contraste de bandes (Figures 4-11a et 4-11b) indiquent les angles de déviation à la ROB aux interfaces α/β. De même que pour les états non déformés, la plupart des liserés α_{GB} possèdent une interface en ROB avec l'un des deux grains β, tandis que l'autre interface dévie de la ROB avec un angle généralement élevé. On note de nouveau ces interfaces Γ_1 et Γ_2 et les angles d'écart à la ROB Ω_1 et Ω_2.
Les distributions d'angles Ω_1 et Ω_2 sont tracées en Figure 14-11b, avec les résultats des états non déformés pour comparaison. Les distributions d'angles Ω_1 sont très similaires pour les deux états déformé et non déformé : 90% des angles Ω_1 sont inférieurs à 5°, la valeur maximum avoisinant 20°.
En revanche, l'interface Γ_2 présente des écarts à la ROB différents pour les deux états. Pour l'état déformé, les angles Ω_2 sont distribués sur des valeurs plus faibles que pour l'état non déformé. Les distributions sont en revanche similaires au-delà d'un angle de 30°, représentant dans les deux cas environ 10% des interfaces. Dans les deux cas, la valeur maximum de Ω_2 atteint 40°.
La courbe $\Omega_{aléatoire}$ représente la distribution que devraient avoir les angles Ω_2 si les orientations étaient aléatoires (déjà montrée en § 3.1.4). Pour les deux cas déformé et non déformé, les angles Ω_2 sont distribués sur des valeurs plus faibles que les angles $\Omega_{aléatoire}$. L'écart entre distributions Ω_2 et $\Omega_{aléatoire}$ est plus important dans le cas déformé, ce qui suggère que la déformation a introduit des conditions locales conduisant à des phénomènes de sélection de variants plus marqués.

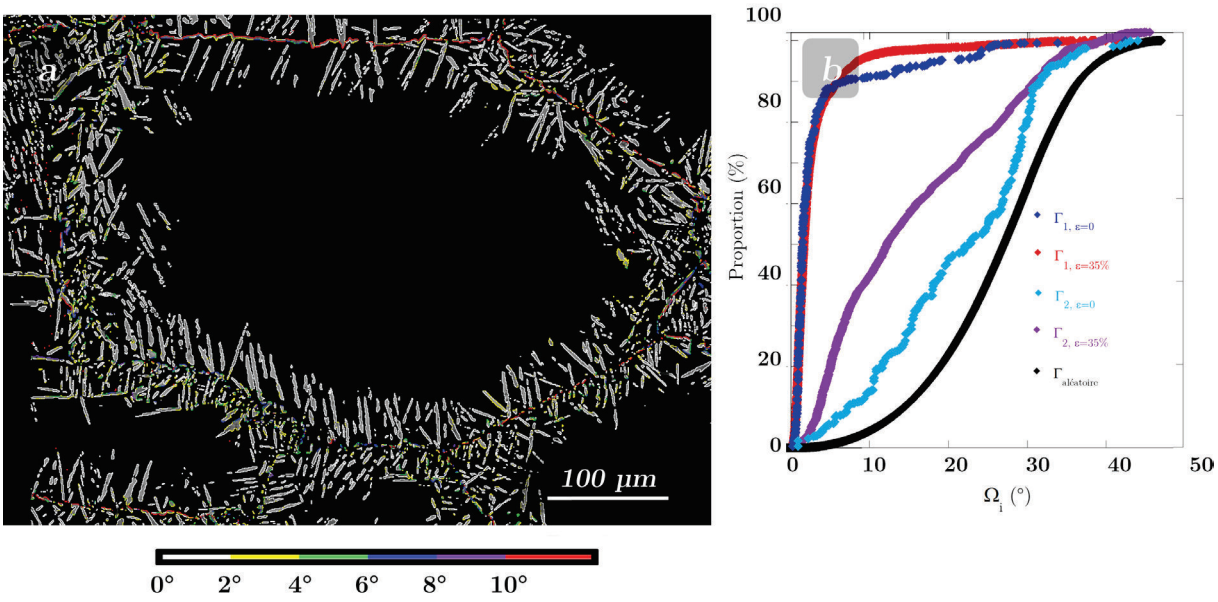

Figure 4-11 : a) Carte EBSD (α : contraste de bandes, β : noire) de l'état déf-800°C-1h. Ecarts à la ROB aux interfaces α/β représentés à l'aide d'un code de couleur ; b) Distribution des angles d'écart à la ROB Ω_1, Ω_2 des états déf-800°C-1h et 800°C-1h et distribution issue d'orientations aléatoires (sans ROB)

4.3.2. Précipitation de la phase α aux JDGs β/β

Afin de vérifier l'influence de la déformation sur la précipitation de α_{GB}, nous avons déterminé le nombre de sites de germination en mesurant n_{GB}, le nombre de variants α_{GB} différents par JDG β/β. n_{GB} est porté en fonction de la fraction volumique de phase α formée en Figure 4-12.

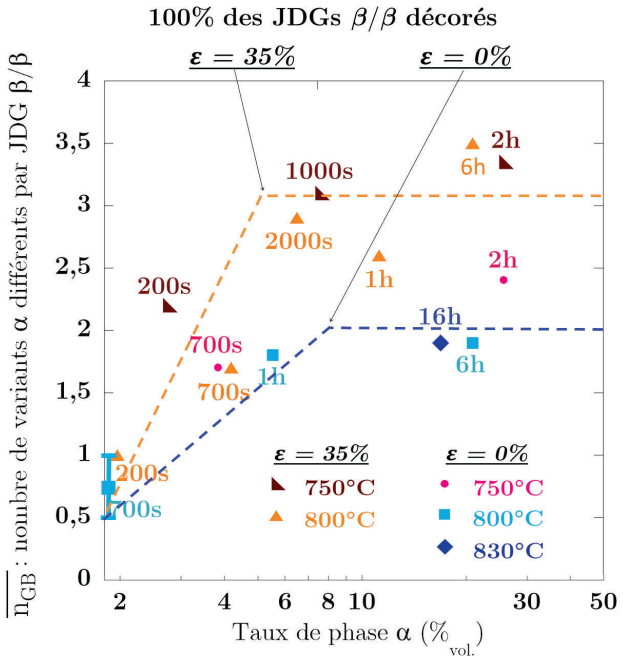

Figure 4-12 : Evolution de $\overline{n_{GB}}$, le nombre de variant α_{GB} par JDG β/β en fonction du taux de phase α formé, pour les états non déformés et déformés

Les échantillons ayant subi un traitement thermomécanique sont plus délicats à analyser par EBSD. En effet, les liserés α_{GB} sont plus fins et la présence des nouveaux défauts réduit le taux d'indexation près des JDGs β/β. Ainsi, de nombreux pixels de liserés α_{GB} ne sont pas indexés. Il faut donc être conscient que les valeurs en Figure 4-12 sont toujours sous estimées. Pour la même raison, il a été difficile de mesurer un taux de décoration des JDGs. C'est pourquoi les mesures de $\overline{n_{GB}}$ sont tracées en fonction de la fraction volumique de phase α. Approximativement, le taux de décoration des JDGs β/β est estimé proche de 100% entre 700s et 2000s à 800°C et entre 200s et 1000s à 750°C.

$\overline{n_{GB}}$ a augmenté progressivement au cours des maintiens à 750 et 800°C. La cinétique a été plus rapide à 750 qu'à 800°C. Par exemple au bout de 200 s, $\overline{n_{GB}}$ valait respectivement 1 (800°C) et 2,2 (750°C). Lorsque les JDGs ont été entièrement décorés, $\overline{n_{GB}}$ s'est stabilisé à 3,3 et 3,4 respectivement. On retrouve donc les mêmes tendances que pour les états non déformés : décoration progressive des JDGs, cinétique plus rapide à 750 qu'à 800°C, mais pas d'effet de la température sur la valeur finale de $\overline{n_{GB}}$.
En revanche pour une température donnée, la déformation préalable a entraîné une cinétique de précipitation plus rapide. Par exemple, après 700 s de maintien à 800°C, $\overline{n_{GB}}$ était inférieur à 1 pour l'état non déformé et valait 1,7 pour l'état déformé. Après 6h à 800°C, $\overline{n_{GB}}$ valait 1,9 pour l'état non déformé et 3,5 pour l'état déformé. Enfin, la déformation préalable a eu pour effet d'augmenter la valeur de stabilisation de $\overline{n_{GB}}$, comprise entre 3,3 et 3,4 après une pré-déformation et entre 1,8 et 2,4 sans pré-déformation.

Pour conclure, une pré-déformation à 800°C de 35% à une vitesse de 10^{-2} s^{-1} n'a pas modifié les étapes de la séquence de précipitation ni les morphologies α formées. Cependant, $\overline{n_{GB}}$, le nombre moyen de variants α_{GB} par JDG β/β, a été sensiblement augmenté. Cela implique que de nouveaux sites de germination ont été introduits par la déformation, en plus des JTs β. Il est intéressant de remarquer en Figure 4-8 un JDG β/β déformé et transformé 200s à 800°C dont le nombre de variants α_{GB} différents formés est de sept. Le nombre de sites de germination sur ce JDG est donc de sept au minimum, mais on peut voir que plusieurs sites ont formé le même variant. Le nombre de grains α_{GB} individuels est donc beaucoup plus élevé que le nombre de variants. Néanmoins, même si le nombre de sites de germination augmente, ceux-ci ne sont pas tous occupés simultanément, montrant comme pour les états non déformés que certains sites sont plus efficaces que d'autres.

4.3.3. Quantification de la sélection de variants aux JDGs β/β

4.3.3.1. Critère SV1

Le critère SV1 a été étudié statistiquement à l'aide de l'algorithme AMAP. Pour chaque état déformé, entre 4 et 6 cartes EBSD d'une surface moyenne de 500 x 500 µm² ont été analysées. Une pré-déformation réduisant la qualité des clichés de Kikuchi à cause des nouveaux défauts et des grains α_{GB} plus fins, certains grains α_{GB} ne sont pas indexés. Cependant, cette étude statistique est réalisée sur une moyenne de 30 mm de JDGs β/β, par conséquent même si certains liserés ne sont pas indexés, les données moyennées sont représentatives de la microtexture.

La fréquence linéique d'occurrence du critère SV1, $L_{SV1}^{\omega \leq 8^\circ}$ est tracée en Figure 4-13 en fonction du taux de phase α. $L_{SV1}^{\omega \leq 8^\circ}$ ne varie pas de manière significative au cours de la transformation. Elle est comprise entre 56% et 54% pour les états les moins transformés (800°C–200s et 750°C–700s) et entre 40% et 49% pour les états plus avancés. Le comportement est similaire pour les deux températures que ce soit en début ou en fin de transformation.

Ces tendances sont différentes de celles sans pré-déformation (voir § 3.2.1). En revanche, le critère SV1 a été plus fréquemment respecté après déformation plastique, avec un écart de 5 à 10%. L'augmentation du nombre de variants α_{GB} induite par la pré-déformation n'a donc pas réduit la fréquence de SV1. Au contraire, elle était systématiquement plus élevée. Différentes interprétations peuvent être proposées :

- Les grains α_{GB} formés dans une microstructure β déformée présentent des interfaces $\square_2$ plus proches de la ROB ($\square_2$ plus faible) que dans le cas d'une microstructure β recristallisée (voir section 4.3.1).

- Il peut s'agir d'un effet de cinétique de décoration des JDGs : celle-ci étant plus rapide après une pré-déformation, on favorise les α_{GB} respectant le critère SV1, car ce sont les plus rapides à se former.

- Enfin il peut s'agir d'un biais de mesure lié à la difficulté d'indexer les grains α_{GB} les plus fins.

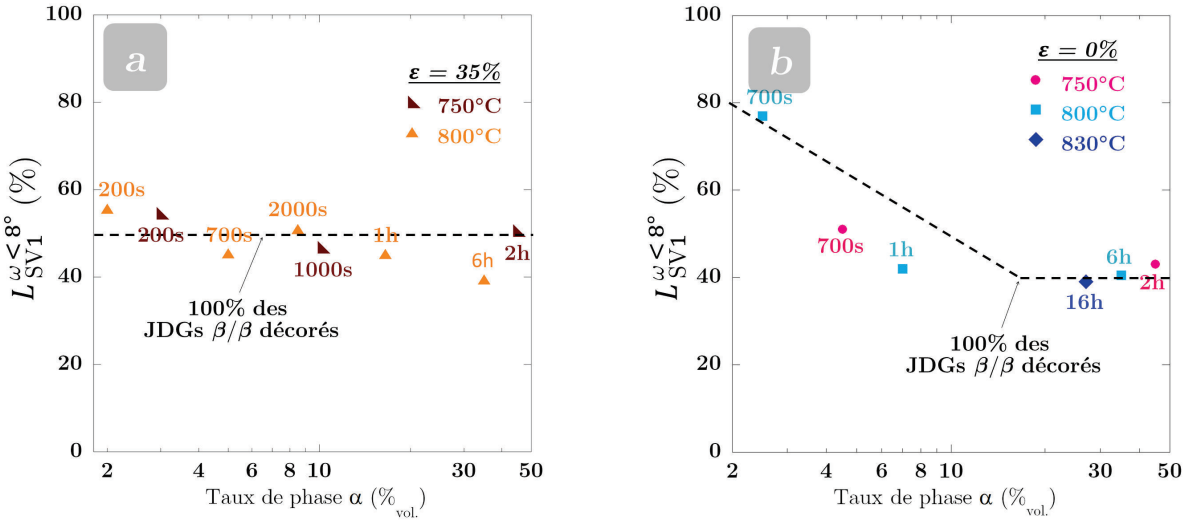

Figure 4-13 : Fréquence d'occurrence du critère SV1 en fonction du taux de phase α formé, pour les états : a) déformés à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$; b) non déformés

4.3.3.2. Critère SV2

La Figure 4-14 montre la fréquence d'occurrence du critère SV2 en fonction du taux de phase α formé, uniquement pour les liserés α_{GB} dont ω est inférieur à 8°. (Dans le chapitre précédent, une autre définition du critère SV2 avait été examinée en plus de celle-ci, pour comparer nos résultats avec ceux de (Shi et al., 2014)). Comme pour $L^{\omega\leq8°}_{SV1}$, $L^{\omega\leq8°}_{SV2}$ ne varie pas en fonction de l'avancement de la transformation. Il faut probablement considérer des taux de décoration des JDGs plus faibles pour constater une variation. $L^{\omega\leq8°}_{SV2}$est comprise entre 38% et 44%. Elle est légèrement moins élevée que $L^{\omega\leq8°}_{SV1}$en fin de transformation. Ces mesures sont comparées à celles obtenues sans pré-déformation en Figure 4-14. Avec et sans pré-déformation, $L^{\omega\leq8°}_{SV2}$ vaut environ 40% en fin de transformation.

Comme pour les états non déformés, $L^{\omega\leq8°}_{SV1}$ et $L^{\omega\leq8°}_{SV2}$ sont comparables en fin de transformation, ils valent toujours entre 40% et 50%, avec et sans sous-structure et quelle que soit la température de transformation.

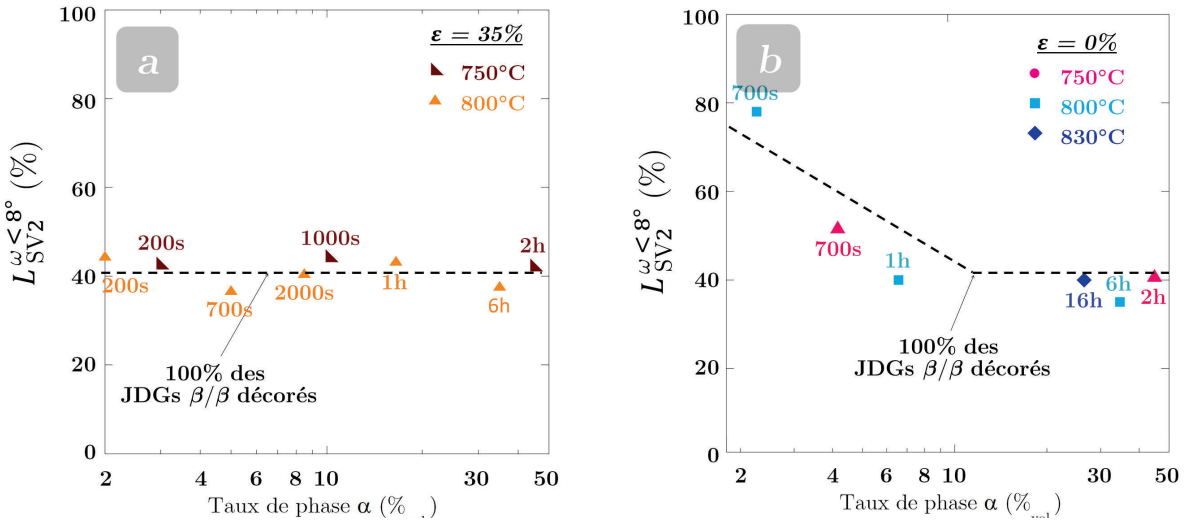

Figure 4-14 : Fréquence d'occurrence du critère SV2, en fonction du taux de phase α formé, pour les états : a) déformés à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s^{-1}; b) non déformés

4.4. Microtexture α_{WGB}

4.4.1. Formation des colonies α_{WGB} dans une microstructure β pré-déformée

Malgré l'introduction de défauts dans les grains β par la pré-déformation, les interfaces α_{WGB}/β sont parfaitement en ROB, à la précision près des mesures EBSD. La Figure 4-15a montre une cartographie en contraste de bandes de l'état déf-800°C-1h. Les écarts à la ROB aux interfaces α/β, représentés par un code couleur, sont tous inférieurs à 2°, soit la précision de la mesure. La Figure 4-15b montre la distribution des angles $\square_{WGB}$ mesurant l'écart à la ROB aux interfaces Γ_{WGB} et mesurée sur une surface de 500x500 µm^2. 95% des valeurs sont inférieures à 2°. La même distribution pour l'état 800°C-1h non déformé est tracée pour comparaison. On peut constater que les deux distributions sont très proches.

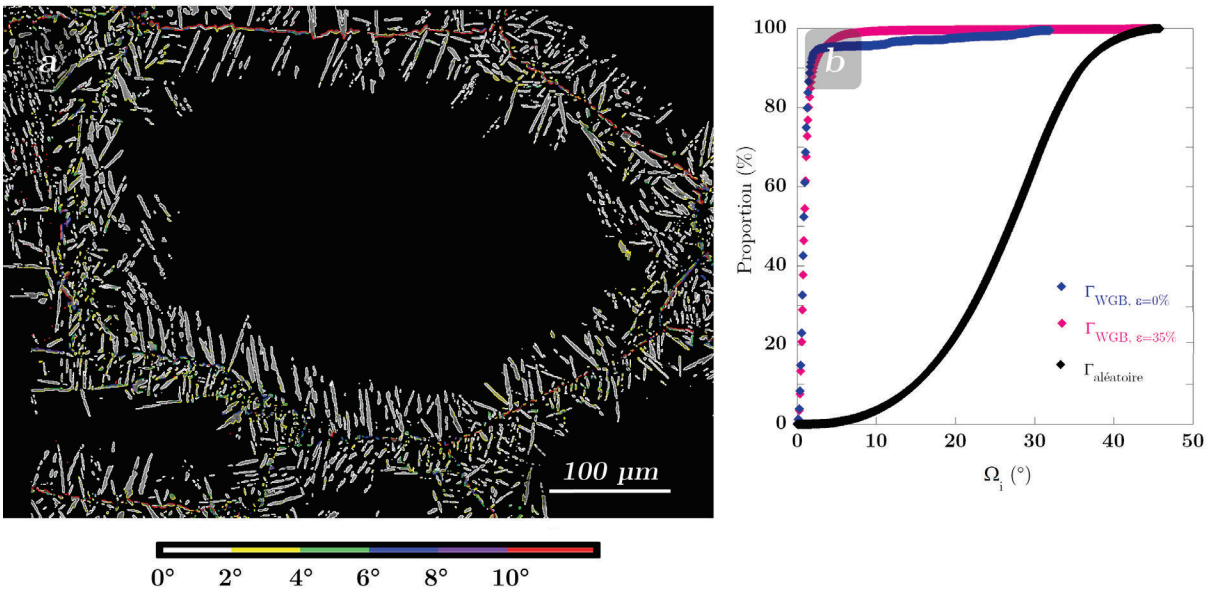

Figure 4-15 : a) Carte EBSD (α : contraste de bandes, β : noir) de l'état déf-800°C-1h. Ecarts à la ROB aux interfaces α/β représentés à l'aide d'un code de couleur. b) Distribution des angles d'écart à la ROB Ω_{WGB} des états déf-800°C-1h et 800°C-1h et distribution aléatoire

Pour maintenir la ROB pendant leur croissance, les lamelles de colonies α_{WGB} accommodent leur orientation localement avec celle de leur grain β hôte/parent, orientation qui est hétérogène suite à la pré-déformation. Pour nous en assurer, nous avons observé la microtexture à l'échelle des lamelles α_{WGB}. La Figure 4-16a montre une carte EBSD d'une colonie α_{WGB} formée au sein d'un grain β déformé (état déf-800°C-6h). Le code de couleur en mode IPF révèle des différences d'orientation aussi bien dans le grain β qu'au sein du variant α_{WGB} considéré. Les profils de désorientation le long d'une lamelle α_{WGB} et dans la phase β proche sont similaires, ce qui confirme sur cet exemple que la phase α a accommodé son orientation. Le premier point (noté O) correspond au grain α_{GB} précurseur. Entre le premier et le deuxième point, le saut de 3° est lié à la présence d'un sous-JDG β/β, la sous-structure étant plus marquée proche des JDGs β/β initiaux. Le profil montre que la lamelle a franchi ce sous-JDG β/β et qu'elle a adapté localement son orientation. Plus loin, la désorientation au sein du grain β s'accentue plus progressivement et la lamelle α_{WGB} suit cette évolution. Enfin la trace des lamelles est différente aux deux extrémités des lamelles, comme représenté en Figure 4-16a. L'écart angulaire entre les deux traces est de 6°, un ordre de grandeur cohérent avec le profil de désorientation.

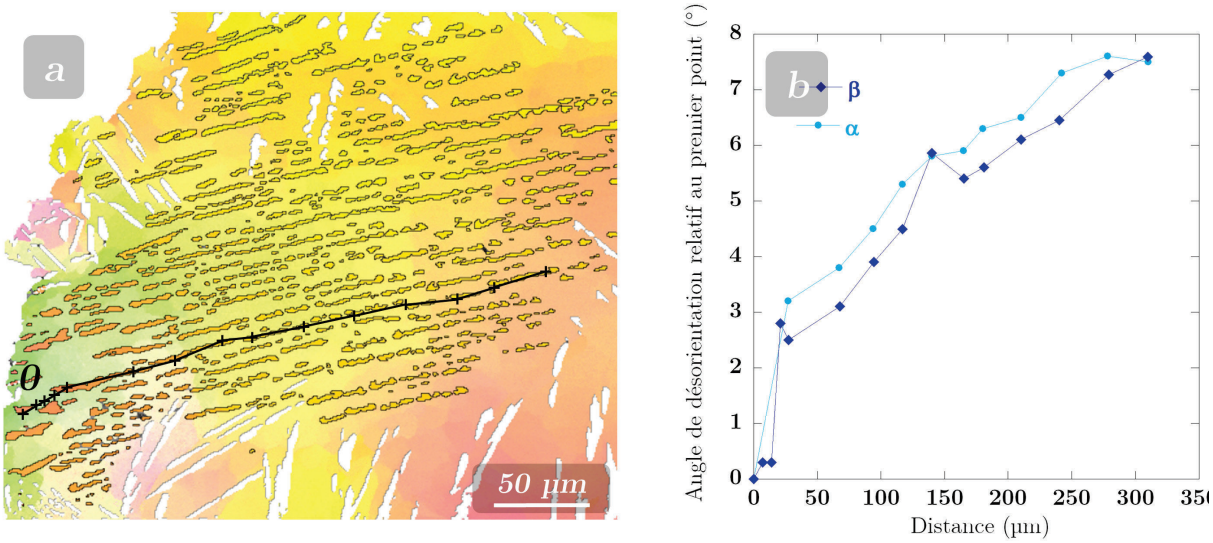

Figure 4-16 : a) Carte EBSD (IPF/DT) ; b) Profils de désorientation de la ligne noire tracée sur la carte EBSD. Chaque point du profil correspondant à la désorientation entre la croix notée 0 et la croix considérée

En conclusion, nous pouvons affirmer que les colonies α_{WGB} maintiennent localement la ROB avec leur grain β parent même lorsque son orientation est hétérogène et qu'il contient des défauts. En particulier, les colonies peuvent franchir des parois de faible désorientation tout en accommodant leur orientation.

Les colonies croissent à partir des interfaces α_{GB}/β présentant un faible écart local à la ROB. La Figure 4-17 montre la distribution des écarts locaux à la ROB au niveau des interfaces α_{GB}/β ayant émis une colonie α_{WGB}, c'est-à-dire sur les états déf-800°C-2000s, 800°C-3600s, 800°C-6h, 750°C-1000s et 750°C-2h. 99% de ces angles sont inférieurs à 8°. Cet angle critique est très proche de celui qui avait été déterminé de la même manière dans le cas d'une microstructure initiale β recristallisée, soit 6°. On en déduit qu'une pré-déformation n'a pas modifié la relation étroite qui existe entre l'écart à la ROB entre α_{GB} et β et la possibilité d'émettre ou non une colonie. Concernant cet aspect, nous ne détaillons pas davantage les résultats comme cela avait été fait au § 3.3.1.1 pour une microstructure β non pré-déformée.

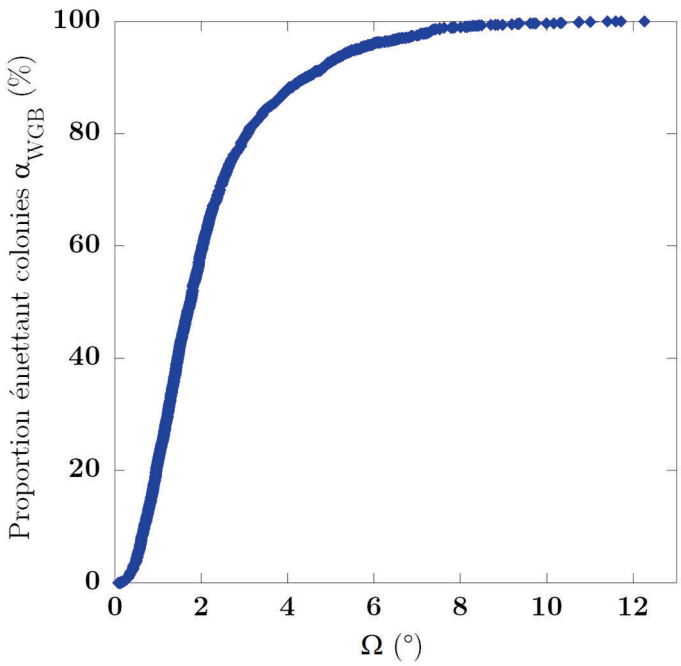

Figure 4-17 Distribution des écarts locaux à la ROB au niveau des interfaces α_{GB}/β ayant émis une colonie

4.4.2. Influence de la sélection de variants aux JDGs β/β

Les grains α_{GB} respectant le critère SV1 ont émis davantage de colonies α_{WGB} que les autres, quelles que soient la température et la durée du traitement. La Figure 4-18 montre la proportion de grains α_{GB} ayant émis 0, 1 ou 2 colonies pour chaque état transformé, selon que les grains α_{GB} ne respectent pas le critère SV1 (Figure 4-18a) ou le respectent (Figure 4-18b). Les grains α_{GB} respectant le critère SV1 sont en proportion plus nombreux à émettre au moins une colonie. Par exemple pour l'état déf-750°C-2h, 91% d'entre eux avaient émis une ou deux colonies, au lieu de 80% pour les grains α_{GB} sans orientation particulière. Une proportion élevée de grains α_{GB} respectant le critère SV1 a émis deux colonies. En fin de transformation, cette proportion s'élevait à 38 et 51% à 800 et 750°C.

Une proportion significative des grains α_{GB} sans SV1 a émis deux colonies. Certains cas peuvent être attribués à des erreurs lors des mesures automatiques. Néanmoins, lorsque la désorientation d'un JDGs β_1/β_2 est faible (θ<10°) ou forte (θ<50°), il est probable que plusieurs duos de plans denses soient proches, respectant ainsi les conditions d'émission de colonies α_{WGB} dans les deux grains β adjacents énoncés au § 4.4.1, comme montré Figure 4-19. Dans ce cas, un liseré α_{GB} a la possibilité de choisir un variant ne suivant pas SV, mais ayant un angle de déviation à la ROB avec le grain opposé faible (Ω<10°), lui permettant d'émettre une colonie dans les deux grains (Figure 4-19b).

On retrouve donc une des tendances observées dans le cas d'une microstructure initiale β non pré-déformée : les grains α_{GB} respectant le critère SV1 ont émis plus souvent une colonie ou deux colonies.

En revanche, d'autres tendances sont différentes dans le cas d'une pré-déformation : les grains α_{GB} sans SV1 sont plus nombreux à avoir émis deux colonies. De plus, il n'y a plus d'effet de la température et de la durée de transformation.

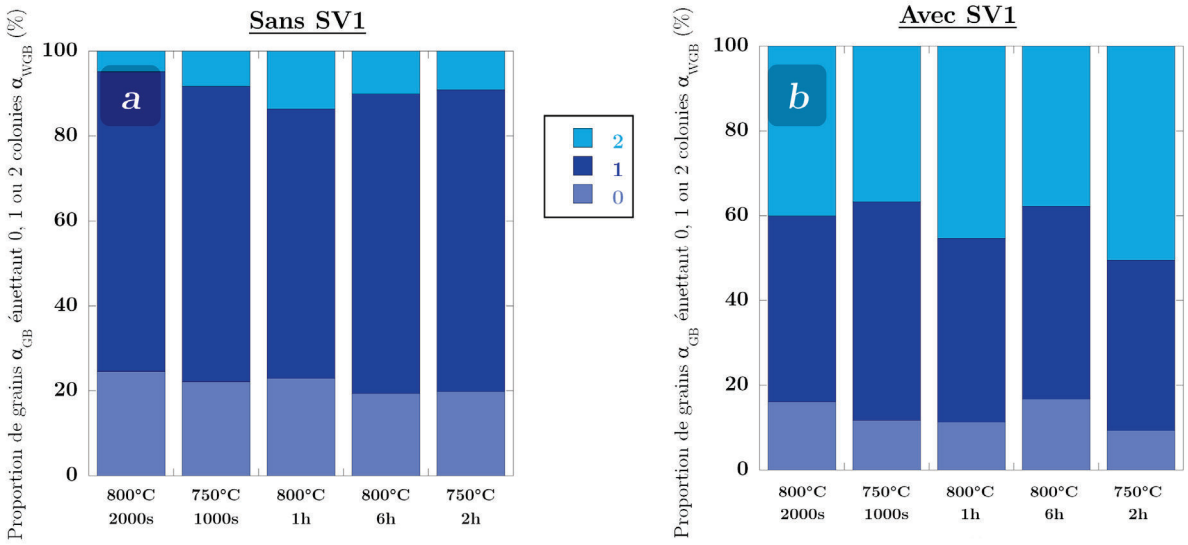

Figure 4-18 Proportion, en longueur, de liserés α_{GB} dont $\omega < 8°$ émettant 0, 1 ou 2 colonies en fonction du traitement thermomécanique effectué a) pour les liserés α_{GB} ne suivant pas le 1er critère SV ; b) pour les liserés α_{GB} suivant le critère SV

L'analyse des résultats par la méthode AMAP peut engendrer des erreurs potentielles. Pour rappel, du point de vue du code, une colonie α_{WGB} est émise par un α_{GB} si les deux objets correspondent au même variant à 5° près, quelle que soit la position de la colonie α_{WGB} par rapport à celle de son précurseur. Il est ainsi possible qu'un liseré α_{GB} se voie attribuer une colonie α_{WGB} dont il n'est pas le précurseur. La longueur de liseré α_{GB} émettant des colonies α_{WGB} peut-être surestimée.

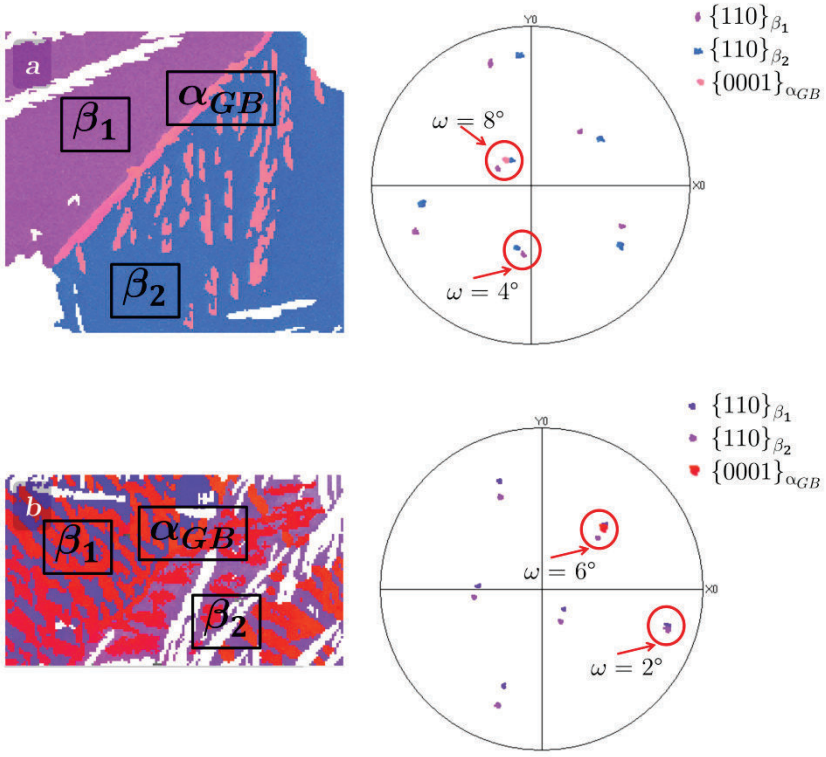

Figure 4-19 : Cartes EBSD accompagnées de leur figures de pôles des plans $\{110\}_\beta$ et $\{0001\}_\alpha$ montrant des liserés α_{GB} ne respectant pas le critère SV1 mais émettant : a) une colonie α_{GB} dans un grain β ; b) une colonie α_{WGB} dans les deux grains

Une proportion élevée de colonies provient de précurseurs α_{GB} respectant le critère SV1, car ceux-ci ont émis davantage de colonies. La Figure 4-20 montre cette proportion, notée $S_{SV1}^{\omega\leq8°}$, pour les états non déformés et pour les états déformés. Pour les états déformés, $S_{SV1}^{\omega\leq8°}$ diminue avec la progression de la transformation de phase, de 80% pour les états 800°C–2000s et 750°C–1000s à 65% en fin de transformation. Le comportement est identique pour les deux températures. Ces valeurs sont nettement plus élevées que la fréquence d'occurrence des critères $L_{SV1}^{\omega\leq8°}$, d'environ 45% pour ces états. Pour mieux interpréter ces évolutions, il faudrait mesurer $L_{SV1}^{\omega\leq8°}$ et $L_{SV2}^{\omega\leq8°}$ à des stades moins avancés de la précipitation aux JDGs.

La tendance inverse avait été obtenue sans pré-déformation (voir le détail § 3.3.1.2), avec une augmentation de $S_{SV1}^{\omega\leq8°}$ avec la progression de la transformation.

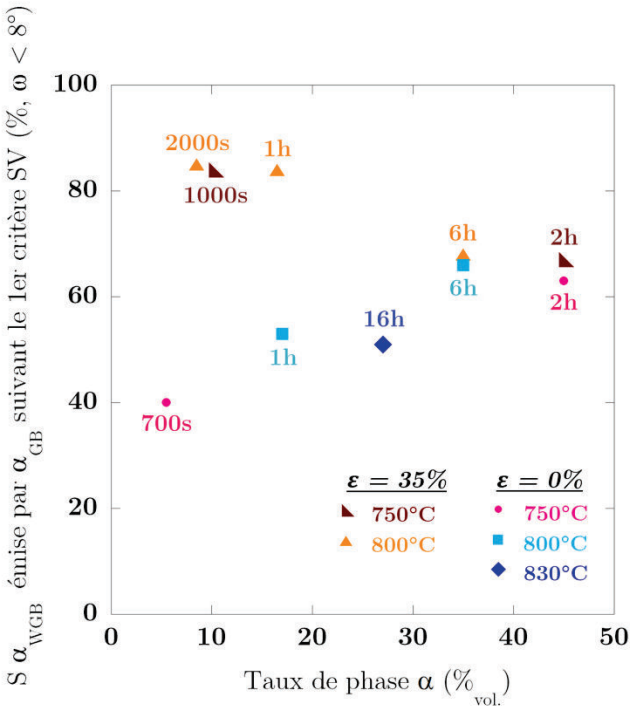

Figure 4-20 : Proportion α_{WGB} émises par des grains α_{GB} suivant le critère SV1 les traitements sans déformation et avec ($\varepsilon = 35\%$; $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$)

4.4.3. Influence des cinétiques de transformation de phase

De même que dans la campagne d'essais sans pré-déformation, la température est le paramètre qui nous a permis de faire varier la cinétique de formation d'α_{GB}, celle-ci étant plus rapide à 750°C qu'à 800°C, du point de vue du nombre de variants α_{GB} par JDG (§ 4.3.2). La Figure 4-21 montre deux exemples de microtextures α en fin de transformation à 750 et 800°C. On ne décèle pas de différence entre les deux essais quant au nombre de variants α_{WGB} par grain β. On ne distingue jamais nettement de colonie prépondérante. Ces tendances s'opposent à celles observées sans déformation préalable. Les microtextures correspondant aux états non déformés sont reproduites en Figure 4-21. Sans pré-déformation, le nombre de colonies par grain β était plus faible, il dépendait de la température et on distinguait nettement des colonies prépondérantes. La pré-déformation a nettement affaibli la microtexture α et réduit l'effet de la température.

Pour confirmer ces tendances, nous avons caractérisé de manière quantitative les microtextures en mesurant les deux paramètres introduits au § 3.3.2 : $\overline{N_{WGB}}$, le nombre moyen de colonies par grain β initial et S^i_{WGB}, la proportion des variants. La Figure 4-22 montre $\overline{N_{WGB}}$ en fonction du taux de phase α formé, pour les états déformés et pour les états non déformés, pour comparaison. $\overline{N_{WGB}}$ augmente rapidement, de 2 et 3,5 pour les états 800°C-700s et 750°C-200s à 10 et 11 pour les états 800°C–2000s et 750°C–1000s, pour se stabiliser ensuite. Cette valeur seuil est proche de la valeur maximale de 12 variants possibles, associés à la ROB. Ainsi, dès l'émission des premières colonies, le nombre maximum de variants α_{WGB} est atteint. La pré-

déformation, en accélérant la précipitation de α_{GB} aux JDGs, conduit à l'émission plus précoce des colonies α_{WGB}. Ces mesures montrent également que les résultats sont les mêmes pour les deux températures de transformation. Le nombre de variants formés est proche du maximum possible. Ainsi, la pré-déformation qui a affaibli la microtexture au sein des grains β en augmentant le nombre de variants α_{WGB} a estompé l'effet de la température de transformation qui était très net dans le cas d'une microstructure initiale β recristallisée. Autrement dit, c'est bien une accélération de la cinétique de germination de α_{GB} puis de croissance le long des JDGs obtenue en diminuant la température de transformation ou en pré-déformant les grains β qui permet aux α_{GB} de germer et croître quasi simultanément et d'émettre des colonies de divers variants qui vont remplir le grain et réduire la microtexture.

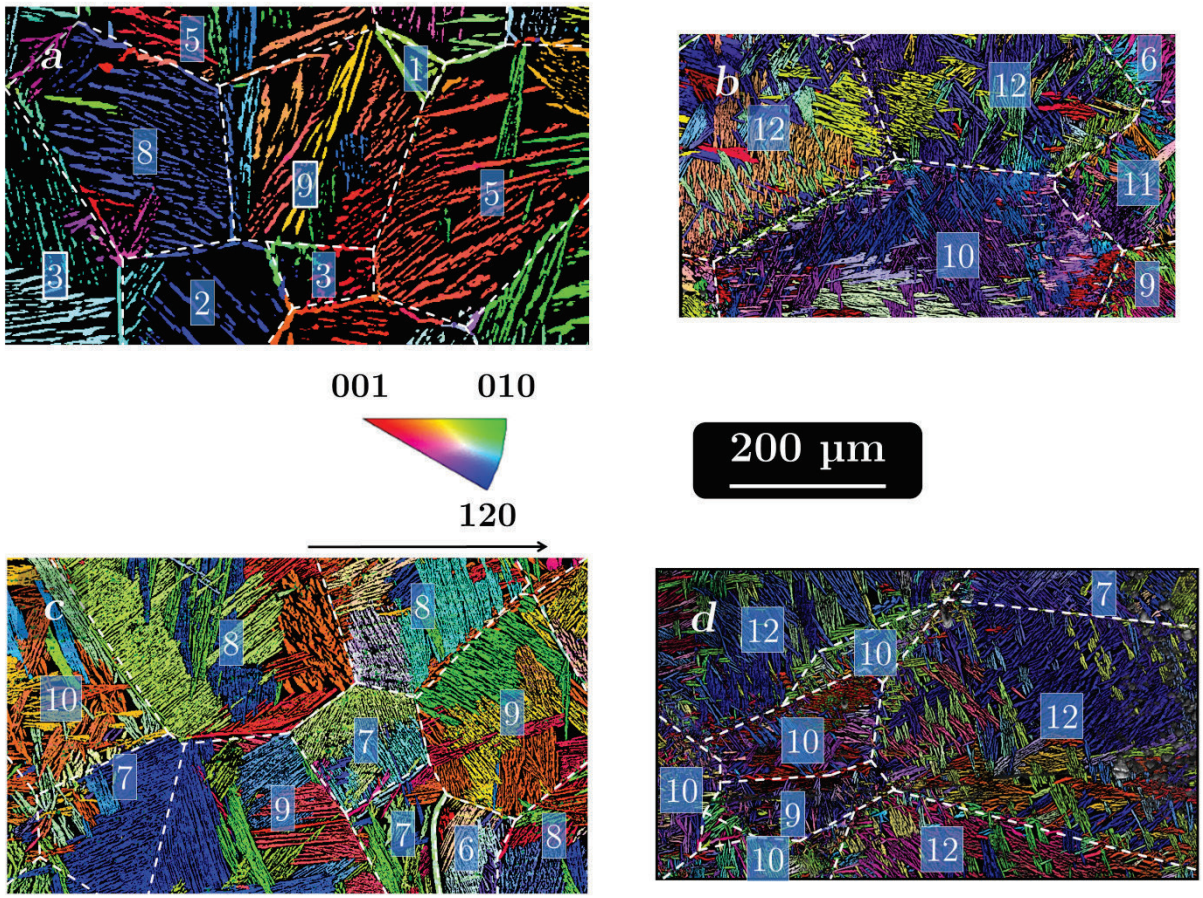

Figure 4-21 : Cartes EBSD représentant la phase α par un code de couleur IPF des états en fin de transformation : a) 800°C – 6h – 0% ; b) 800°C – 6h – 35% – $10^{-2}s^{-1}$; c) 750°C – 2h – 0% ; d) 750°C – 2h – 35% – $10^{-2}s^{-1}$ Le nombre de variants de colonies α_{WGB} pour chaque grain β est indiqué dans les encadrés bleus

Nous avons observé § 3.3.2.2 que $\overline{N_{WGB}}$ dépend de la taille du grain β considéré, celui-ci pouvant être coupé en X et Y par la bordure de la carte EBSD comme en Z par effet de coupe métallurgique. Dans les grains où la statistique est significative, N_{WGB} est compris entre 5 et 9 pour l'état non déformé à 800°C et entre 10 et 12 pour l'état déformé. De même, à 750°C, N_{WGB} est compris entre 7 et 10 pour l'état non déformé et entre 10 et 12 pour l'état déformé.

Pour les états pré-déformés, certains grains β présentent les douze variants respectant la ROB. La pré-déformation augmente le nombre de variants α_{WGB} par grain, cela quelle que soit la température de tranformation.
Afin de s'affranchir de l'effet de taille de grain β, $\overline{N_{WGB}}$ a été calculé à partir d'une centaine de grains β, permettant d'obtenir une valeur représentative de la microtexture.

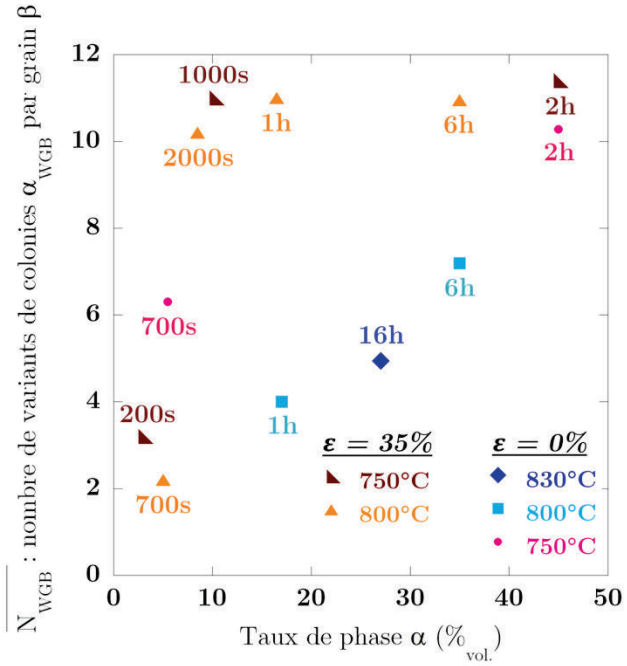

Figure 4-22 : $\overline{N_{WGB}}$, le nombre moyen de variants de colonies α_{WGB} détecté par grain β et pondéré par la taille de grain β, en fonction du taux de phase α formé, pour les états non déformés et déformés

La Figure 4-23b montre les fractions surfaciques des trois plus grandes colonies α_{WGB}, notées $\overline{S^1_{WGB}}$, $\overline{S^2_{WGB}}$ et $\overline{S^3_{WGB}}$ (voir définition en § 3.3.2.2). Les fractions surfaciques suivantes, peu élevées, ne sont pas tracées pour plus de clarté. $\overline{S^1_{WGB}}$ $\overline{S^2_{WGB}}$ et $\overline{S^3_{WGB}}$ valent environ 30 18 et 13%, et restent similaires en fonction de l'avancement de la transformation et pour les deux températures. Ces valeurs sont supérieures mais proches de celle attendue pour une proportion équiprobable. La Figure 4-23a montre pour comparaison les mesures pour les états non déformés. On voit nettement que la pré-déformation a fortement réduit la prépondérance de la première colonie par rapport aux deux suivantes. De plus, l'effet de la température de transformation a été estompé, comme pour le nombre de colonies $\overline{N_{WGB}}$.

$\overline{S^{1,SV}_{WGB}}$, $\overline{S^{2,SV}_{WGB}}$ et $\overline{S^{3,SV}_{WGB}}$ représente la fraction surfacique de colonies α_{WGB} provenant de liserés respectant SV1, ils sont représentés par les barres de couleur pâle. La plupart des plus grandes colonies et deuxièmes plus grandes colonies proviennent de liserés spéciaux (respectant SV1 et/ou SV2), à hauteur de 75% en moyenne. Pour les états non déformés, $\overline{S^{1,SV}_{WGB}}$ et $\overline{S^{2,SV}_{WGB}}$ représentent en moyenne 60% et 46%. La majorité des plus grandes colonies α_{WGB} sont émises

par un liseré α_{GB} respectant le critère SV1, et cet effet est encore plus marqué pour une microstructure déformée.

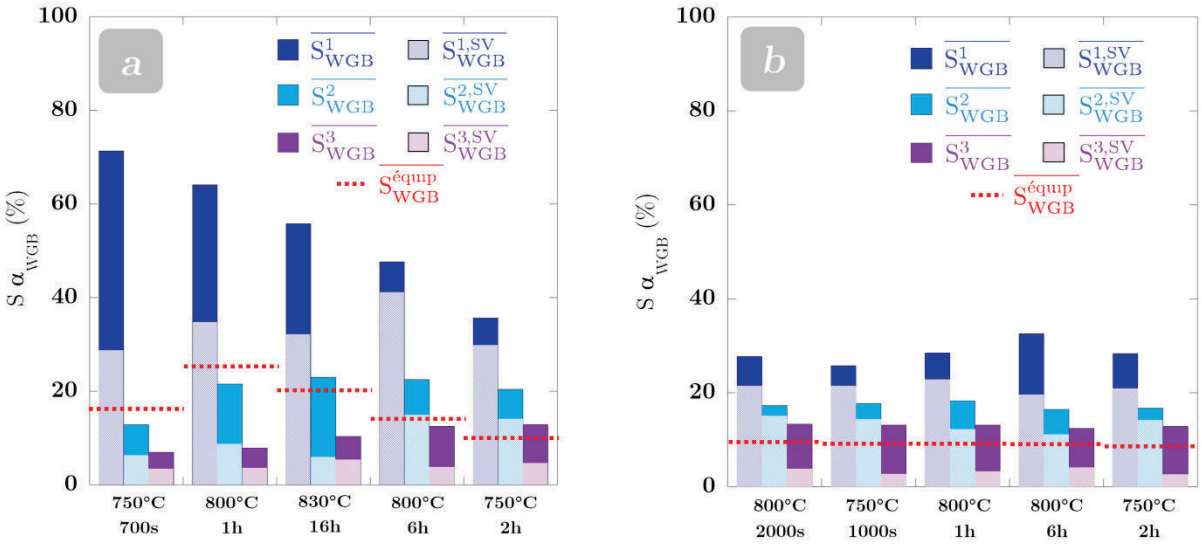

Figure 4-23 : Proportion surfacique des trois plus grandes colonies α_{WGB} et de leur fraction provenant de liserés α_{GB} suivant le critère SV1, pour : a) les états non déformés ; b) les états déformés. La ligne pointillée représente, pour chaque état, la fraction surfacique d'une colonie α_{WGB} dans un cas équiprobable

4.5. Influence de la vitesse de déformation

Comme on l'a rappelé en § 1.3.3.1, la microstructure de déformation en β dépend fortement de la vitesse de déformation. Plus on déforme rapidement, plus la microstructure de déformation présente de faibles tailles caractéristiques.

Nous avons examiné les conséquences de ce paramètre sur les microtextures de transformation. La vitesse de déformation choisie est $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}s^{-1}$ pour une température de transformation de 800°C et deux durées de maintien 700 s et 6 h ont été appliquées.

4.5.1. Microtexture β de déformation

La Figure 4-24 montre des cartes EBSD en mode GROD, révélant la sous-structure et la désorientation de chaque grain β engendrée par une déformation à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$ et $2.10^{-3}s^{-1}$.

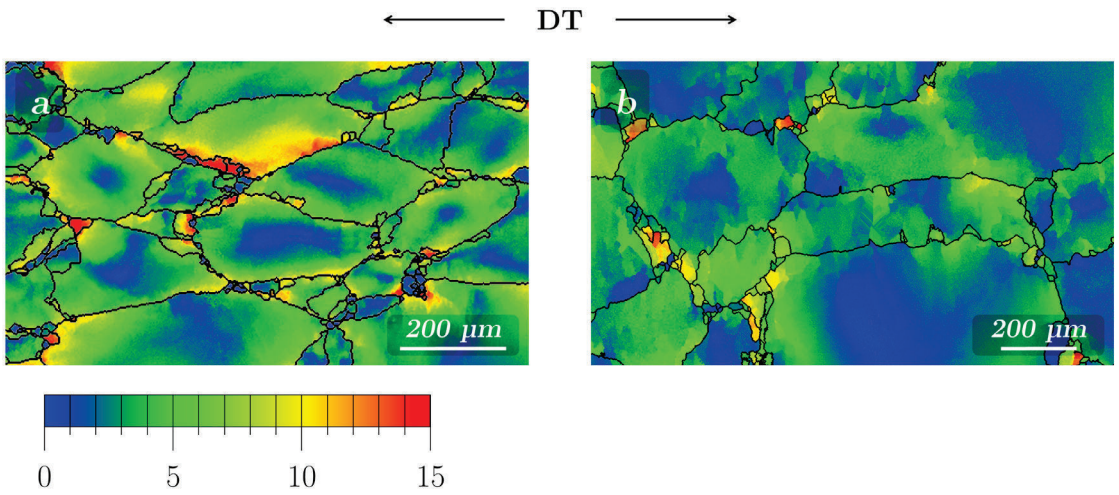

Figure 4-24 : Cartes EBSD en mode GROD dévoilant l'influence de la déformation sur la désorientation individuelle des grain β des états : a) déf-800-0 , $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$ trempé directement après déformation ; b) déf-800-700 , $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}s^{-1}$, carte β reconstruite

Pour cette vitesse de déformation nous observons également une sous structure déformée (Figure 4-24b) composée de parois de faible désorientation ($\theta < 10°$) (Figure 4-2b), issues de restauration dynamique. Ces parois délimitent parfois de nouveaux sous-grains β (Figure 4-2a) et sont localisées à proximité des JDGs β/β initiaux. Les grains β initiaux sont allongés dans la direction DT mais ils sont plus équiaxes qu'à l'issue d'une déformation à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ (Figure 4-24a). La dentelure des JDGs est également prononcée. Les dentelures sont plus espacées et elles ont une plus grande amplitude en comparaison aux microstructures observées à la vitesse de déformation plus élevée.

La carte EBSD en mode GROD révèle une désorientation au sein de chaque grain β comprise entre 5° et 12°. Comme pour l'état trempé après déformation à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$(Figure 4-24a), les gradients de désorientation au sein de chaque grain β sont plus élevés en périphérie des JDGs β/β initiaux, pouvant atteindre 12°. Néanmoins, ces gradients sont plus modérés à $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}\ s^{-1}$ car il y a eu davantage de restauration.

4.5.2. Microstructures α

Des exemples de cartes EBSD des quatre états sont exposés Figure 4-25.

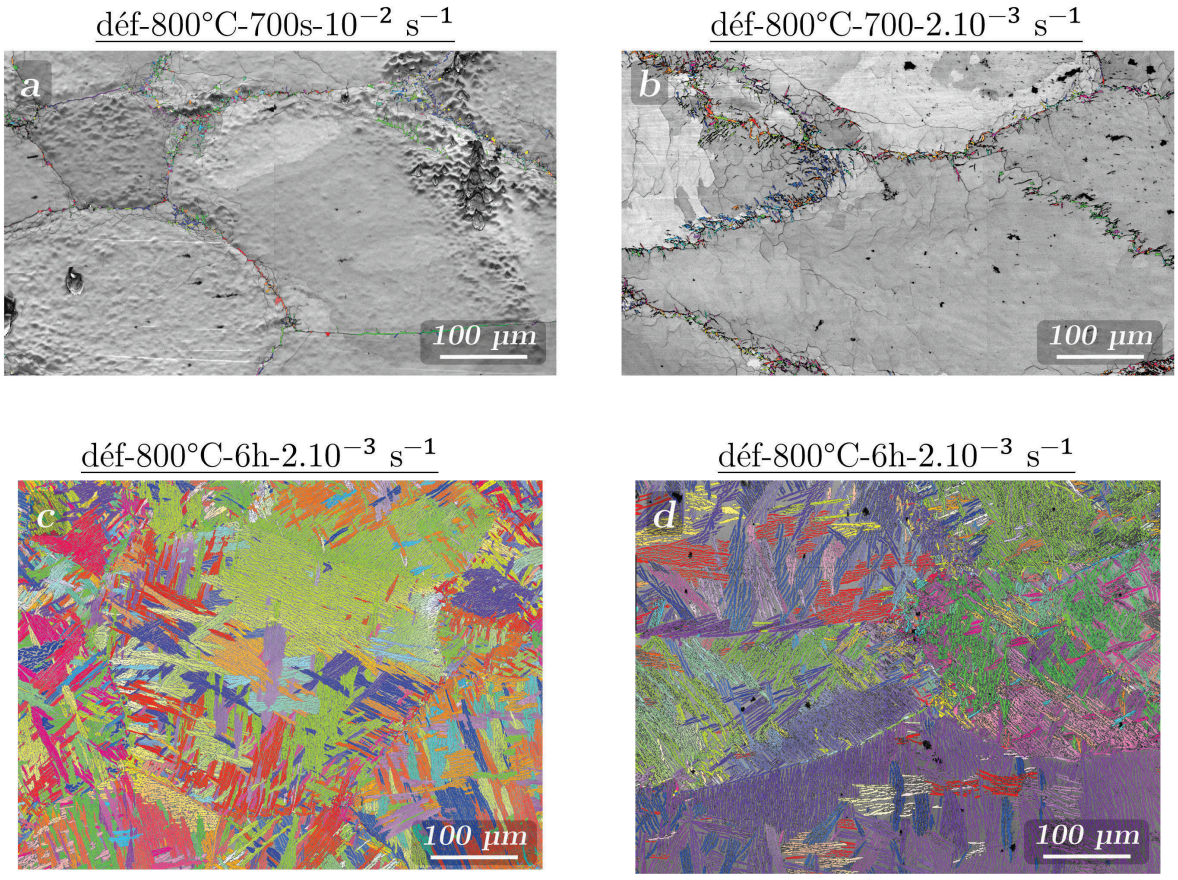

Figure 4-25 : Cartes EBSD: a) 800 – 700 – 35 – 10^{-2} ; b) 800 – 700 – 35 – 2.10^{-3} ; c) 800 – 6 – 35 – 10^{-2} ; d) 800 – 6 – 35 – 2.10^{-3}. La phase α est représentée par un code de couleur IPF selon DT et la phase β par le contraste de bande

Les Figure 4-25 a et b permettent de comparer les états déf-800°C-700s-10^{-2} et déf-800°C-700s-2.10^{-3}. Les deux cartes sont assez analogues. L'état d'avancement de la précipitation de α_{GB} conduit à une décoration bien avancée des JDGs β/β (estimée qualitativement à 80%). Les colonies α_{WGB} ont commencé à être émises depuis les liserés α_{GB}, même si la transformation semble légèrement plus avancée pour l'état déformé à $2.10^{-3}s^{-1}$. Pour les deux vitesses de déformation considérées, la cinétique de précipitation aux JDGs se produit sensiblement à la même vitesse.

De même en fin de transformation, les deux microstructures (Figure 4-25 c et d) ne présentent pas un aspect sensiblement différent.

4.5.3. Quantification des microtextures α

La microtexture α a été quantifiée de manière statistique à partir des données de trois à cinq cartes EBSD de dimensions environ 500x500 µm². L'analyse quantitative confirme l'absence d'influence de la vitesse de déformation suggérée par la description des cartes EBSD. La Table 4-1 compile les paramètres principaux caractérisant les microtextures α_{GB} et α_{WGB}.

Microtexture α_{GB} :
Nous comparons les paramètres N_{GB}, f_{SV1} et f_{SV2}. N_{GB} est proche pour les deux états en début de transformation (1,6) ainsi que pour les deux états en fin de transformation (3,4). Cela montre d'une part qu'une déformation plus lente n'a pas modifié la cinétique de décoration des JDGs β/β, et d'autre part que le nombre de sites de germination introduits par la déformation est proche pour les deux vitesses de déformation, malgré la dentelure des JDGs et la sous-structure de déformation différentes.
De même, l'occurrence des critères SV1 et SV2 est similaire pour les deux vitesses de déformation, en début et en fin de transformation. Par exemple en début de transformation, f_{SV1} et f_{SV2} valent 45 % et 55%, et ces valeurs sont proches de celles mesurées pour une vitesse de déformation plus rapide (§4.3.3). f_{SV1} mesurée pour l'état déf-800°C-6h-10^{-2} (40%) est sensiblement plus faible que pour une déformation plus rapide, mais c'est la seule exception.

Microtexture α_{WGB} :
Les paramètres S_{WGB}, N_{WGB} et $S_{WGB}^{1,2,3}$ ont été étudiés uniquement pour les états déf-800°C-6h, les colonies α_{WGB} n'étant quasiment pas développées pour les déf-800°C-700s. Les deux états en fin de transformation présentent des paramètres microstructuraux quasiment identiques.

En conclusion, pour les conditions de déformation considérées, une modification de la vitesse de déformation, de $2.10^{-3}\,s^{-1}$ au lieu de $10^{-2}\,s^{-1}$ ne modifie pas la microtexture α, malgré les microstructures de déformation β sensiblement différentes (dentelure des JDGs, densité de nouveaux défauts, allongement des grains β). Il faut probablement considérer des vitesses de déformation au contraire beaucoup plus élevées ou des températures de déformation plus faibles pour constater un effet additionnel sur les microtextures.

		800°C–700s			800°C–6h		
		10^{-2}	2.10^{-3}	$\varepsilon = 0$	10^{-2}	2.10^{-3}	$\varepsilon = 0$
α_{GB}	N_{GB}	1,7	1,6	< 1	3,5	3,3	1,9
	SV1	45	49	77	40	55	41
	SV2	52	58	78	53	60	35
α_{WGB}	S_{WGB}	/	/		68	77	65
	N_{WGB}	/	/		11,0	11,6	7,2
	S^1_{WGB}	/	/		32	27	47
	S^2_{WGB}	/	/		16	17	23
	S^3_{WGB3}	/	/		12	12	12

Table 4-1 : Principaux paramètres microstructuraux caractérisant les microtextures α_{GB} et α_{WGB}, pour les états 800°C-700s et 800°C–6h déformés à $10^{-2}s^{-1}$, $2.10^{-3}s^{-1}$ ou non déformés

4.6. Transformation en condition anisotherme

4.6.1. Les traitements

Ces traitements thermomécaniques sont constitués d'une pré-déformation plastique dans le domaine β suivie d'un refroidissement continu. Ils sont notés par la suite : déf-V_{refr} ($°C.s^{-1}$). Le détail des traitements se trouve en § 2.2.3.2.

Les échantillons ont été déformés et refroidis lentement depuis 880°C. A ces hautes températures, les mécanismes d'adoucissement sont prédominants, conduisant à une restauration totale de la microstructure β avant le début de la précipitation α. Comme il est expliqué au § 2.2.1.2, après déformation, la taille de l'éprouvette est supérieure à celle de l'inducteur, une partie de l'éprouvette est donc moins chauffée car en dehors de l'inducteur. Nous avons utilisé cette partie d'éprouvette pour ces études en refroidissement continu précédé d'une déformation dans le domaine β. La Table 4-2 compile les données des traitements mesurées par le thermocouple central et par le thermocouple soudé sur l'extrémité de l'éprouvette hors de l'inducteur.

		déf-0,01	déf-0,02	déf-0,05
Thermocouple centre (régulateur)	$T^{début}_{tranfo}$ (°C)	878	880	878
	T^{fin}_{tranfo} (°C)	750	750	750
	$\overline{V_{refr}}$ ($°C.s^{-1}$)	0,099	0,021	0,048
Thermocouple extrémité hors de l'inducteur	$T^{début}_{tranfo}$ (°C)	764	795	780
	T^{fin}_{tranfo} (°C)	650	676	660
	$\overline{V_{refr}}$ ($°C.s^{-1}$)	0,012	0,018	0,029

Table 4-2 : Pour chaque refroidissement continu est compilé la température de début de transformation ($T^{début}_{tranfo}$ (°C)), la température de fin de transformation (T^{fin}_{tranfo} (°C)) et la vitesse

moyenne de refroidissement ($\overline{V_{refr}}$ ($°C.s^{-1}$)). Ces données sont mesurées par le thermocouple central et par le thermocouple soudé sur l'extrémité en dehors de l'inducteur

L'extrémité de l'éprouvette hors de l'inducteur présente pour les trois états une T^{fin}_{tranfo} basse, comprise entre 650°C et 676°C. A ces températures, la morphologie α_{WI} précipite. Les données EBSD pour notre analyse ont été acquises entre le thermocouple central et le thermocouple hors de l'inducteur, de manière à indexer uniquement de la phase α de morphologie α_{GB} et α_{WGB}. La $\overline{V_{refr}}$ du thermocouple à l'extrémité est constante tout au long de l'essai, et proche de la $\overline{V_{refr}}$ du thermocouple central pour déf-0,01 et déf-0,02. Elle est néanmoins plus faible pour déf-0,05.
Des exemples de cartes EBSD des trois états (déf-0,01, déf-0,02 et déf-0,05) sont illustrés Figure 4-26.

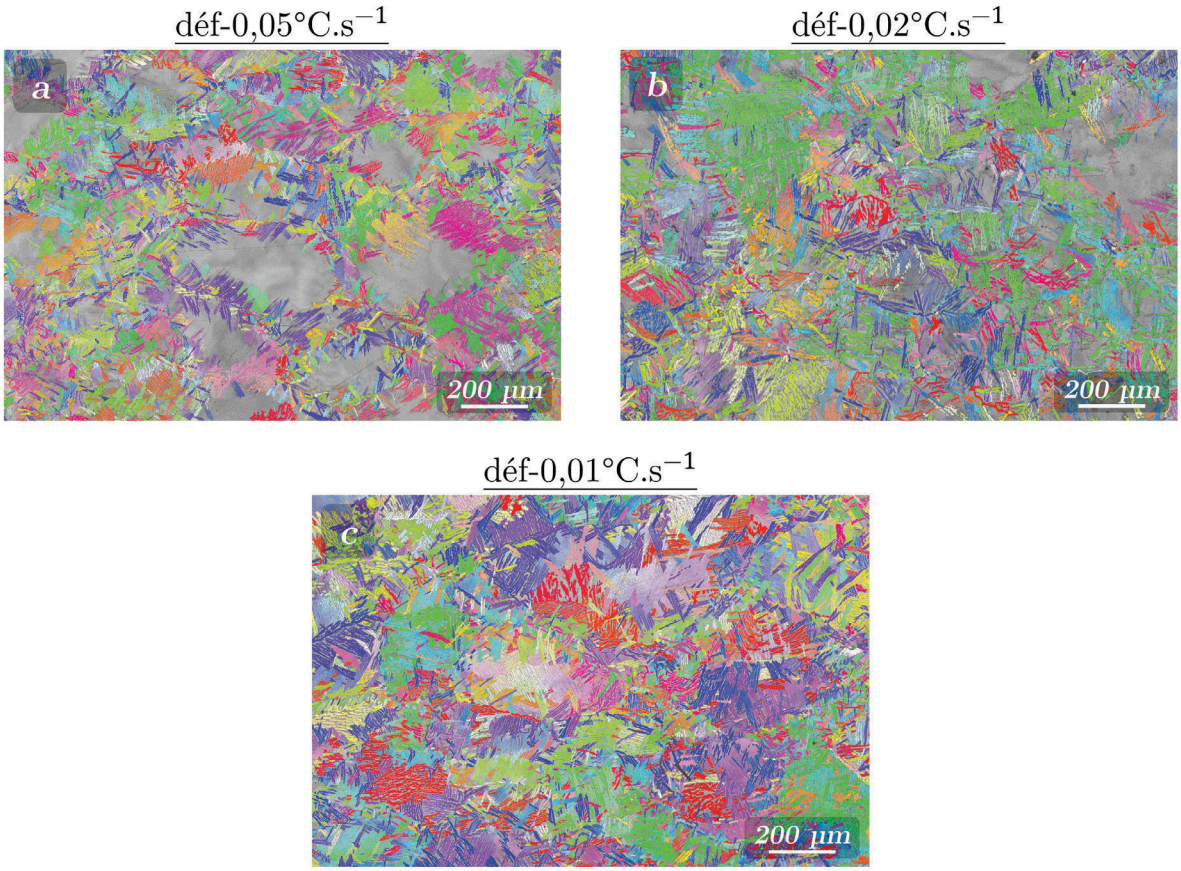

Figure 4-26 : Cartes EBSD (α : IPF/DT ; β : contraste de bandes) des états : a) déf-0,05 ; b) déf-0,02 : c) déf-0,01

La phase α visualisée en couleur (IPF/DT) sur ces trois cartes présente des morphologies α_{GB} et α_{WGB}. Aucun précipité intragranulaire n'a été détecté. Il est notamment remarquable que la vitesse de refroidissement influence l'avancement de la transformation. Pour l'état déf-0,05, la vitesse de refroidissement est trop rapide (2600 s de temps de transformation) pour permettre aux colonies α_{WGB} de remplir complètement les plus gros grains β. Néanmoins, les JDGs β/β sont déjà intégralement décorés. Concernant l'état déf-0,02, seul les plus gros grains β ne sont

pas intégralement envahis par les colonies α_{WGB}. La transformation est plus avancée liée à un temps de transformation plus long (6500 s). Pour l'état déf-0,01 (13000 s), la phase α a intégralement rempli les grains β.

4.6.2. Quantification des microtextures $\boldsymbol{\alpha}$

Les microtextures α ont été quantifiées à partir de zones de surfaces similaires à celles des états transformés en condition isotherme. La Table 4-1 montre les paramètres principaux caractérisant les microtextures α_{GB} et α_{WGB} et les compare avec les résultats obtenus sans pré-déformation.

Microtexture α_{GB} :
Les paramètres N_{GB}, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ sont comparés. Les résultats sont en tous points similaires pour les trois vitesses de refroidissement, et également comparables aux résultats obtenus pour les états en conditions isothermes, en omettant les écarts liés à la précision des mesures statistiques. Ainsi, N_{GB} est en moyenne égal à 10, montrant que quasiment tous les variants α_{GB} sont présents, contrairement aux états non déformés. $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ sont toujours compris entre 40% et 55%, constat également identique à celui effectué pour les états isothermes.

Microtexture α_{WGB} :
Une fois encore, les paramètres S_{WGB}, N_{WGB} et $S_{WGB}^{1,2,3}$ sont analogues à ceux obtenus pour les états isothermes. $\overline{S_{WGB}}$ est en moyenne égal à 70%, $\overline{N_{WGB}}$ à 11 et $\overline{S_{WGB}^{1}}$ à 28%.

Nous pouvons conclure cette partie exposant les états pré-déformés et refroidis en condition anisotherme que la vitesse de refroidissement et donc intrinsèquement la durée de transformation n'a pas eu d'influence notable sur les paramètres principaux décrivant les microtextures α_{GB} et α_{WGB}. Par contre, les valeurs sont très différentes lorsqu'on compare ces paramètres aux états anisothermes non déformés, montrant que la pré-déformation en β joue un rôle fondamental sur le développement des microtextures α_{GB} et α_{WGB}.

		0,05		0,02		0,01	
		$\varepsilon = 35\%$	$\varepsilon = 0$	$\varepsilon = 35\%$	$\varepsilon = 0$	$\varepsilon = 35\%$	$\varepsilon = 0$
α_{GB}	N_{GB}	10,6	5,2	9,9	6	10,5	5,5
	$L_{SV1}^{\omega<8°}$	46	56	50	40	53	48
	$L_{SV2}^{\omega<8°}$	45	43	42	39	49	38
α_{WGB}	S_{WGB}	72	/	75	52	77	56
	N_{WGB}	11,3	/	10,4	7	11,0	7,5
	S_{WGB}^{1}	26,3	/	30	69	27	50
	S_{WGB}^{2}	17,2	/	18	16	17	23
	S_{WGB3}^{3}	12,5	/	12	6	12	13

Table 4-3 : Principaux paramètres microstructuraux caractérisant les microtextures α_{GB} et α_{WGB} pour les états transformés en conditions anisothermes déformés et non déformés

4.7. Discussion

4.7.1. Nature des sites de germination et sélection de variants

L'analyse de la microtexture α_{GB} à partir d'une microstructure β pré-déformée, à plusieurs stades et températures de transformation a conduit aux résultats suivants :

- Une sous-structure de déformation est observée principalement en périphérie des JDGs β/β initiaux, en particulier à proximité des JTs initiaux. Cette sous-structure est composée de parois faiblement désorientées, de désorientation en majorité inférieure à 6° (Figure 4-3). Les JDGs initialement rectilignes sont désormais dentelés.

- La phase α a précipité uniquement sur les JDGs β/β initiaux. Suite à une pré-déformation, la germination de α_{GB} devient possible au milieu des JDGs β/β initiaux alors qu'elle démarrait uniquement aux JTs et/ou PQs sans pré-déformation. Les grains α_{GB} croissent le long des JDGs en suivant leur forme en dents de scie. Le nombre de variants α_{GB} différents pouvant se former par JDG est en moyenne égal à 3, et peut atteindre 7. Il est donc sensiblement plus élevé que sans pré-déformation, où ce nombre était de l'ordre de 2. Le nombre de grains α_{GB} individuels par JDG β/β initial déformé est en revanche beaucoup plus élevé qu'en l'absence d'une pré-déformation, comme le montre par exemple la Figure 4-12. Ce nombre n'a pas été mesuré mais il peut être de l'ordre de plusieurs dizaines.

- Ces grains α_{GB} présentent les mêmes relations d'orientation avec leur voisinage β que les grains α_{GB} formés dans une microstructure β non déformée. Une des interfaces α_{GB}/β est quasiment toujours en ROB alors que la seconde interface α_{GB}/β présente un angle de déviation à la ROB (noté Ω_2) bien plus élevé.

- La fréquence d'occurrence des critères SV1 et SV2 ne varie pas en fonction des taux de décoration de JDGs β/β et des conditions de transformation considérés. Ainsi, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ vaut en moyenne 45% à 50% et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ vaut en moyenne 40%. Ces fréquences d'occurrence sont proches de celles mesurées sur les états non déformés en fin de transformation.

- Le critère SV3 n'a pas été analysé pour les états pré-déformés.

La plupart des parois générées lors de la déformation plastique sont faiblement désorientées. Comme on l'a montré expérimentalement au § 4.2.1, ces parois de faible désorientation représentent des sites de germination peu efficaces, en raison de leur faible énergie de JDG. La morphologie α_{GB} continue donc de se former en très grande majorité sur les JDGs β/β initiaux. Néanmoins, le très grand nombre de grains α_{GB} formé par JDG β/β ainsi que le plus grand nombre de variants indiquent que les sites potentiels de germination ne se limitent plus aux JTs et/ou aux PQs initiaux (avant déformation plastique).
La Figure 4-27 propose un mécanisme de formation des grains α_{GB} lorsque les JDGs β/β ont été déformés. La jonction des nouvelles parois avec les JDGs β/β initiaux représente de nouveaux JTs (Figure 4-27b). Ces JTs β sont des nouveaux sites de germination, permettant de former davantage de grains α_{GB}, au milieu des JDGs β/β initiaux (Figure 4-27c). On peut souligner que les nouvelles parois et le plan des JDGs initiaux représentent des sites de germination peu efficaces, pris individuellement. C'est leur jonction qui matérialise de nouveaux sites de germination.
De manière analogue, Furuhara et al. (Furuhara 1996) avaient observé, à l'issue d'une déformation à froid, que la phase α germait préférentiellement à l'intersection de JDGs β/β initiaux et de bandes de glissement, ces deux sites pris séparément étant peu efficaces pour la germination.

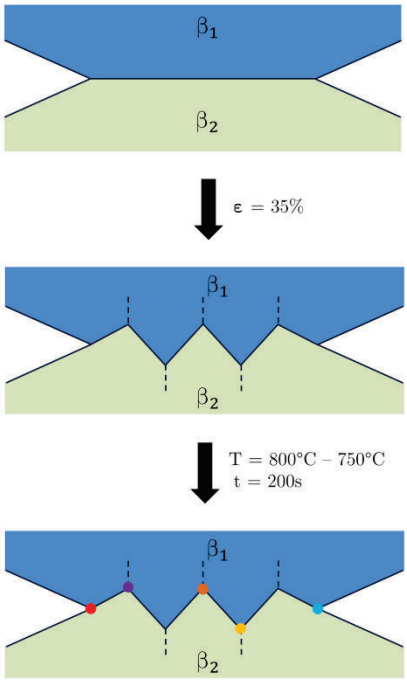

Figure 4-27 : Formation des liserés α_{GB} à partir d'un JDG β/β déformé

Nous avons ensuite examiné les conséquences de cet accroissement du nombre de variants et de grains α_{GB} sur la fréquence linéique d'occurrence des critères SV1 et SV2. Malgré le nombre de grains et de variants α_{GB} beaucoup plus élevés induits par une pré-déformation, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ sont similaires pour les états non déformés et pour les états déformés, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ étant même légèrement plus élevé pour les états déformés, l'écart étant cependant proche de l'incertitude expérimentale.

Les mécanismes de sélection de variants demeurent donc identiques : le variant est toujours sélectionné de manière à minimiser les énergies élastiques et d'interface. Même si la pré-déformation a introduit une multitude de sites de germination au milieu des JDGs β/β initiaux, ces nouveaux sites possèdent des paramètres cristallographiques proches de ceux du JDG initial (désorientation de JDG, angle ω…). Les déformations locales introduites par la déformation plastique ne changent pas ces paramètres de manière significative pour la plupart des JDGs. Les configurations permettant de mettre en commun plans denses et/ou directions denses des deux grains β avec un variant α sont donc semblables. Autrement dit, les incompatibilités de déformations liées à la formation d'un grain α sont semblables sur chacun de ces sites. Ces sites vont donc être occupés par des variants α minimisant les incompatibilités de déformation, ceux qui respectent les critères SV1 et SV2.

Le fait que $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ soient similaires sans et avec pré-déformation malgré l'augmentation du nombre de grains α_{GB} par JDG β/β s'interprète également en remarquant que pour un JDG donné, plusieurs variants α_{GB} peuvent respecter les critères SV1 et SV2. Il y a respectivement 4 possibilités et 2 possibilités sur 24. Ainsi, il est possible d'augmenter le nombre de variants sans modifier $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$. De plus, pour certains JDGs, la déformation peut engendrer des déformations locales assez élevées pour changer les paramètres cristallographiques des JDGs

localement, donc les conditions de germination, faisant que les variants sélectionnés par SV1 et SV2 peuvent être différents localement. Typiquement, la désorientation le long d'un JDG peut atteindre 10°.

Comme il est montré au § 3.2.1 pour les états non déformés, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ sont fonction du taux de décoration des JDGs β/β. Les premiers germes α formés sont ceux respectant SV1 et SV2, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ sont élevées en début de transformation. Par la suite, les sites moins favorables sont occupés par des grains α_{GB} ne pouvant pas respecter ces critères, $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ décroissent jusqu'à atteindre 40% à 50% lorsque tous les JDGs sont décorés.
Cette tendance n'est pas observée pour les états déformés. En effet, aucune corrélation entre taux de décoration des JDGs et $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ n'est mise en évidence. La pré-déformation de la phase parente induit plusieurs effets. D'une part elle conduit à augmenter la force motrice de transformation avec l'introduction de défauts (dislocations, sous-joints…) et d'autre part à créer de nouveaux sites de germination. L'augmentation de la force motrice de transformation, les désorientations locales générées sont autant de facteurs qui conduisent à une occupation très rapide des sites de germination. Ainsi pour nos caractérisations aux temps les plus courts (i.e. déf-800°C-200s), il est probable que tous les sites de germination soient déjà occupés. Par la suite, tous ces germes décorent les JDGs à la même vitesse, menant à des fréquences $L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ semblables pour tous les états. L'étude de la microtexture à des stades moins avancés devrait être réalisée pour voir si des fréquences d'occurrence$L_{SV1}^{\omega<8^\circ}$ et $L_{SV2}^{\omega<8^\circ}$ supérieure à 40/50% seraient observées en tout début de transformation.

4.7.2. Influence de la texture de déformation $\boldsymbol{\beta}$

La présence d'une texture β initiale influence la distribution des paramètres cristallographiques des JDGs β/β et en conséquence les distributions statistiques des angles ω et Ω. La texture β initiale et donc le procédé de mise en forme peuvent influencer l'occurrence des critères SV1 et SV2.
Nous avons simulé différentes textures β afin d'identifier leur effet potentiel sur la sélection de variants. Pour cela, 10^6 couples d'orientations β ont été tirés au hasard dans 5 textures constituées de 10 000 orientations individuelles :

- Texture isotrope
- Fibres suivantes : $\{100\}_\beta$, $\{110\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$ parallèles à Z
- Mélange en proportion égale d'une fibre $\{100\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$

Afin de se rapprocher de textures réelles, nous avons bruité ces textures modèles en déviant chaque orientation autour d'un axe aléatoire et d'un angle dont la distribution suit une loi de Gauss centrée et d'écart type 5°. Pour ces 5 textures, nous avons calculé la distribution des angles ω et des angles Ω_2 (Figure 4-28). Ces distributions sont directement corrélées au potentiel de sélection de variants selon les critères SV1 et SV2.

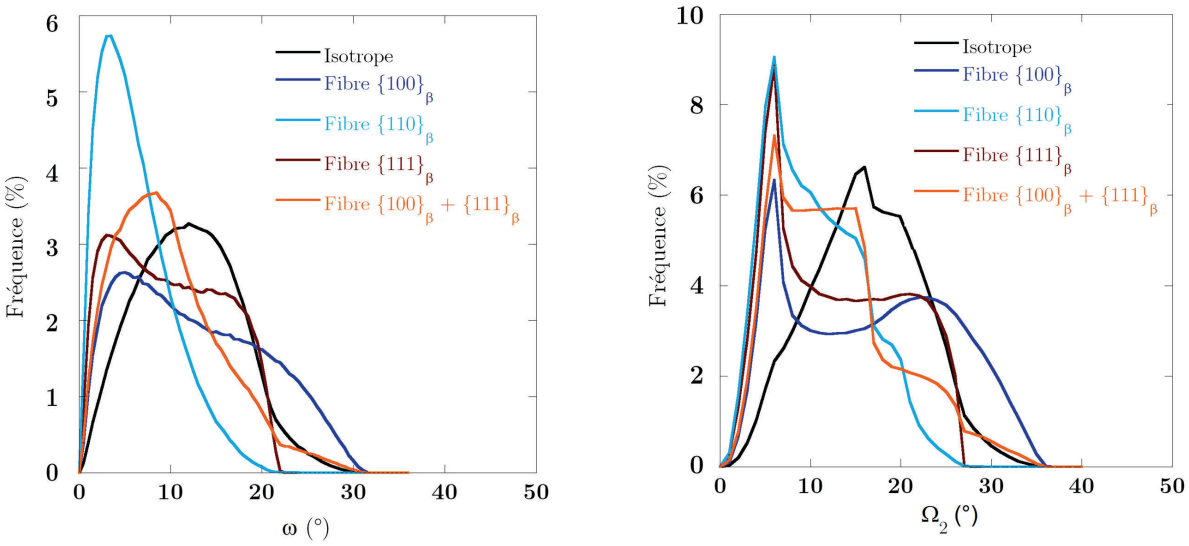

Figure 4-28 : Distribution des angles ω et Ω_2 calculés pour des textures simulées : texture aléatoire, fibres $\{100\}_\beta$, $\{110\}_\beta$, $\{111\}_\beta$ et un mélange de fibre $\{100\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$ en proportion égale

Les distributions d'angles ω et Ω_2 varient amplement suivant la texture considérée. Le potentiel de sélection de variants de chacune de ces microstructures est donc différent.
Les tendances sont comparables pour les deux figures, résultat attendu puisque les angles ω et Ω_2 sont en partie reliés. Une distribution de ces angles resserrée vers les faibles angles est synonyme d'une microstructure composée de JDGs β/β favorisant la SV1 et SV2. Nous pouvons classer ces fibres selon leur potentiel de SV du plus élevé au moins élevé :

1) Fibre $\{110\}_\beta$
2) Fibre $\{111\}_\beta$
3) Fibre $\{100\}_\beta + \{111\}_\beta$
4) Fibre $\{100\}_\beta$
5) Microstructure isotrope

Ainsi, la fibre $\{110\}_\beta$ a le potentiel de SV le plus important, suivi par la fibre $\{111\}_\beta$. En contrepartie, une microstructure isotrope mène potentiellement à la microtexture de transformation la plus diversifiée. Il est montré en littérature qu'une déformation plastique par compression dans le domaine β conduit à la formation de fibre $\{100\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$ (Obasi et al., 2013; Pallot, 2012; Delfosse, 2005). Ces deux fibres évoluent suite à des phénomènes de recristallisation lors de traitement de maintien dans le domaine β ou lors de déformations à des taux de compression plus importants. Dans ces deux cas la fibre $\{100\}_\beta$ croît au dépend de la fibre $\{111\}_\beta$. D'après nos calculs, faire croître la fibre $\{100\}_\beta$ permettrait de limiter les phénomènes de sélection de variants.

Par ailleurs, nous avons comparé les distributions d'angle ω et Ω_2 de ces fibres modélisées à celles de la microstructure de l'alliage Ti17 considéré dans le cadre de cette thèse et dont la texture est pratiquement isotrope (Figure 4-29).

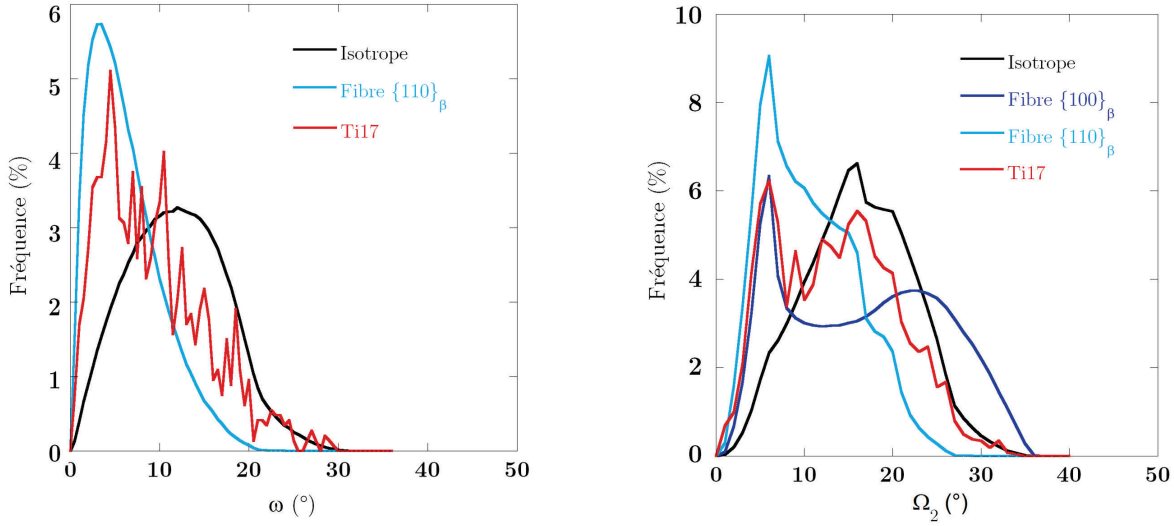

Figure 4-29 : Distributions d'angles ω et Ω_2 mesurées pour la microstructure Ti17 d'étude. Ces distributions sont comparées à celles des fibres calculées

La distribution des angles ω est resserrée vers les petits angles et très loin de la texture isotrope. Cette distribution se rapproche de celle de la fibre $\{110\}_\beta$, c'est-à-dire la fibre dont le potentiel de sélection de variants est le plus élevé. Dans ce matériau, de nombreux grains α_{GB} sont formés selon les critères SV1 et SV2.

En contrepartie, la distribution des angles Ω_2 est plus diffuse. On observe deux pics. Cette distribution est semblable à celle de la fibre $\{100\}_\beta$ aux faibles angles. Au-delà de Ω_2=10, cette distribution semble se rapprocher de celle d'une microstructure isotrope.

Le potentiel de sélection de variants de l'alliage Ti17 étudié est élevé alors même que sa texture n'est pas très prononcée en comparaison avec les microstructures modèles. Cela s'explique par la distribution des voisinages entre grains voisins. Dans les textures modèles ces voisinages sont aléatoires alors que dans le Ti17, ils sont l'héritage des nombreuses étapes de conversion qui ont permis de créer la microstructure. La prise en compte de la texture seule ne permet que la détermination partielle du potentiel de sélection de variants. Pour obtenir des données plus complètes il faudrait connaître la distribution complète des désorientations (angles et axes) voire même des plans de joints de grains (5-paramètres).

4.7.3. Conséquences sur la formation de α_{WGB}

Au travers des états transformés à différents stades de la précipitation, nous pouvons affirmer que la séquence de précipitation n'est pas modifiée par la présence de la sous-structure. Ainsi, une colonie est émise par un précurseur α_{GB}, dont elle hérite de l'orientation cristallographique. Il est néanmoins difficile de faire le lien entre précurseur α_{GB} et colonies α_{WGB}, ceux-ci étant rarement reliés sur une coupe métallographique. Cela montre que ces morphologies sont bien

plus désordonnées que dans les états non déformés. Les différentes colonies s'entremêlent au cours de leur croissance, un même variant de colonie pouvant être observé de manière discontinue, séparé en plusieurs zones par d'autres colonies.
Pour les raisons énergétiques discutées au § 3.5.2.2, une colonie ne peut être émise qu'à partir d'une interface α_{GB}/β quasiment en ROB, appuyant le fait que le mécanisme d'émission des colonies n'est pas modifié.
La croissance des colonies n'est pas perturbée par la désorientation discontinue des grains β ni par la présence de la sous-structure. Chaque lamelle de colonie adapte son orientation progressivement à celle de son parent β tout au long de sa croissance pour maintenir localement la ROB. Ainsi, le gradient de désorientation au sein d'une lamelle et celui de la phase β en périphérie de cette lamelle est quasiment identique. Les lamelles α_{WGB} peuvent franchir les parois β/β de faible désorientation pendant leur croissance.

4.7.4. Conséquences sur la microtexture α finale

Une pré-déformation plastique dans le domaine β induit une modification de la microtexture α finale : le nombre moyen de variants de colonie α_{WGB} par grain β est proche du maximum de 12. De plus, la fraction surfacique de chacune de ces colonies tend vers une surface équiprobable, même si les deux plus grandes colonies restent en moyenne plus importantes.
Cet affaiblissement de la microtexture induit par une pré-déformation est interprété schématiquement en Figure 4-30. La pré-déformation dans le domaine β introduit de nouveaux sites de germination localisés sur les JDGs β/β initiaux (1-2), ce qui accélère la cinétique de formation d'α_{GB} et augmente le nombre de variants α_{GB} (3). Les JDGs sont décorés rapidement et de nombreuses colonies sont donc émises dans un intervalle de temps réduit. Ainsi, dès 1000 s à 750°C et 2000 s à 800°C, N_{WGB} a pratiquement atteint la valeur maximale possible de 12. (4). Les colonies croissent alors à la même vitesse, de manière quasi simultanée (5). En fin de transformation, elles ont une taille similaire car elles ont été émises et elles se sont développées simultanément.
On peut mettre en perspective l'ensemble des résultats sur les états déformés et non-déformés si on les considère sous l'angle des différentes cinétiques de formation de α_{GB}. Comme le schématise la Figure 4-30, sans pré-déformation une diminution de la température de 800 à 750°C accélère la formation d'α_{GB} le long des JDGs, mais sans modifier sensiblement le nombre de sites de germination et de variants α_{GB}. Une pré-déformation accélère davantage la précipitation d'α_{GB}, cette fois en introduisant de nouveaux sites de germination. Ainsi, plus la cinétique de précipitation d'α_{GB} est rapide, moins la microtexture finale est marquée. Sans pré-déformation, l'effet de réduction de température induisant une croissance plus rapide d'α_{GB} est relativement peu marqué. En revanche l'effet de la pré-déformation introduisant de nouveaux sites de germination est plus drastique et il a estompé l'effet de la température.

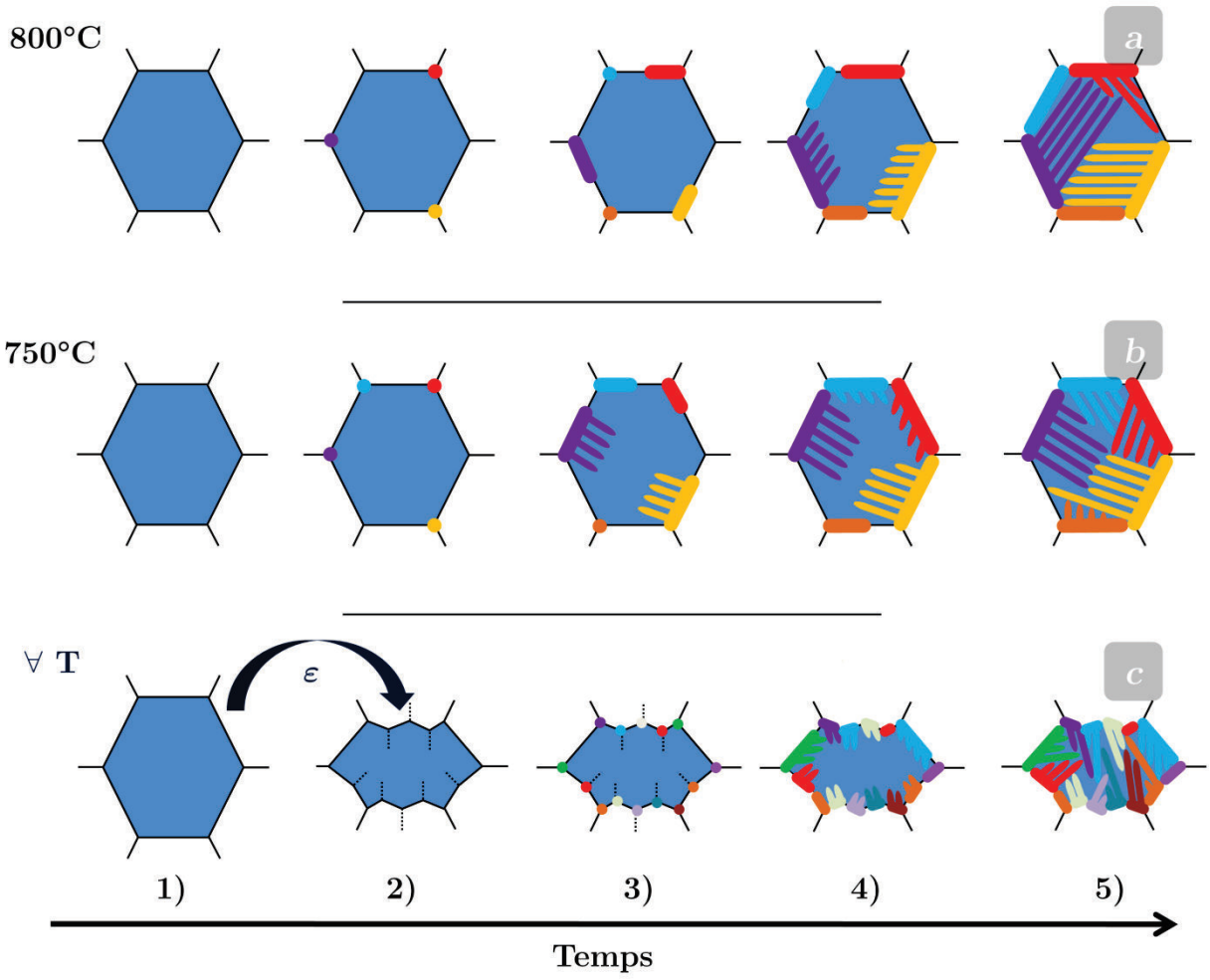

Figure 4-30 : Schéma montrant les différents stades de la séquence de précipitation de la phase α aux joints de grains β/β à : a) 800°C – 0% ; b) 750°C – 0% ; c) 800°C à 750°C – 35% - $10^{-2}s^{-1}$

4.8. Conclusion partielle

Nous avons confirmé que les conditions de pré-déformation en β étudiées ne modifient pas la séquence de précipitation de la phase α aux JDGs β/β décrite au § 3.5.1. La sous-structure générée par la déformation plastique est composée de parois de faible désorientation localisées en périphérie des JDGs β/β initiaux. Pris individuellement, ces nouveaux défauts possèdent une énergie de JDG insuffisante pour permettre la précipitation de la phase α. Néanmoins, la combinaison de ces parois et des JDGs β/β initiaux génère de nouveaux sites de germination. En conséquence, la précipitation de la phase α n'est plus localisée uniquement sur les JTs β et / ou PQs β mais également sur les JDGs, menant à un nombre de variants plus important.
Pour les états étudiés, les fréquences d'occurrence des critères de sélection de variants sont les mêmes que pour les états non déformés. La force motrice de germination étant augmentée par

la déformation plastique, les sites de germination sont très rapidement occupés. Le temps le plus court étudié correspond à un stade où tous les sites sont occupés, les fréquences d'occurrence des critères ne varient donc pas en fonction du temps de transformation. L'analyse d'états moins transformés permettrait de voir si les premiers germes se forment sur les sites les plus favorables énergétiquement, c'est-à-dire ceux respectant les critères de sélection de variants.

Une colonie α_{WGB} est toujours émise à partir d'un précurseur α_{GB} dont elle hérite l'orientation cristallographique. Les lamelles adaptent leur orientation à celle de leur grain β en périphérie afin de maintenir quasiment strictement la ROB en tout point. Les colonies étant émises dans un intervalle de temps court et à partir d'une population de précurseurs α_{GB} plus importante, un plus grand nombre de colonies α_{WGB} croit quasi-simultanément dans chaque grain β. La microtexture finale est plus diversifiée, et cela quelle que soit la température de transformation. Les variants de colonies possèdent une fraction surfacique se rapprochant de l'équiprobabilité. Une pré-déformation dans le domaine β diminue donc la force de la microtexture.
L'influence de la température devient négligeable devant celle de la déformation, effet confirmé au travers des états transformés en condition anisotherme. Diminuer la vitesse de déformation n'a pas modifié de manière significative la microstructure de déformation, les microtextures α ne sont par conséquent pas modifiées.

Conclusion générale et perspectives :

Au cours de ce travail de thèse, nous avons caractérisé la formation et l'évolution des microstructures et microtextures associées à la précipitation de la phase α aux JDGs β/β. Par le biais d'analyses cristallographiques EBSD à l'échelle de la microstructure, nous sommes parvenus à identifier le lien étroit entre la cinétique de germination-croissance de la phase α et le développement de la microtexture, paramètre souvent négligé dans la littérature, où la microtexture n'est généralement associée qu'à la sélection de variants et à la texture initiale de la structure monophasée β.

L'étude a porté sur l'alliage de titane β-métastable Ti17, considéré comme un alliage modèle. En effet, une trempe rapide depuis les hautes températures permet de figer les microstructures et microtextures sans les modifier ou en former de nouvelles. Identifier le rôle de la cinétique sur l'évolution de la microtexture α est ainsi réalisable par le biais de l'étude d'états trempés aux différents stades de la précipitation $\beta \rightarrow \alpha + \beta$. Nous avons fait varier les cinétiques de transformation en jouant dans un premier temps sur la température de transformation de phase en condition isotherme puis en introduisant une microstructure de déformation β par le biais d'une pré-déformation dans le domaine β précédant la précipitation. Nous avons dans un second temps effectué des refroidissements continus, avec et sans pré-déformation, afin d'approcher les conditions industrielles.

Nous avons montré que pour le domaine de température étudié, la précipitation de la phase α aux JDGs β/β démarre à partir des joints triples, voire des points quadruples, sites les plus favorables pour la germination. Les grains α_{GB} décorent ensuite les JDGs β/β. Certains JDGs ont des caractéristiques cristallographiques plus favorables, conduisant à sélectionner des variants cristallographiques de grains α_{GB}, selon différents critères de sélection de variants (SV). Ce terme « favorable » définit en fait les caractères cristallographiques des JDGs β/β permettant de réduire l'énergie nécessaire pour faire germer et croître les grains α, à condition que ces derniers respectent un critère de SV. Cette énergie est associée principalement à la cohérence des réseaux entre la maille CC (β) et la maille HC(α) et de manière moins importante aux interfaces α/β. La formation des premiers germes α et leur orientation sont donc régis par la topologie et la microtexture initiale des grains β.

Nous avons étudié l'occurrence de trois critères de sélection de variants proposés dans la littérature :

- Le critère SV1 est basé sur la mise en commun de plans denses des deux grains β et celui du précipité. Le grain α_{GB} respecte ainsi la relation d'orientation de Burgers (ROB), tout du moins sur la composante plan, avec les deux grains β. Le tenseur de déformation libre est par conséquent minimisé.

- Le critère SV2 consiste à choisir le variant α minimisant l'écart à la ROB avec les deux grains β. Ce critère ressemble au critère SV1, mais il est plus strict puisqu'il considère le parallélisme à la fois des plans et des directions denses. Le cas idéal où le grain α est en ROB exacte avec les deux grains β constitue la situation minimisant au mieux le tenseur de déformation.

- Le critère SV3 est plus difficile à observer car il prend en compte le plan du JDG. Le variant α_{GB} s'oriente de manière à minimiser l'angle entre sa direction dense en ROB et le plan du JDG, situation encore une fois énergétiquement favorable.

La grande originalité de ce travail est d'avoir étudié ces critères de SV de manière statistique à partir de données EBSD. L'algorithme AMAP (Automated Measure of Alpha Precipitation) a été conçu dans le cadre de cette thèse afin d'automatiser les mesures d'orientations des variants et d'obtenir des données hautement statistiques et représentatives de la microtexture.

Nous avons montré que les critères SV1 et SV2 sont très bien respectés pour les premiers grains α_{GB} formés, puis leur fréquence d'observation diminue avec l'augmentation du taux d'occupation des joints de grains. Ceci illustre l'influence de la nature des sites sur leur vitesse d'activation. L'évolution de la fréquence d'observation des critères SV1/SV2 est similaire pour les différentes températures de transformation si on la porte en fonction du taux d'occupation des joints de grains. Par contre elle est beaucoup plus rapide à plus basse température si on la porte en fonction du temps. Ceci montre que le sous-refroidissement (la force motrice) ne modifie pas l'ordre d'occupation des sites (les plus favorables en premier) mais modifie leur cinétique d'activation. Les JDGs β/β sont plus rapidement décorés de phase α_{GB} à température plus basse.

L'étude 3D de la microstructure et de la microtexture d'un grain β transformé pendant 16h à 830°C nous a permis de démontrer qu'une colonie α_{WGB} est toujours émise par un grain α_{GB} précurseur dont elle hérite de l'orientation. Ce résultat considéré comme avéré dans la littérature n'avait jamais été démontré.

De plus, nous avons montré que les conditions d'émission des colonies α_{WGB} sont influencées par la cristallographie. En effet, les lamelles α_{WGB} sont formées à partir d'α_{GB} et de l'interface α/β quasiment en ROB avec un angle de désorientation entre α_{GB} et la lamelle inférieur à 6°. Elles croissent dans le grain β en changeant d'orientation morphologique avec des faces larges

correspondant au plan d'habitat et suivant une direction de croissance contenue dans le plan d'habitat. Ce changement de morphologie peut être expliquée par une minimisation de l'énergie élastique lors de la croissance de la plaquette. Les grains α_{GB} qui suivent les critères de SV disposent de deux interfaces α/β quasiment en ROB, menant à l'émission de colonies d'orientation unique dans chacun des deux grains β adjacents autrement appelées microstructure plume dans la littérature. Ces grains α_{GB} formés sur des sites favorables, donc tôt dans la séquence de précipitation, émettent leurs colonies avant les grains α_{GB} « normaux ». Ceci peut mener à des microstructures plumes de taille importante lorsque la vitesse de croissance des colonies est élevée. Pour notre alliage et les conditions analysées, nous avons rarement observé de plumes de grande taille, malgré le nombre important de grains β analysés. Par contre ces microstructures seront plus facilement observées pour des alliages $\alpha + \beta$ dont la croissance se produit à plus haute température (dont une seule colonie a le temps de remplir le grain/ la coupe étudiée).

La morphologie α_{WGB} représentant environ 98% de la microstructure α en fin de transformation, elle détermine la microtexture α finale. La température de transformation de phase fait varier la microtexture α à l'échelle du grain β en relation avec la cinétique de précipitation des précurseurs des colonies, les grains α_{GB}. Plus la température de transformation est élevée, plus la microtexture α est intense, de par un nombre de variants α_{WGB} plus réduit et la prédominance plus marquée d'une colonie par rapport aux autres. Cela est dû au fait qu'à plus haute température, les grains α_{GB} croissent et émettent des colonies dans un temps plus long. Les premières colonies envahissent alors les grains β et entravent la croissance de leur voisines, menant à un nombre final de variants α_{WGB} plus faible. La colonie prépondérante provient souvent d'un α_{GB} respectant les critères SV1 et SV2, rendant la microtexture α_{WGB} dépendante de la microtexture initiale β.

La microstructure de déformation induite par la pré-déformation dans le domaine β atténue fortement la microtexture α_{WGB}, en accélérant drastiquement la précipitation des grains α_{GB}. Il en résulte un nombre de variants α_{WGB} proche du maximum de 12 ainsi qu'une prépondérance moins importante de la première colonie. L'enchevêtrement plus marqué des colonies dans un grain β déformé tend à homogénéiser davantage la microtexture. Ces effets cinétiques sont suffisamment importants pour que la pré-déformation atténue l'effet de la température de transformation.
L'accélération de la précipitation aux JDGs provient de la sous-structure de déformation. Les nouvelles parois forment de nouveaux joints triples avec les JDGs initiaux, qui représentent de nouveaux sites de germination pour α_{GB}. Le nombre de grains α_{GB} et d'orientations par JDG initial est ainsi augmenté, sans pour autant changer la fréquence d'observation des critères de sélection de variants par rapport aux états non déformés. Les mécanismes de formation des colonies restent identiques à ceux observés pour les structures non déformées. La croissance des colonies n'est pas perturbée par la présence de la sous-structure de déformation. Leur

orientation évolue pendant la croissance pour toujours respecter la ROB localement et elles peuvent franchir les nouvelles parois β/β de faible désorientation.

On peut souligner que les différences de microtexture α_{WGB} en fonction des conditions de transformation ne proviennent que des différences de cinétique de formation des grains α_{GB}, tandis que la fréquence d'occurrence de la SV reste la même. Ainsi nos résultats démontrent l'effet des cinétiques de transformation de phases sur le développement de la microtexture.

Les essais réalisés en conditions anisothermes, avec et sans pré-déformation dans le domaine β, confirment l'ensemble de ces résultats. Ainsi, quel que soit le traitement, la fréquence d'observation des critères de SV tend vers une valeur asymptotique fluctuant entre 40% et 50%. Sans déformation, la vitesse de refroidissement influe sur la température de début de transformation $\beta \rightarrow \alpha_{GB} + \beta$, et donc sur la microtexture finale α à l'échelle du grain β. Avec déformation, la cinétique de formation de la phase α_{GB} est accélérée et est similaire pour les différentes vitesses de refroidissement. La microtexture d'un grain β en fin de transformation est composée en moyenne des 12 variants en proportion se rapprochant de l'équiprobabilité et similaires pour les différentes vitesses étudiées.

La précipitation aux JDGs de la phase α a été analysée à partir d'un seul matériau d'approvisionnement, dont la texture β initiale est fixe. L'influence de la texture β initiale sur la sélection de variants a été discutée mais pourrait être vérifiée par des mesures expérimentales. En particulier, il est important d'établir la genèse des microtextures favorisant un grand nombre de microstructures plumes. Dans ce sens, effectuer les mêmes analyses sur un alliage TA6V permettrait à la fois de faire varier la texture β initiale tout en confirmant les résultats obtenus sur l'alliage le plus utilisé dans l'industrie.

L'effet de la taille de grain β initiale pourrait être examiné. Les différentes colonies α_{WGB} d'un grain β peuvent être émises dans un intervalle de temps assez long, les premières colonies α_{WGB} formées entravant la croissance de leurs voisines. La taille et la géométrie du grain β pourraient avoir une influence primordiale sur la microtexture α_{WGB} à l'échelle du grain β. Un grain de faible taille serait plus rapidement rempli par la première colonie α_{WGB}, provenant d'un α_{GB} suivant les critères SV. Dans ce cas, l'influence de la texture β initiale serait encore plus prononcée. Par ailleurs, l'effet d'une déformation plus élevée et donc d'une microstructure de déformation plus marquée pourrait être envisagé. La séquence de précipitation de la phase α_{GB} pourrait être modifiée (sites de germination différents) et la croissance des colonies α_{WGB} pourrait être perturbée par la présence de nouveaux joints de forte désorientation.

Cette thèse a porté uniquement sur l'étude des morphologies de phase α formées aux JDGs β/β. Il pourrait être intéressant d'analyser l'évolution de la microtexture α dans une microstructure bimodale, contenant initialement des grains α primaires, intragranulaires ou globulaires. D'après des travaux récents, ces grains primaires peuvent influencer l'orientation cristallographique des grains α secondaires.

La caractérisation tridimensionnelle a occupé une part importante de ces travaux de thèse. L'accès à des données comme le plan des JDGs β/β semble primordial pour comprendre totalement les mécanismes de sélection de variants. Le critère SV3 est souvent vérifié et il faudrait l'étudier de manière statistique. La mise au point de méthodes de mesures/reconstruction 3D/caractérisation des microtextures plus rapides, voire automatisées devrait le permettre à l'avenir. Ces techniques permettraient d'envisager une autre direction intéressante, qui serait de caractériser les premiers instants de la précipitation, sur les sites de germination les plus efficaces, les joints triples et/ou les points quadruples.

Annexe A :

Influence de la température de transformation et de la déformation sur les épaisseurs α_{GB} et α_{WGB}

Laude (Laude, 1997) avait réalisé une étude morphologique quantitative sur l'alliage de titane β – cez visant à relier la température de transformation de phase et les épaisseurs de morphologies α_{GB} et α_{WGB} (voir § 1.3.3.2). Nous avons effectué une étude comparative sur l'alliage de titane Ti17, à partir des cartes EBSD des états en fin de transformation.

Pour chaque état, les épaisseurs de 50 liserés α_{GB} et de 50 lamelles de colonies α_{WGB} ont été mesurées à partir des cartes EBSD des états en fin de transformation non déformés et déformés. L'évolution des épaisseurs moyennes des liserés α_{GB} et des lamelles de colonies α_{WGB}, notées respectivement $\overline{e_{\alpha GB}}$ et $\overline{e_{\alpha WGB}}$, en fonction de la température de transformation sont présentées sur la Figure A-1. Nous comparons les résultats obtenus sur l'alliage Ti17 à ceux obtenus sur l'alliage β-Cez (Laude, 1997).

Il est difficile de comparer directement les épaisseurs pour les deux alliages, la température de transus étant différente, les conditions de transformation différentes (Ti17 : $T_\beta = 880$°C ; β – cez : $T_\beta = 890$°C). Néanmoins, des tendances similaires apparaissent pour ces deux alliages.

Ainsi, les mesures effectuées sur l'alliage Ti17 montrent que pour une température de transformation donnée, $\overline{e_{\alpha GB}}$ et $\overline{e_{\alpha WGB}}$ tendent vers une valeur moyenne, quel que soit l'état considéré. Cette observation avait également été faite par Laude pour l'alliage β-cez.

Les épaisseurs de liserés et de lamelles sont fonction de la température. Plus le sous-refroidissement est élevé et plus $\overline{e_{\alpha GB}}$ et $\overline{e_{\alpha WGB}}$ décroissent. Suite à la déformation plastique, les épaisseurs de liserés et de lamelles décroissent pour une température donnée.

La Figure A-1 nous a permis de déterminer précisément la température de début de transformation des états transformés sans déformation et en condition anisotherme (voir § 3.4). L'évolution de $\overline{e_{\alpha GB}}$ et $\overline{e_{\alpha WGB}}$ en fonction de la température est tracée à l'aide d'une courbe de régression polynomiale d'ordre 2. La table A-1 montre les épaisseurs $\overline{e_{\alpha GB}}$ et $\overline{e_{\alpha WGB}}$ mesurées pour les états transformés en conditions anisothermes et les températures de début de transformation correspondantes, déterminées graphiquement. Les températures de début de transformation obtenues par résistivité électrique (§3.4) sont en accord avec ces résultats.

Vitesse de refroidissement (°C.s^{-1})	$\overline{e_{\alpha GB}}$ (µm)	Temperature de début de transformation (°C)	$\overline{e_{\alpha WGB}}$ (µm)	Temperature de début de transformation (°C)
0,005	4,3	815	2,8	809
0,01	3,8	808	2,4	802
0,02	2,5	783	1,6	785
0,05	1,8	761	/	/

Table A-1 : Epaisseurs moyennes et températures de début de transformation correspondantes des états non déformés transformés en conditions anisothermes.

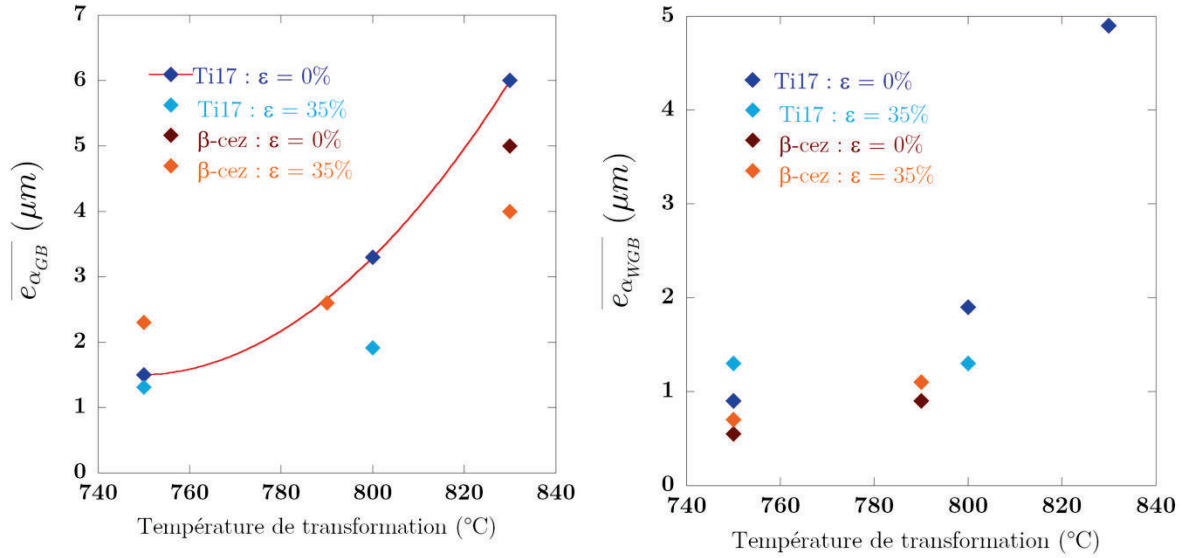

Figure A-1 : Evolution de $\overline{e_{\alpha GB}}$ et $\overline{e_{\alpha WGB}}$ en fonction de la température de transformation pour l'alliage Ti17 et pour l'alliage β – cez. Mesures effectuées sur les états en fin de transformation

Annexe B :

Détermination du plan d'habitat des lamelles α_{WGB}

D'après les observations en MET de (Furuhara et al., 1991) corroborées par différentes études de simulation (Shi, Settefrati, Cottura), la morphologie α_{WI} intragranulaire présente une morphologie en plaquette dont le plan d'habitat, unique pour chaque variant, est de type $\{11\,11\,13\}_{\beta}$.

Nous avons examiné si les lamelles de colonies α_{WGB} issues des joints de grains ont également ce plan d'habitat. La Figure B-1 montre une cartographie EBSD d'un grain β à l'issue d'un traitement de 6h à 800°C après pré-déformation. Chaque lamelle de colonie α_{WGB} définit une trace qu'on peut mesurer précisément dans la plupart des cas. On remarque que la majorité des colonies présentent deux traces. C'est clairement visible par exemple pour le variant 8. L'angle entre les deux traces peut atteindre environ 10°.

Le tableau montre pour chaque variant de colonie l'angle mesuré entre l'horizontale et la trace (ou les deux traces lorsque c'est le cas), défini entre 0 et 180° et mesuré dans le sens direct. La valeur calculée a été obtenue en considérant que les plans d'habitat sont de type $\{11\,11\,13\}_{\beta}$. La trace numérotée (1) est celle la plus proche du plan d'habitat calculé. L'écart correspondant entre calcul et expérience est de 11° au maximum, mais il est inférieur à 5° dans la plupart des cas, soit dans l'erreur expérimentale. L'écart avec l'autre trace peut atteindre 22°.

Ces résultats confirment que pour un variant α_{WGB} donné, au moins une des deux traces est conforme au plan d'habitat $\{11\,11\,13\}_{\beta}$. Nous avons confirmé ce résultat pour l'ensemble des conditions de transformation. La température de transformation et l'application ou non d'une pré-déformation n'ont pas d'influence sur le plan d'habitat.

L'occurrence de deux traces pour un même variant peut provenir de la ramification des lamelles α_{WGB} pendant leur croissance. Comme l'illustre la Figure B-2, on l'observe bien en début de formation des colonies, par exemple après 1800 s de maintien à 750°C. Dans (Shi 2012, Settefrati 2012 et Cottura 2014), l'existence d'autres plans d'habitat permettant de minimiser

l'énergie élastique est mentionnée, mais les plans calculés (pour une plaquette individuelle) sont très différents de ceux observés dans nos expériences. Il faut peut-être considérer pour un variant donné l'énergie élastique associée à l'interaction entre les deux plaquettes pour comprendre l'origine du deuxième plan d'habitat.

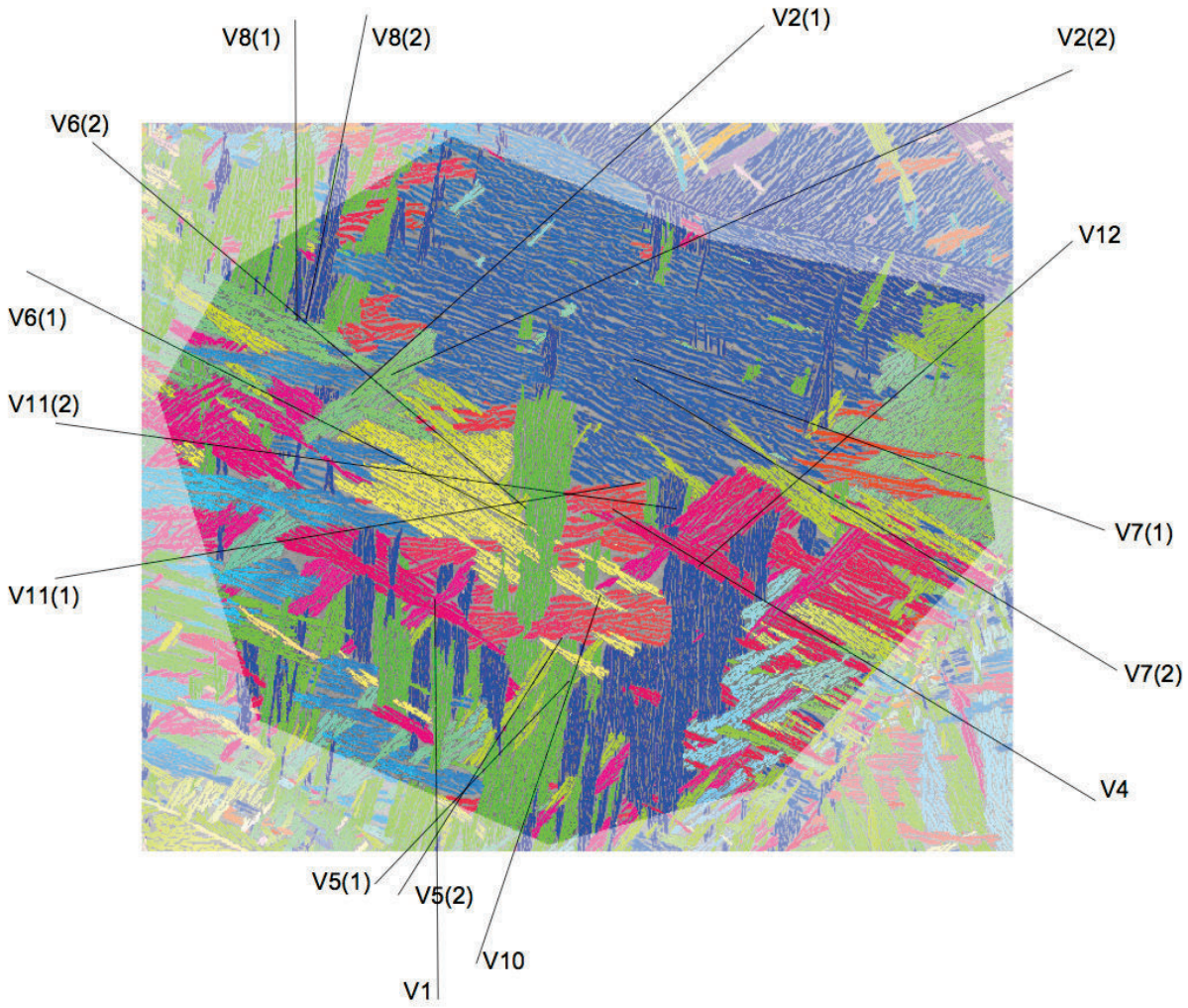

Figure B-1 : Détermination des traces des lamelles α_{WGB}. Traitement de 6 h à 800°C après pré-déformation à $\varepsilon = 35\%$; $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\, s^{-1}$.

Variant	Plan d'habitat $\{11\ 11\ 13\}_\beta$	Angle entre l'horizontale et la trace (°)				
		Calcul	Mesure (1)	Mesure (2)	Différence(1)	Différence(2)
1	$(\overline{11}\ 11\ 13)$	86	90	-	-4	
2	$(11\ \overline{11}\ 13)$	41	42	24	-1	17
3	$(11\ 11\ 13)$	6	-	-	-	-
4	$(11\ 11\ \overline{13})$	154	149	-	5	-
5	$(13\ \overline{11}\ 11)$	51	47	58	4	-7
6	$(13\ 11\ \overline{11})$	152	153	140	-1	12
7	$(13\ 11\ 11)$	171	160	149	11	22
8	$(\overline{13}\ 11\ 11)$	86	90	78	-4	6
9	$(11\ 13\ \overline{11})$	160	-	-	-	-
10	$(11\ \overline{13}\ \overline{11})$	79	71	-	8	-
11	$(11\ 13\ 11)$	5	10	172	-5	13
12	$(11\ \overline{13}\ 11)$	43	41	-	2	-

Table B-1 : Plan d'habitat, angle entre l'horizontale et la trace, calculée et mesurée pour chaque variant du grain β représenté en Figure B-1. Traces numérotées (1) : celles les plus proches du calcul, dans le cas de deux traces par variant. Définition des variants : voir Table 1-2.

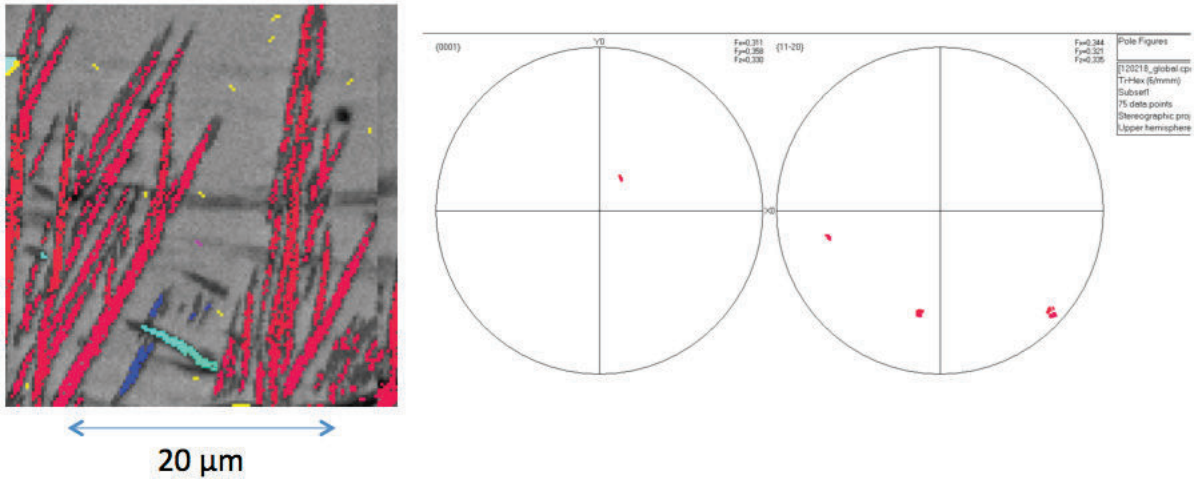

Figure B-2 : Mise en évidence de deux plans d'habitat pour un même variant, associés à la ramification des lamelles α_{WGB}. Traitement de 1800 s à 750°C sans pré-déformation en β

Références Bibliographiques :

Aaron, H. B. & Aaronson, H. I. (1971). Altering the time cycle of heat treatment by controlling grain boundary and subboundary structure. *Metallurgical Transactions* **2**, 23–37.

Aaronson, H., Spanos, G., Masamura, R., Vardiman, R., Moon, D., Menon, E. & Hall, M. (1995). Sympathetic Nucleation - an Overview. *Materials Science and Engineering B-Solid State Materials for Advanced Technology* **32**, 107–123.

Aeby-Gautier, E., Bruneseaux, F., Teixeira, J. D. C., Appolaire, B., Geandier, G. & Denis, S. (2007). Microstructural formation in Ti alloys: In-situ characterization of phase transformation kinetics. *Jom* **59**, 54–58.

Aeby-Gautier, E., Denand, B., Teixeira, J., Dehmas, M., Appolaire, B. & Settefrati, A. (2011). Influence of microstructure on tensile properties of beta-metastable Ti17 alloy. *12th World Conference on Titanium, Beijing.*

Aeby-Gautier, E., Settefrati, A., Bruneseaux, F., Appolaire, B., Denand, B., Dehmas, M., Geandier, G. & Boulet, P. (2013). Isothermal α'' formation in β metastable titanium alloys. *Journal of Alloys and Compounds* **577, Supplement 1**, S439–S443.

Ameyama, K., Weatherly, G. C. & Aust, K. T. (1992). A study of grain boundary nucleated Widmanstätten precipitates in a two-phase stainless steel. *Acta Metallurgica et Materialia* **40**, 1835–1846.

Angelier, C., Bein, S. & Béchet, J. (1997). Building a continuous cooling transformation diagram of β-CEZ alloy by metallography and electrical resistivity measurements. *Metallurgical and Materials Transactions A* **28**, 2467–2475.

Appolaire, B. (2013). Communication personnelle.

Appolaire, B., Hericher, L. & Aeby-Gautier, E. (2005). Modelling of phase transformation kinetics in Ti alloys – Isothermal treatments. *Acta Materialia* **53**, 3001–3011.

Ashby, M. F. (1970). The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Philosophical Magazine* **21**, 399–424.

Bache, M. R., Cope, M., Davies, H. M., Evans, W. J. & Harrison, G. (1997). Dwell sensitive fatigue in a near alpha titanium alloy at ambient temperature. *International Journal of Fatigue* **19**, 83–88.

Balasubrahmanyam, V. V. & Prasad, Y. V. R. K. (2002). Deformation behaviour of beta titanium alloy Ti–10V–4.5Fe–1.5Al in hot upset forging. *Materials Science and Engineering: A* **336**, 150–158.

Banerjee, R., Bhattacharyya, D., Collins, P. C., Viswanathan, G. B. & Fraser, H. L. (2004). Precipitation of grain boundary alpha in a laser deposited compositionally graded Ti-8Al-xV alloy - an orientation microscopy study. *Acta Materialia* **52**, 377–385.

Bechet, J. & Hocheid, B. (1985). Decomposition of the beta-phase in titanium alloy Ti-17. *Titanium 1985*.

Bein, S. (1996). 'Transformations de phases dans les alliages de titane α+β quasi β. Approches comparatives des évolutions morphologiques et des mécanismes de précipitation observés dans l'alliage β-CEZ'. Thèse de Doctorat, Consevatoire National des Arts et Métier, Paris http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=179693 (Accessed December 18, 2014).

Bein, S. & Bechet, J. (1996). Phase transformation kinetics and mechanisms in titanium alloys Ti-6.2.4.6,beta-CEZ and Ti-10.2.3. *Journal De Physique Iv* **6**, 99–108.

Bhattacharyya, D., Viswanathan, G. B., Denkenberger, R., Furrer, D. & Fraser, H. L. (2003). The role of crystallographic and geometrical relationships between alpha and beta phases in an alpha/beta titanium alloy. *Acta Materialia* **51**, 4679–4691.

Bhattacharyya, D., Viswanathan, G. B. & Fraser, H. L. (2007). Crystallographic and morphological relationships between beta phase and the Widmanstatten and allotriomorphic alpha phase at special beta grain boundaries in an alpha/beta titanium alloy. *Acta Materialia* **55**, 6765–6778.

Van Bohemen, S. M. C., Kamp, A., Petrov, R. H., Kestens, L. A. I. & Sietsma, J. (2008). Nucleation and variant selection of secondary α plates in a β Ti alloy. *Acta Materialia* **56**, 5907–5914.

Boyer, R. R. (1996). An overview on the use of titanium in the aerospace industry. *Materials Science and Engineering: A* **213**, 103–114.

BOYER, R. R. (2010). Attributes, characteristics, and applications of titanium and its alloys. *JOM* **62**, 21–24.

Brandao, M., Archambault, P., Aeby-Gautier, E. & Sarteaux, J. (2003). *Optimisation d'un simulateur d'essais thermomécaniques pour l'étude des interactions contraintes-déformations de phases dans les alliages métalliques (DITHEM)*. LSG2M.

Bruneseaux, F. (2008). 'Apport de la diffraction des rayons X à haute énergie sur l'étude des transformations de phases. Application aux alliages de titane'. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.

Bruneseaux, F., Aeby-Gautier, E., Geandier, G., Da Costa Teixeira, J., Appolaire, B., Weisbecker, P. & Mauro, A. (2008). In situ characterizations of phase transformations kinetics in the Ti17 titanium alloy by electrical resistivity and high temperature synchrotron X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering: A* **476**, 60–68.

Burgers, W. G. (1934). On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. *Physica* **1**, 561–586.

Champin, B. & Gelas, B. (1983). Traitements thermiques des alliages de titane. Techniques de l'ingénieur: M1335

Chaussy, F. (1996). 'Evolutions microstructurales en compression à chaud des alliages de titane β-Cez et 6246 et influence du forgeage sur la transformation $\beta \rightarrow \alpha$'. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne / Institut National Polytechnique de Grenoble.

Chaussy, F. & Driver, J. . (1996). Microstructural evolution during hat compression and subsequent α precipitation of the β titanium alloy β-Cez. *La revue de métallurgie,* 1058-1064.

Chaze, A. M. & Montheillet, F. (1994). Hot working of beta phase of titanium alloys : which type of dynamic recrystallisation. La *Revue de métallurgie,* 41–47.

Clemm, P. J. & Fisher, J. C. (1955). The influence of grain boundaries on the nucleation of secondary phases. *Acta Metallurgica* **3**, 70–73.

Combres, Y. (2013). Traitements thermiques des alliages de titane. Techniques de l'ingénieur: M1335

Come, N. (1988). *Caractérisation quantitative des microstructures de l'alliage de titane TA6V4*. Thèse de Doctorat, LSG2M, Nancy.

Da Costa Teixeira, J. (2005). 'Etude expérimentale et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l'alliage de titane Ti17'. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine

Cottura, M., Appolaire, B., Finel, A. & Le Bouar, Y. (2014). Phase field study of acicular growth: Role of elasticity in Widmanstätten structure. *Acta Materialia* **72**, 200–210.

Dahmen, U. (1982). Orientation relationships in precipitation systems. *Acta Metallurgica* **30**, 63–73.

Daymond, M. R., Holt, R. A., Cai, S., Mosbrucker, P. & Vogel, S. C. (2010). Texture inheritance and variant selection through an hcp–bcc–hcp phase transformation. *Acta Materialia* **58**, 4053–4066.

Dehmas, M., Archambault, P., Serriere, M., Gautier, E. & Gandin, C. A. (2002). In situ precipitation in the Al-Mn-Fe-Si alloy during homogenization treatment. *Aluminium* **78**, 864–869.

Dehmas, M., Kovac, J., Appolaire, B., Aeby-Gautier, E., Denand, B. & Da Costa Teixeira, J. (2011). $\beta \rightarrow \beta + \alpha$ Isothermal Phase Transformation in Ti17 Titanium Alloy: Chemical Composition and Crystallographic Aspect. *Solid State Phenomena* **172-174**, 396–401.

Delfosse, J. (2005). 'Forgeage β du Ti17 Propriétés en fatigue'. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale Paris https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00090035/document (Accessed December 28, 2014).

Dey, S. ., Lauridsen, E. ., Ludwig, W., Rowenhorst, D. . & Fonda, R. . (2007). Study of microstructure evolution of grain boundary α phase during β to α transformation in Timetal 21S Alloy. *The Japan Institut of Metals* **Ti-2007**, 467.

E. Dieter, G. (1986). *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill Series in Material Science and Engineering, third Volume.

Dikovits, M., Poletti, C. & Warchomicka, F. (2014). Deformation Mechanisms in the Near-β Titanium Alloy Ti-55531. *Metallurgical and Materials Transactions A* **45**, 1586–1596.

Doherty, R. D., Hughes, D. A., Humphreys, F. J., Jonas, J. J., Jensen, D. J., Kassner, M. E., King, W. E., McNelley, T. R., McQueen, H. J. & Rollett, A. D. (1997). Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering: A* **238**, 219–274.

Duerig, T. W., Albrecht, J., Richter, D. & Fischer, P. (1982). Formation and reversion of stress induced martensite in Ti-10V-2Fe-3Al. *Acta Metallurgica* **30**, 2161–2172.

Duval, T. (2013). 'Analyse multi-échelles des relations microstructure / propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane beta-métastable'. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique.

Escale, N. (2012). 'Etude par MET des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane beta-metastable'. Thèse de Doctorat, Université de Toulouse.

Fan, J. K., Kou, H. C., Lai, M. J., Tang, B., Chang, H. & Li, J. S. (2013). Hot deformation mechanism and microstructure evolution of a new near β titanium alloy. *Materials Science and Engineering: A* **584**, 121–132.

De Fontaine, D., Paton, N. E. & Williams, J. C. (1971). The omega phase transformation in titanium alloys as an example of displacement controlled reactions. *Acta Metallurgica* **19**, 1153–1162.

Freese, H. L., Volas, M. G. & Wood, J. R. (2001). *Titanium in Medicine*. Springer Berlin Heidelberg http://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-642-56486-4_3 (Accessed October 26, 2014).

Fujii, H. & Suzuki, H. . (1988). *Sixth World Conference on Titanium. volume III,* 1489–1494.

Furuhara, T. & Aaronson, H. (1991). Crystallography and Interfacial Structure of Proeutectoid Alpha-Grain Boundary Allotriomorphs in a Hypoeutectoid Ti-Cr Alloy. *Acta Metallurgica et Materialia* **39**, 2887–2899.

Furuhara, T., Howe, J. M. & Aaronson, H. I. (1991). Interphase boundary structures of intragranular proeutectoid α plates in a hypoeutectoid Ti Cr alloy. *Acta Metallurgica et Materialia* **39**, 2873–2886.

Furuhara, T., Kawata, H., Morito, S. & Maki, T. (2006). Crystallography of upper bainite in Fe–Ni–C alloys. *Materials Science and Engineering: A* **431**, 228–236.

Furuhara, T., Kawata, H., Morito, S., Miyamoto, G. & Maki, T. (2008). Variant selection in grain boundary nucleation of upper bainite. *Metallurgical and Materials Transactions* **39A**, 1003–1013.

Furuhara, T. & Maki, T. (2001). Variant selection in heterogeneous nucleation on defects in diffusional phase transformation and precipitation. *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* **312**, 145–154.

Furuhara, T., Takagi, S., Watanabe, H. & Maki, T. (1996). Crystallography of grain boundary α precipitates in a β titanium alloy. *Metallurgical and Materials Transactions* **27A**, 1635–1646.

Gautier, E., Bonina, D., Bruneseaux, F., Lamendin, A., Khelifa, M. & Lazaro, S. (2006). *Etude du comportement en fatigue fluage (Dwell) à 200°C de l'alliage Ti6242 - Evolution des microstructures et propriétés*. Rapport, LSG2M, Nancy.

Gautier, E., Hazotte, A., Simon, A. & Beck, G. (1981). 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 24e colloque de Métallurgie "Les traitements thermomécaniques : aspects théoriques et applications* 181-184.

Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R. & Gogia, A. K. (2009). Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. *Progress in Materials Science* **54**, 397–425.

Germain, L., Gey, N. & Humbert, M. (2007). Reliability of reconstructed β-orientation maps in titanium alloys. *Ultramicroscopy* **107**, 1129–1135.

Gourdet, S. & Montheillet, F. (2002). Effects of dynamic grain boundary migration during the hot compression of high stacking fault energy metals. *Acta Materialia* **50**, 2801–2812.

Gourdet, S. & Montheillet, F. (2003). A model of continuous dynamic recrystallization. *Acta Materialia* **51**, 2685–2699.

Gourgues, A. F., Flower, H. M. & Lindley, T. C. (2000). Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures. *Materials Science and Technology* **16**, 26–40.

Grosdidier, T., Combres, Y., Gautier, E. & Philippe, M.-J. (2000). Effect of microstructure variations on the formation of deformation-induced martensite and associated tensile properties in a β metastable Ti alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* **31**, 1095–1106.

Hericher, L. (2004). 'Contribution à la modélisation des transformations de phases dans les alliage de titane. Application à l'alliage beta-CEZ'. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.

Howe, J. (1997). *Interfaces in Materials*. John Wiley & Sons. Livre

Humbert, M., Germain, L., Gey, N., Bocher, P. & Jahazi, M. (2006). Study of the variant selection in sharp textured regions of bimodal IMI 834 billet. *Materials Science and Engineering: A* **430**, 157–164.

Ivasishin, O. M., Markovsky, P. E., Matviychuk, Y. V., Semiatin, S. L., Ward, C. H. & Fox, S. (2008). A comparative study of the mechanical properties of high-strength β-titanium alloys. *Journal of Alloys and Compounds* **457**, 296–309.

Kurdjumov, G. & Sachs, G. (1930). *Z.Physik* **64**, 225.

Laude, E., Driver, J. ., Archambault, P. & Denis, S. (1996). Effects of thermomechanical treatments on the transformation kinetics of titanium alloys. Experimental study and numerical calculation. *La revue de métallurgie,* 1068-1074.

Laude, M. (1997). 'Etude expérimentale et calcul des cinétiques de transformation de phase d'alliages de titane β-métastables en fonction des traitements thermomécaniques'. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.

Ledbetter, H., Ogi, H., Kai, S., Kim, S. & Hirao, M. (2004). Elastic constants of body-centered-cubic titanium monocrystals. *Journal of Applied Physics* **95**, 4642–4644.

Lee, E., Banerjee, R., Kar, S., Bhattacharyya, D. & Fraser, H. L. (2007). Selection of α variants during microstructural evolution in α/β titanium alloys. *Philosophical Magazine* **87**, 3615–3627.

Lee, J. K. & Aaronson, H. I. (1975). Influence of faceting upon the equilibrium shape of nuclei at grain boundaries—I. Two-dimensions. *Acta Metallurgica* **23**, 799–808.

Leyens, C. & Peters, M. (2003). *Titanium and Titanium Alloys - Fundamentals and Applications*. Weinheim.

Lischewski, I. & Gottstein, G. (2011). Nucleation and variant selection during the α–γ–α phase transformation in microalloyed steel. *Acta Materialia* **59**, 1530–1541.

Loier, C., Thauvin, G., Hazotte, A. & Simon, A. (1985). Influence of deformation on the β→α+β transformation kinetics of Ti-6wt.%Al-4wt.%V alloy. *Journal of the Less Common Metals* **108**, 295–312.

Ludwig, W., King, A., Herbig, M., Reischig, P., Marrow, J., Babout, L., Proudhon, H., Lauridsen, E. M. & Buffiere, J.-Y. (2011). The three-dimensional microstructure of polycrystalline materials unravelled by synchrotron light. *Actualité Chimique numéro 356-57,* 62–67.

Lütjering, G. (1998). Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α+β) titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A* **243**, 32–45.

Lütjering, G. & Williams, J. (2007). Titanium. In *Titanium*, *Engineering Materials, Processes*, pp. 1–14. Springer Berlin Heidelberg

http://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-540-73036-1_1 (Accessed October 26, 2014).

Mandal, S., Pradeep, K. G., Zaefferer, S. & Raabe, D. (2014). A novel approach to measure grain boundary segregation in bulk polycrystalline materials in dependence of the boundaries' five rotational degrees of freedom. *Scripta Materialia* **81**, 16–19.

Menon, E. S. K. & Aaronson, H. I. (1986). Nucleation, growth, and overall transformation kinetics of grain boundary allotriomorphs of proeutectoid alpha in Ti-3.2 At. Pct Co and Ti-6.6 At. Pct Cr alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* **17**, 1703–1715.

Mills, M. J., Hou, D. H., Suri, S. & Viswanathan, G. B. (1998). *Orientation relationship and structure of alpha/beta interfaces in conventional titanium alloys*. Minerals, Metals & Materials Society, Ouvrage.

Miyano, N., Ameyama, K. & Weatherly, G. C. (2000). Three Dimensional Near-Coincidence Site Lattice Modeling of α /β Interface Boundary Structure in Two Phase Titanium Alloy. *ISIJ International* **40**, S199–S203.

Miyano, N., Fujiwara, H., Ameyama, K. & Weatherly, G. C. (2002). Preferred orientation relationship of intra- and inter-granular precipitates in titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A* **333**, 85–91.

Montheillet, F. (2009). Métallurgie en mise en forme à chaud. *Techniques de l'ingénieur*, M3031

Montheillet, F., Dajno, D., Come, N., Gautier, E. & Simon, A. (1993). Hot deformation of high strength β-cez titanium alloy. *Titanium 1992* 1347.

Nag, S., Banerjee, R., Srinivasan, R., Hwang, J. Y., Harper, M. & Fraser, H. L. (2009). ω-Assisted nucleation and growth of α precipitates in the Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr–0.5Fe β titanium alloy. *Acta Materialia* **57**, 2136–2147.

Nie, J. F., Muddle, B. C., Furuhara, T. & Aaronson, H. I. (1998). Toward the overthrow of half of a major paradigm for interfacial structure deduction, with special attention to the massive transformation in Ti-46.5 Al alloy. *Scripta Materialia* **39**, 637–645.

Nishiyama, Z. (1934). *Sci Rep Res Inst Tohoku Univ* **23**.

Obasi, G. C., Birosca, S., Leo Prakash, D. G., Quinta da Fonseca, J. & Preuss, M. (2012). The influence of rolling temperature on texture evolution and variant selection during α → β → α phase transformation in Ti–6Al–4V. *Acta Materialia* **60**, 6013–6024.

Obasi, G. C., Birosca, S., Quinta da Fonseca, J. & Preuss, M. (2012). Effect of β grain growth on variant selection and texture memory effect during $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in Ti–6 Al–4 V. *Acta Materialia* **60**, 1048–1058.

Obasi, G. C., da Fonseca, J. Q., Rugg, D. & Preuss, M. (2013). The effect of β grain coarsening on variant selection and texture evolution in a near-β Ti alloy. *Materials Science and Engineering: A* **576**, 272–279.

Obasi, G. C., Moat, R. J., Leo Prakash, D. G., Kockelmann, W., Quinta da Fonseca, J. & Preuss, M. (2012). In situ neutron diffraction study of texture evolution and variant selection during the $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in Ti–6Al–4V. *Acta Materialia* **60**, 7169–7182.

Ohmori, Y., Nakai, K., Ohtsubo, H. & Tsunofuri, M. (1994). Formation of Widmanstatten Alpha-Structure in a Ti-6Al-4V Alloy. *Materials Transactions Jim* **35**, 238–246.

Pallot, L. (2012). 'Traitements thermomécaniques de l'alliage de titane Ti17. Etude expérimentale et modélisation de la recristallisation de la phase β'. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne.

Patel, J. R. & Cohen, M. (1953). Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation. *Acta Metallurgica* **1**, 531–538.

Peters, J. O. & Lutjering, G. (1998). Microstructure and fatigue properties of the beta-titanium alloy beta-CEZ. *Zeitschrift Für Metallkunde* **89**, 464–473.

Peters, M., Kumpfert, J., Ward, C. H. & Leyens, C. (2003). Titanium alloys for aerospace applications. *Advanced Engineering Materials* **5**, 419–427.

Pilchak, A. L. & Williams, J. C. (2011). The Effect of Friction Stir Processing on the Mechanical Properties of Investment Cast and Hot Isostatically Pressed Ti-6Al-4V. *Metallurgical and Materials Transactions A* **42**, 1630–1645.

Pitsch, W. & Schrader, A. (1958). *Arch. Eisenhutt* 715.

Porter, D. A. & Easterling, K. E. (1992). *Phase Transformations in Metals and Alloys, Third Edition*. CRC Press, Taylor & Francis Group, Ouvrage.

Poulsen, H. F. (2012). An introduction to three-dimensional X-ray diffraction microscopy. *Journal of Applied Crystallography* **45**, 1084–1097.

Prima, F., Vermaut, P., Texier, G., Ansel, D. & Gloriant, T. (2006). Evidence of α-nanophase heterogeneous nucleation from ω particles in a β-metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy. *Scripta Materialia* **54**, 645–648.

Randle, V. (1992). *Microtexture Determination and its Applications*. The Institute of Materials

Rigsbee, J. M. & Aaronson, H. I. (1979). The interfacial structure of the broad faces of ferrite plates. *Acta Metallurgica* **27**, 365–376.

Rollett, A., Humphreys, F. J., Rohrer, G. S. & Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier.

Romero, J., Preuss, M. & Quinta da Fonseca, J. (2009). Texture memory and variant selection during phase transformation of a zirconium alloy. *Acta Materialia* **57**, 5501–5511.

Roy, S., Suwas, S., Tamirisakandala, S., Miracle, D. B. & Srinivasan, R. (2011). Development of solidification microstructure in boron-modified alloy Ti–6Al–4V–0.1B. *Acta Materialia* **59**, 5494–5510.

Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H. & Jonas, J. J. (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science* **60**, 130–207.

Sargent, G. A., Kinsel, K. T., Pilchak, A. L., Salem, A. A. & Semiatin, S. L. (2012). Variant Selection During Cooling after Beta Annealing of Ti-6Al-4V Ingot Material. *Metallurgical and Materials Transactions A* **43**, 3570–3585.

Schmid, E. & Boas, W. (1935). Plasticity of Crystals with Special Reference to Metals. *Springer, Ouvrage*.

Settefrati, A. (2012). 'Étude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de α dans les alliages de titane β-métastable'. Thèse de Doctorat, Université de Lorraine.

Settefrati, A., Aeby-Gautier, E., Appolaire, B., Dehmas, M., Geandier, G. & Khelifati, G. (2013). Low Temperature Transformations in β-Metastable Ti 5553 Titanium Alloy. *Materials Science Forum* **738-739**, 97–102.

Sharma, H. (2008). *3 dimensional analysis of microstructures in titanium*. TUDelft.

Sharma, H., van Bohemen, S. M. C., Petrov, R. H. & Sietsma, J. (2010). Three-dimensional analysis of microstructures in titanium. *Acta Materialia* **58**, 2399–2407.

Shi, R., Dixit, V., Fraser, H. L. & Wang, Y. (2014). Variant selection of grain boundary α by special prior β grain boundaries in titanium alloys. *Acta Materialia* **75**, 156–166.

Shi, R., Ma, N. & Wang, Y. (2012). Predicting equilibrium shape of precipitates as function of coherency state. *Acta Materialia* **60**, 4172–4184.

Shi, R. & Wang, Y. (2013). Variant selection during α precipitation in Ti–6Al–4V under the influence of local stress – A simulation study. *Acta Materialia* **61**, 6006–6014.

Stanford, N. & Bate, P. S. (2004). Crystallographic variant selection in Ti–6Al–4V. *Acta Materialia* **52**, 5215–5224.

Sun, F., Zhang, J. Y., Marteleur, M., Gloriant, T., Vermaut, P., Laille, D., Castany, P., Curfs, C., Jacques, P. J. & Prima, F. (2013). Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects. *Acta Materialia* **61**, 6406–6417.

Teixeira, J. D. C., Appolaire, B., Aeby-Gautier, E., Denis, S., Cailletaud, G. & Späth, N. (2007). Transformation kinetics and microstructures of Ti17 titanium alloy during continuous cooling. *Materials Science and Engineering: A* **448**, 135–145.

Tu, K. N. & Turnbull, D. (1967). Morphology of cellular precipitation of tin from lead-tin bicrystals. *Acta Metallurgica* **15**, 369–376.

Vanderesse, N., Maire, E., Darrieulat, M., Montheillet, F., Moreaud, M. & Jeulin, D. (2008). Three-dimensional microtomographic study of Widmanstätten microstructures in an alpha/beta titanium alloy. *Scripta Materialia* **58**, 512–515.

Warchomicka, F., Poletti, C. & Stockinger, M. (2011). Study of the hot deformation behaviour in Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr–1Zr. *Materials Science and Engineering: A* **528**, 8277–8285.

Wassermann, G. (1933). *Arch. Eisenhüttenwes* **16**, 647.

Zhang, G. H., Takeuchi, T., Enomoto, M. & Adachi, Y. (2011). Influence of Crystallography on Ferrite Nucleation at Austenite Grain-Boundary Faces, Edges, and Corners in a Co-15Fe Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* **42**, 1597–1608.

Zimmermann, F. & Humbert, M. (2002). Determination of the habit plane characteristics in the β–α′ phase transformation induced by stress in Ti–5Al–2Sn–4Zr–4Mo–2Cr–1Fe. *Acta Materialia* **50**, 1735–1740.

Résumé :

Ce travail de thèse porte sur la formation et l'évolution des microstructures et microtextures des alliages de titane associées à la précipitation de la phase α aux JDGs β/β. L'alliage β-métastable Ti17 a été utilisé comme alliage modèle de par son aptitude à figer sa microstructure haute température, permettant de conserver la phase parente non transformée.
De nombreuses analyses cristallographiques EBSD 2D et quelques analyses 3D ont été réalisées pour des microstructures formées sous diverses sollicitations thermiques (transformation en conditions isotherme (TI) ou refroidissement continu (RC)) et thermomécaniques (déformation de la phase parente puis TI ou RC).
L'étude statistique automatisée des microtextures a été menée à partir de données EBSD en utilisant un algorithme spécifique conduisant aux mesures d'orientations de variants et à des grandeurs représentatives de la microtexture. Un lien étroit entre la cinétique de germination croissance de la phase α et le développement de la microtexture est mis en évidence, alors que ce paramètre est souvent négligé dans les travaux de la littérature.
De plus, l'étude de différents critères de sélection de variants (SV) a conduit à montrer que la SV était fréquente pour les premiers grains formés. Ces premiers grains ont des conditions de germination plus favorables ; le variant choisi est celui qui minimise l'écart à la ROB avec les deux grains β. Autrement dit, l'énergie d'interface et surtout l'énergie élastique associée à la formation de ce variant sont minimales. Les conditions cristallographiques de formation des colonies de lamelles sont également étudiées et discutées.

Mots clés :
Titane, Microstructure, Microtexture, transformation de phase, Cinétique, Sélection de Variants, EBSD

Abstract :

This work focuses on the formation and the evolution of microstructure and microtexture associated with the α phase precipitation at β/β GBs in titanium alloys. A β-metastable alloy (Ti17) has been studied, because the high temperature microstructure is frozen by a rapid quench and the untransformed parent phase remains.
Numerous 2D EBSD analyses and some 3D analyses have been carried out after transformation and under various thermal and thermo-mechanical treatments (isothermal conditions and continuous cooling (CC) without and with prior deformation of the parent phase).
One great originality of this study is the automated statistical approach used to characterize the microtexture from EBSD data. An algorithm has been specifically developed in order to get the variants orientation as well as different representative data characterizing the microtexture.
We have identified the link between the nucleation/growth kinetics of α phase and the microtexture development, a relationship that is often neglected in the literature, where one usually associates the microtexture only to the variant selection and to the initial β texture.
The occurrence of variants selection (VS) has been performed considering different VS criteria; it has been shown that VS is very active for the first grains formed. These grains have the most favorable nucleation conditions. The variant selected is the one that minimizes the deviation to the Burgers Orientation Relationship with both β grains; i.e. the one for which interfacial energy and especially the elastic energy associated to its formation are minimized.
Moreover, the crystallographic conditions of α colonies formation are studied and discussed.

Keywords :
Titanium, Microstructure, microtexture, phase transformation, Kinetics, Variants selection, EBSD