



HAL
open science

Transformation par forgeage à chaud des microstructures lamellaires d'alliages hexagonaux

Michel Darrieulat, Frank Montheillet, David Piot, Guillaume Kermouche,
Christophe Desrayaud

► **To cite this version:**

Michel Darrieulat, Frank Montheillet, David Piot, Guillaume Kermouche, Christophe Desrayaud. Transformation par forgeage à chaud des microstructures lamellaires d'alliages hexagonaux. *Matériaux et Techniques*, 2015, 103 (5), pp.504. 10.1051/mattech/2015037 . hal-02025690

HAL Id: hal-02025690

<https://hal.science/hal-02025690>

Submitted on 19 Feb 2019

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.

Copyright

Transformation par forgeage à chaud des microstructures lamellaires d'alliages hexagonaux*

Michel Darrieulat^{1,2}, Frank Montheillet^{1,2}, David Piot^{1,2}, Guillaume Kermouche^{1,2}
et Christophe Desrayaud^{1,2}

Reçu le 23 octobre 2014, accepté le 20 juillet 2015

Résumé – La forge à chaud est utilisée pour réduire les microstructures lamellaires des alliages hexagonaux trempés- β en vue de leur mise en forme. Le sujet est documenté dans la littérature, mais l'article présente quelques points nouveaux. La contribution du glissement interlamellaire à la ductilité du TA6V comme du Zircaloy-4 est mise en évidence. Lorsque la compression est exercée selon un seul axe, la fragmentation des lamelles demeure partielle, même à grande déformation. Un facteur plus favorable à la réduction de la taille des grains est la recristallisation dynamique. Dans le cas du Zircaloy-4 elle a un fort caractère continu à faible vitesse de déformation ($<2 \text{ s}^{-1}$). Elle devient discontinue à vitesse supérieure. Lorsqu'elle n'est pas accompagnée par des recuits, la compression uniaxiale ne réussit en général pas à obtenir la « globulisation » désirée. D'où l'intérêt du forgeage selon plusieurs axes. Deux directions orthogonales peuvent ne pas être suffisantes. Trois directions perpendiculaires offrent de meilleures perspectives. De bons résultats ont été obtenus avec le Zircaloy-4 à 650 et 750 °C. A grande vitesse de déformation (4 s^{-1}) des grains de taille moyenne 10 μm ont été obtenus après seulement trois pas de déformation orthogonaux d'amplitude 0,4 à $T = 750 \text{ °C}$.

Mots clés : Forge / microstructure / segmentation / recristallisation / grains fins

Abstract – Transformation by hot forging of the lamellar microstructures of H.C.P. alloys. Hot forging is used to reduce the lamellar microstructures of β -quenched h.c.p. alloys into smaller elements in view of subsequent forming. This subject is documented in literature, but the article presents some new findings. The contribution of interlamellar sliding to the ductility of both Ti-6Al-4V and Zircaloy-4 is put in evidence. When compression is performed along a single direction, the fragmentation of the lamellae remains partial, even at large deformations. A more favorable factor to reduce the size of the grains is the dynamic recrystallization. In the case of Zircaloy-4, it has a strong continuous character at low deformation rates ($<2 \text{ s}^{-1}$). It becomes discontinuous at higher speed. When not accompanied by annealing, uniaxial forging generally fails to achieve the desired "globulization". Hence forging along several axes was considered. Two orthogonal directions may not be sufficient. Three perpendicular directions offer better prospects. Good results have been obtained for Zircaloy-4 at 650 and 750 °C. When the deformation rate is high (4 s^{-1}), grains of an average size of 10 μm were obtained after only three orthogonal steps of deformation (amplitude 0.4) at $T = 750 \text{ °C}$.

Key words: Forging / microstructure / segmentation / recrystallization / fine grains

* Cet article développe une communication présentée au colloque « La forge à chaud en 2014, un outil incontournable pour la mise en forme d'alliages performants destinés aux industries de pointe », organisé à Saint-Étienne le 10 avril 2014 par le Cercle d'Études des Métaux.

¹ École des Mines de Saint-Étienne, 158 cours Fauriel, CS 62362, 42023 Saint-Étienne Cedex 2, France
darrieulat@emse.fr

² Centre d'enseignement et de recherche « Sciences des Matériaux et des Structures » (S.M.S.), Laboratoire Georges Friedel (L.G.F.), UMR CNRS n° 5307, École des Mines de Saint-Étienne, 158 cours Fauriel, CS 62362, 42023 Saint-Étienne Cedex 2, France

1 Introduction

Les alliages de titane et de zirconium sont dégrossis par forgeage vers 1000 °C, en phase β cubique centrée. Mais la mise en forme ne continue pas à cette température, en particulier pour éviter le grossissement des grains. Dans les cas usuels, le refroidissement produit des lamelles de phase α hexagonale d'épaisseur variant typiquement de 0,5 à 20 μm , mélangées ou non à une phase β résiduelle. Le forgeage se poursuit dans le domaine $\alpha+\beta$ ou dans le domaine α , dans la plage 700 à 960 °C où les alliages sont bien ductiles. Selon les conditions de refroidissement, les lamelles sont enchevêtrées ou de disposition plus régulière (microstructures de Widmanstätten). Dans ces dernières les lamelles (ou lattes) peuvent s'entrecroiser en forme de « panier tressé » ou au contraire se présenter en « platelets parallèles ».

La première partie, bibliographique, de cet article, rappelle plusieurs résultats classiques sur les microstructures produites par la forge. Le colloque organisé à Saint-Étienne par le Cercle d'Études des Métaux : « La forge à chaud en 2014, un outil incontournable pour la mise en forme d'alliages performants destinés aux industries de pointe » a fait état de travaux en cours, notamment ceux du Laboratoire Georges Friedel (L.G.F.) au centre « Sciences des Matériaux et des Structures » de l'École des Mines de Saint-Étienne (UMR CNRS n°5307). C'est la matière de la deuxième partie. Mais comme la compression selon un seul axe ne parvient pas, en l'absence de recuit, à « globuliser » toutes les lattes, les recherches du L.G.F. s'orientent maintenant vers le forgeage selon plusieurs axes, comme exposé dans une troisième partie.

2 Contribution de la compression uniaxiale à la globulisation des lamelles : quelques résultats de la littérature

La globulisation des lamelles est obtenue par l'action conjuguée de la compression et des recuits. C'est l'effet spécifique de la première qui est au cœur du présent article. La littérature parle peu de l'effet des traitements thermomécaniques dans les domaines β et $\alpha + \beta$ avant le recuit d'homogénéisation suivi d'une trempe. Ce qui est bien renseigné, c'est le cas où le métallurgiste obtient, lors du passage au-dessus du transus β , des grains submillimétriques [1]. Il veille à ce qu'ils ne grossissent pas et que la phase athermale ω ne s'y développe pas [2]. Au refroidissement, ils connaissent un phénomène de sélection des variants [3] qui privilégie certaines orientations au sein de chaque grain. Vu la dispersion d'orientations des grains β , ceci n'empêche pas d'obtenir un alliage approximativement isotrope. Les questions de texturation sont moins sensibles en forgeage qu'en laminage.

Des structures lamellaires apparaissent au refroidissement, fines ou épaisses selon la vitesse de celui-ci (trempe à l'eau, à l'air, refroidissement four coupé ou selon rampe de température programmée). Dans le TA6V, les lattes de phase α sont entourées d'une fine couche de phase β

(environ 5 % à l'ambiante). Dans le Zircaloy-4, ce sont les précipités intermétalliques de chrome et de fer (Fe, Cr) Zr_2 qui les délimitent et la phase β a totalement disparu. Mais dans les deux cas :

- la trempe à l'eau produit des structures fines et enchevêtrées. Dans le cas du TA6V c'est une phase martensitique α' distincte de la phase α , hexagonale mais plus chargée en vanadium. Dans le Zircaloy-4 la transformation est plutôt de type bainitique [4],
- avec des trempes moins rapides une microstructure de Widmanstätten est obtenue.

Le produit ainsi trempé subit une suite de forgeages et de maintiens en température en dessous du transus β . Dans le TA6V, celui-ci varie en fonction de la teneur en oxygène mais se situe autour de 980 °C. La proportion de phase β varie beaucoup entre 800 et 960° [5]. Le Zircaloy-4 est forgé dans le haut domaine α , c'est-à-dire entre 600 et 780 °C, car la phase β apparaît à 810 °C. A l'issue du forgeage, de petits, voire de très petits grains équiaxes sont visibles. Mais il est exceptionnel que la transformation soit totale. Dans le TA6V, cela réclame que les lattes initiales soient fines [6] et que la déformation soit poussée au-delà de $\bar{\epsilon} = 3$ [7]. Si les lamelles perdurent, parfois tronquées ou enchevêtrées, la globulisation est inachevée. Rappelons-en quelques caractéristiques dans le cas des deux alliages mentionnés ci-dessus.

- Les études sur le TA6V ont très tôt montré que le forgeage courbait les lamelles et provoquait l'apparition des sous-joints de grains nécessaires pour accommoder la courbure. La déformation s'accompagnant d'hétérogénéités et notamment de bandes de cisaillement, celles-ci sont une autre source d'accumulation locale de dislocations. Weiss et al. [8] ont expliqué que ces phénomènes favorisaient la pénétration de la phase β dans les lamelles α à cause de la compétition entre les énergies interfaciales α/α et α/β .

Lorsque les orientations cristallographiques ont pu être mesurées dans le microscope électronique à balayage, les travaux conduits autour de Semiatin (voir par exemple [9]) ont permis d'aller plus loin dans la compréhension des mécanismes de déformation. La forge tend à redresser les pôles $\langle c \rangle$ des cristaux hexagonaux vers la direction de compression. C'est la direction la plus dure, celle qui sollicite à la fois les systèmes de glissement prismatiques et basaux. Comme les pôles $\langle c \rangle$ sont contenus dans le plan des lamelles, celles qui sont parallèles à la direction de compression sont mal orientées pour ce glissement, et celles qui lui sont perpendiculaires ne peuvent se déformer qu'en s'allongeant. Au contraire, pour les directions intermédiaires, l'action conjointe des systèmes de glissement mentionnés plus haut favorise la globulisation. L'ensemble de ces travaux met en lumière la profonde hétérogénéité locale de la déformation [10],

Dans la pratique de la mise en forme, les recuits sont propices à la pénétration de la phase β dans les lamelles. Lorsqu'on veut éviter de faire grossir le grain, par exemple pour mettre en forme par superplasticité, il est judicieux de recourir seulement au forgeage [6]. La forge en usine n'étant pas isotherme comme les essais de laboratoire,

divers auteurs ont mis en évidence les instabilités que provoque le refroidissement en cours du processus [11, 12].

- Les études sur la globulisation des alliages de zirconium sont peu nombreuses en comparaison de celles sur le titane. Le plus gros tonnage de Zircaloy-4 est utilisé pour le gainage du combustible dans les centrales nucléaires. L'alliage trempé- β est filé sur aiguille dans le haut domaine α (vers 750 °C) et la globulisation s'effectue au cours de cette opération [13]. Par rapport au titane trempé dans des conditions analogues, les principales différences sont :

- les systèmes de glissement prismatiques ont un rôle dominant dans la déformation. Les systèmes de glissement basaux et pyramidaux ne viennent les suppléer que tout en haut du domaine α [14].
- il n'y a pas de phase β entre les lamelles qui facilite le glissement relatif de celles-ci. Mais les bords des lamelles, appauvris en étain et au contact des précipités (Fe, Cr)Zr₂, constituent une zone de moindre résistance mécanique [15].

Il faut souligner enfin la grande ductilité du Zircaloy-4 dans le haut domaine α . Il arrive que les lamelles accommodent le forgeage en faisant des plis sans se rompre. Ce phénomène est parfois appelé, improprement peut-être, microflambage. Ce phénomène rappelle, à de tout autres échelles d'espace et de temps, le plissement des couches géologiques, dont les tectonophysiciens ont donné des analyses mécaniques [16].

3 Transformations des microstructures lamellaires comprimées selon une seule direction : l'expérience du L.G.F.

Au laboratoire Georges Friedel, les essais de compression des microstructures lamellaires du TA6V et du Zircaloy-4 ont été réalisés à l'aide d'une machine servo-hydraulique SCHENCKTM PCN 160. Le dispositif est décrit en [17]. L'échantillon est chauffé avec maintien de 5 min à la température de consigne T pour assurer l'homogénéité thermique avec les outils. La compression se fait à vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ constante. Un doigt éjecte l'échantillon dans un récipient rempli d'eau, où il tombe en moins de 1 s, assurant une trempe efficace. Vu l'avidité des alliages étudiés pour l'oxygène, le travail se fait sous flux d'argon. Le frottement est limité par l'application d'un lubrifiant en spray. Pour le TA6V le choix s'est porté sur le nitrure de bore mélangé de graphite ; pour le Zircaloy-4, le graphite seul a donné les meilleurs résultats. Aux températures considérées, le coefficient de Tresca paraît sensiblement constant et voisin de 0.1. En suivant l'analyse d'Avitzur [18], ceci permet de calculer la contrainte moyenne à laquelle est soumis le matériau en fonction de la contrainte obtenue en divisant la force appliquée par la surface de l'échantillon.

3.1 TA6V

Une description sur la segmentation en éléments plus petits des lamelles de TA6V issues de la trempe β a été tentée dans la thèse de Dumanowski [19]. Le TA6V utilisé a été maintenu une heure à $T = 1050$ °C. Ceci a produit des grains β d'environ 0,2 mm. Il a refroidi dans le four, ce qui génère des lattes épaisses (10 à 20 μm) plus faciles à observer que des aiguilles fines.

Se remarquent en premier les liserés formés sur l'emplacement des anciens joints de grains. Ils constituent d'épaisses barres de phase α . Chaque ancien grain β a donné naissance à plusieurs colonies de lamelles α , au cas d'espèce souvent en platelets parallèles. Le matériau est comprimé à des températures échelonnées entre 900 °C et 960 °C, sous le transus β , à la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. La proportion de phase α varie de la moitié à quelques pourcents entre 900 et 960 °C. Des déformations isothermes poursuivies jusqu'à $\bar{\varepsilon} = 3$ font ressortir quatre moments dans la segmentation :

- la déformation du réseau des liserés α . Ce sont eux qui opposent la plus grande résistance initiale à la compression. À 960 °C, les lamelles à l'intérieur des colonies baignent dans la phase β ductile et se comportent comme des inclusions dures dans une matrice molle,
- l'inclinaison par rapport à l'axe de compression. Elle s'accroît progressivement, sauf pour les lamelles initialement perpendiculaires à l'axe et qui le restent. Simultanément, en particulier dans la plage d'inclinaison favorable analysée dans [10], elles prennent des formes incurvées,
- quand les lamelles sont approximativement perpendiculaires à l'axe de compression, elles n'ont d'autre solution pour continuer à se déformer que de s'amincir et de s'allonger. Ce qu'elles font en se séparant, par endroits, en morceaux beaucoup plus longs que larges,
- alors la segmentation s'engage plus efficacement et produit les premiers grains équiaxes.

Dans les conditions de l'expérience, ces étapes sont suffisamment marquées pour être consignées schématiquement sur un graphique température-déformation (Fig. 1).

Le graphique montre que :

- à 900 °C, la déformation fait plus pour la fragmentation que la température parce que la proportion de phase dure α est importante. Les lattes plient plus tôt qu'à 960 °C, mais la microstructure résultante est enchevêtrée et sensiblement hétérogène,
- la fragmentation en petits grains est la plus précoce autour de 930 °C. Toutefois, elle ne se poursuit pas aussi efficacement qu'à plus haute température,
- c'est autour de 960 °C que le processus est le plus efficace, sans toutefois arriver au bout de la segmentation, même en déformant jusqu'à $\bar{\varepsilon} = 3$.

Le graphique permet de prévoir l'effet de chemins de déformation non isothermes. Les meilleurs résultats ont été obtenus par déformation de $\bar{\varepsilon} = 1,75$ à 960 °C suivie

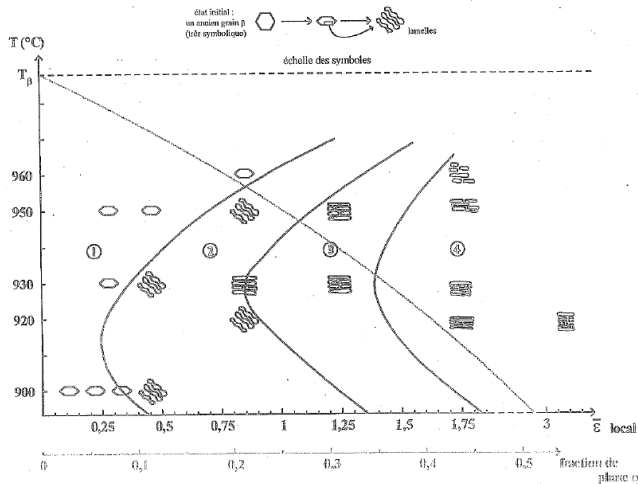


Fig. 1. Étapes de la segmentation de lamelles de TA6V en fonction de T et $\bar{\varepsilon}$ [19].

Fig. 1. Steps in the segmentation of Ti-6Al-4V lamellae with respect to T and $\bar{\varepsilon}$ [19].

par une déformation de $\bar{\varepsilon} = 0,85$ à 920 °C , combinaison dans laquelle jouent pleinement leur rôle et la température et la déformation.

À la suite du travail de Dumanowski, d'autres essais ont été réalisés au L.G.F. dans les conditions qui conduisent à des microstructures duplex, à la fois lamellaires et globulaires. Des lamelles d'épaisseur moyenne $1,9$ et $4,7\ \mu\text{m}$ ont été obtenues par refroidissement plus ou moins rapide après déformation à $T = 900\text{ °C}$, où la proportion des phases α et β est sensiblement la même. Les vitesses de déformation utilisées ont été $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 1\text{ s}^{-1}$ et la compression a été poursuivie jusqu'à $\bar{\varepsilon} = 0,5$. Une microstructure typique obtenue par ces essais est donnée par la Figure 2 où il apparaît clairement que les lamelles ont ployé et se sont fragmentées, parfois, mais rarement, en grains équiaxes.

Outre le phénomène de fragmentation examiné ci-dessus, plusieurs autres aspects de la transformation des lamelles ont été notés à l'occasion de ces études.

- En fonction de la vitesse de refroidissement, la part de matériau qui est en phase β au moment de la compression se transforme en lattes α ou en lattes de martensite α' . Ces dernières ne s'indexent pas à l'examen par Electron BackScattering Diffraction (EBSD). Une méthode sûre de les détecter est de recourir aux rayons X. Les pics de diffraction de la phase α et de la phase α' se différencient puisque la première a des paramètres légèrement plus petits que la seconde ($a = 0,2900\text{ nm}$ au lieu de $0,2925\text{ nm}$, $c = 0,4632\text{ nm}$ au lieu de $0,4667\text{ nm}$).
- De très petits grains ont été observés, mais ils ne proviennent pas de la fragmentation des lamelles. Leur taille est inférieure à l'épaisseur de celles-ci. Ils apparaissent dans les zones où l'activité des dislocations est intense, bande de cisaillement ou autre. Sous le microscope, ils ont l'aspect visible sur la Figure 3. Il s'agit donc là d'un phénomène de

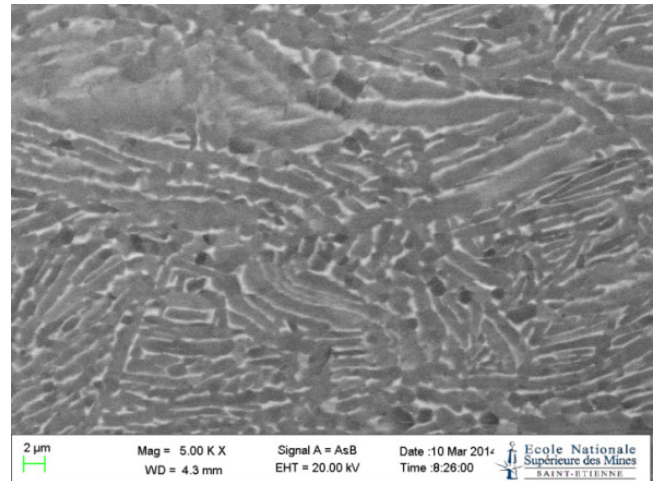


Fig. 2. TA6V trempé- β comprimé de $\bar{\varepsilon} = 0,5$, $T = 900\text{ °C}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$.

Fig. 2. β -quenched Ti-6Al-4V alloy compressed $\bar{\varepsilon} = 0,5$, $T = 900\text{ °C}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$.



Fig. 3. Zone recristallisée dans un échantillon comprimé de $\bar{\varepsilon} = 0,5$, $T = 900\text{ °C}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$.

Fig. 3. Recrystallized zone in a sample compressed $\bar{\varepsilon} = 0,5$, $T = 900\text{ °C}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$.

recristallisation. Il s'est amorcé durant la compression et peut-être poursuivi durant la seconde qui précède le refroidissement (chute dans le récipient de trempé). Il s'agit donc de recristallisation dynamique ou métadynamique.

- Les courbes contrainte-déformation du TA6V ont une allure typique qui apparaît sur la Figure 4. Par comparaison, et en vue de la suite de l'article, les courbes correspondantes pour le Zircaloy-4 y sont aussi présentées. Dans le cas du TA6V, après un pic à l'entrée du domaine plastique (environ à $\bar{\varepsilon} = 0,04$), la courbe s'adoucit fortement. Les observations microstructurales n'expliquent pas l'ampleur de ce phénomène : il y a bien peu de grains recristallisés ou de grains qui se brisent, les pôles $\{00.1\}$ se relèvent dans la direction de compression mais c'est

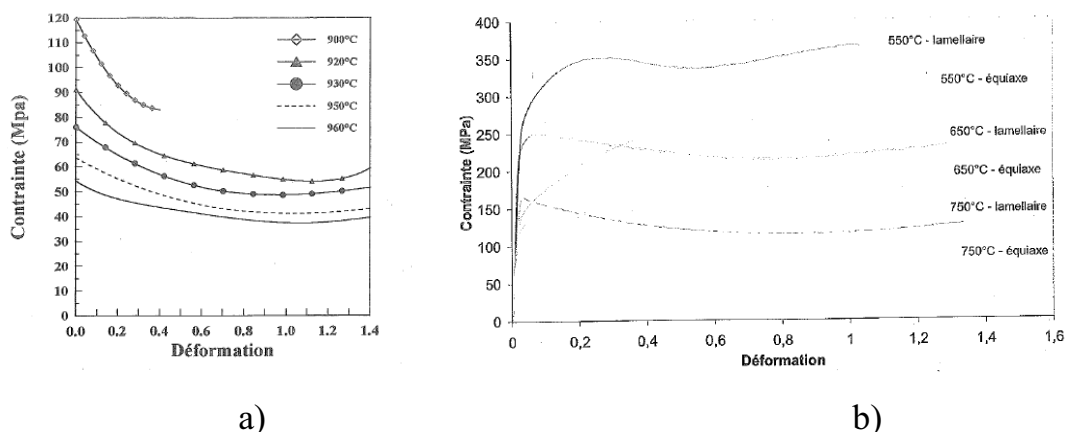


Fig. 4. Courbes contrainte-déformation ($\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) pour (a) le TA6V [19] (b) le Zircaloy-4 [20].
Fig. 4. Stress-strain curves ($\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) for (a) Ti-6Al-4V [19] (b) Zircaloy-4 [20].

précisément une direction dure dans les hexagonaux. L'explication doit plutôt être recherchée dans le fait que :

- le pic initial est dû au réseau de phase α qui entoure les anciens grains β ;
- les lamelles de phase α (dure) glissent entre elles dans la matrice β plus molle, ce qui constitue un mode de déformation original.

3.2 Zircaloy-4

L'expérience du L.G.F. a été obtenue notamment avec les thèses de Chauvy [20] et Vanderesse [21] dont il est rendu compte ci-après.

- Le Zircaloy-4 se travaille dans le haut domaine α (550 °C–750 °C) où il est très malléable. Il est intéressant de comparer la déformation de sa structure lamellaire avec celle du TA6V. Il est rappelé que dans l'un, l'interface des lamelles est constituée par la phase ductile β et dans l'autre par une couche de précipités. Mais, comme déjà vu en [15], les bords des lamelles sont des zones de moindre résistance mécanique, le long desquelles le glissement est possible. Il est mis en évidence sur la Figure 5.

Il a été noté à propos de la Figure 4 que le fort adoucissement du TA6V était lié au mouvement relatif de ses lattes. La même figure montre que les courbes contrainte-déformation du Zircaloy-4 dans l'état trempé β présentent aussi un adoucissement, mais moins marqué que pour l'alliage de titane. Il y a, d'ailleurs, écrouissage avec un échantillon de barre à bouchon qui présente une structure de petits grains équiaxes obtenue par martelage rotatif et recuit d'une heure à 600 °C. C'est donc bien la microstructure lamellaire qui est la cause de la diminution de la contrainte.

- Les petits grains qui se multiplient en cours de déformation sont la signature d'un phénomène de recristallisation dynamique. Dans le cas du Zircaloy-4, à vitesse modérée de déformation (par exemple $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) et dans la plage de température 600–750 °C, ceci s'opère sans qu'ait été décelée l'apparition de germes. Des

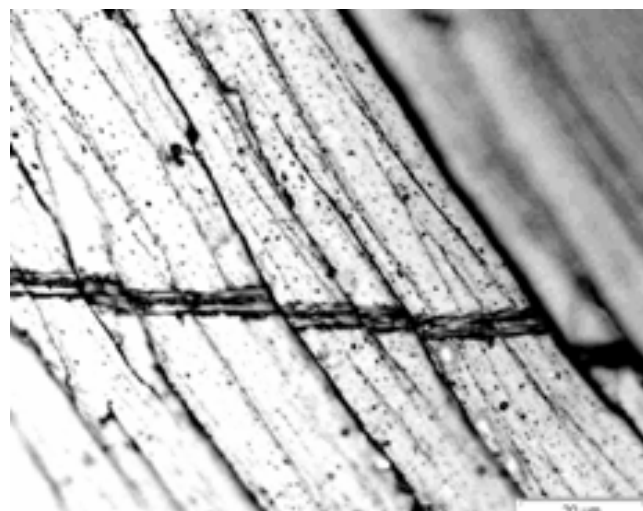


Fig. 5. Glissement interlamellaire dans une colonie de Zircaloy-4. $\bar{\varepsilon} = 0,3$, $T = 750 \text{ °C}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, direction de compression verticale [21].

Fig. 5. Interlamellar sliding in a colony of Zircaloy-4. $\bar{\varepsilon} = 0,3$, $T = 750 \text{ °C}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, vertical direction of compression [21].

analyses par Back Electron Scattering Diffraction [20] ont mis en évidence que les sous-joints de grains se multiplient pour $\bar{\varepsilon} < 0,4$ puis se désorientent progressivement quand le corroyage se poursuit. Des cristallites se forment et progressivement ils deviennent des grains. Un travail de microscopie électronique en transmission mené au laboratoire [22] n'a pas montré les grains à faible densité de dislocations caractéristiques de la recristallisation discontinue. Au contraire, ces nouveaux cristaux se forment par désorientation progressive par rapport au cristal parent, dans les zones où les dislocations $\langle a \rangle$ mais aussi $\langle c + a \rangle$ (preuve de l'activité de systèmes de glissement pyramidaux) sont particulièrement nombreuses.

Bien que le Zircaloy-4 soit un alliage à faible énergie de défaut d'empilement, son évolution sous la presse dans le haut domaine α ($T < 810 \text{ °C}$, température d'apparition

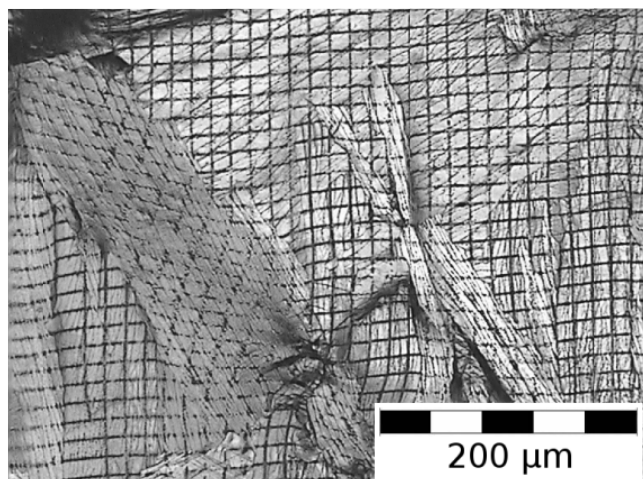


Fig. 6. Cisaillement entre deux colonies de Zircaloy-4 [21].
Fig. 6. Shear between two colonies of Zircaloy-4 [21].

de la phase β) à vitesse de déformation lente ou modérée ($\dot{\epsilon} \leq 2 \text{ s}^{-1}$) a bien des caractères de la recristallisation dynamique continue.

- Le travail de Vanderesse [21] a permis de préciser l'origine des concentrations de déformation qui conduisent, in fine, à la globulisation. Il les a mises en évidence avec des microgrilles de pas $12 \mu\text{m}$. Après dépôt d'une résine électrosensible, irradiation et dissolution des parties irradiées, la technique du gravage électrochimique a été préférée au dépôt d'or afin de mieux résister à la température et à la déformation. Mais l'observation et surtout la mesure des déformations sont grandement facilitées si la grille reste approximativement plane. C'est pourquoi la compression a été effectuée dans un dispositif adapté. Les échantillons ont été coupés en deux par un plan vertical et l'une des faces intérieures gravée. Les deux morceaux ont ensuite été rapprochés et introduits dans le dispositif où des parois mobiles empêchent qu'ils ne se désolidarisent.

Les concentrations de déformation se présentent sous plusieurs formes :

- en début de compression, là où les lamelles sont disposées en platelets parallèles, les colonies voisines bougent les unes par rapport aux autres. Leur forme, mise en évidence par tomographie RX, est complexe. Leur imbrication a été visualisée dans l'espace [23]. Elle est telle que la compression macroscopique produit de nombreux cisaillements dans les zones frontières, comme le montre la Figure 6 ;
- les colonies elles-mêmes se fracturent au cours de la déformation, et il apparaît des zones désorientées cristallographiquement,
- les bandes de cisaillement inter et intra-colonies se multiplient dans la suite de la déformation. Elles sont bien visibles parce qu'elles perturbent l'alignement des précipités interlamellaires, comme le montre la Figure 7.

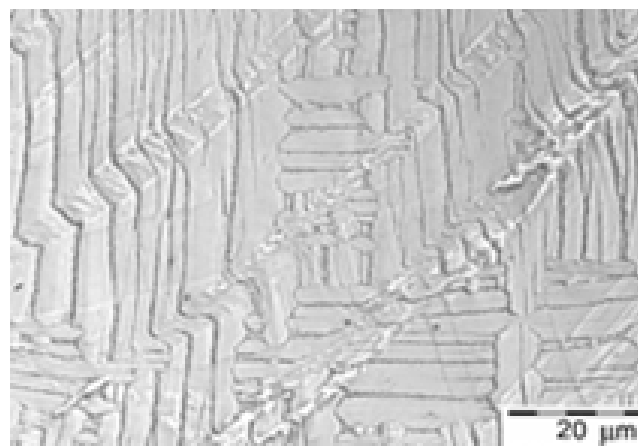


Fig. 7. Bandes de déformation dans une microstructure de platelets parallèles [21].
Fig. 7. Shear bands in a microstructure of parallel platelets [21].

Ces phénomènes sont révélateurs de la grande activité des systèmes de glissement du Zircaloy-4 dans le haut domaine α .

- L'aspect microscopique de sa grande ductilité apparaît sur la Figure 8 dans laquelle les orientations cristallines d'une lamelle fortement plissée ont été consignées en vis-à-vis de la morphologie des plis. Il est à remarquer que le réseau cristallin change peu d'orientation malgré l'intensité du plissement et que les lamelles ne se rompent pas aux charnières. C'est au glissement cristallographique que revient la charge d'accommoder la déformation. Il devient évident sur cet exemple que des déformations importantes peuvent intervenir sans que la microstructure lamellaire ne se segmente.

En dépit de mécanismes de déformation microscopiques différents du TA6V, le Zircaloy-4 ne se laisse pas non plus réduire en grains équiaxes par le seul effet de la compression uniaxiale. Celle-ci y contribue surtout en déclenchant la recristallisation dynamique, complétée dans beaucoup de gammes de forgeage par la recristallisation statique. Pour parvenir à une segmentation plus complète, il faut donc prendre d'autres moyens, par exemple exercer des efforts multiaxiaux.

4 Effets des changements d'axe de compression

Le LGF a pu expérimenter les effets de la compression selon deux ou trois axes orthogonaux dans les conditions exposées ci-après.

4.1 Side-pressing du TA6V

En forge industrielle, il est fréquent de comprimer latéralement un lingot circulaire et de le tourner au cours du procédé. C'est ce que le side-pressing reproduit en laboratoire. Au L.G.F., un échantillon cylindrique de TA6V

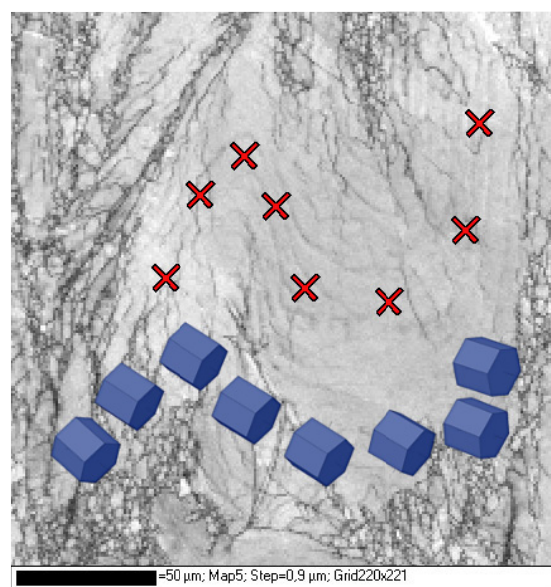
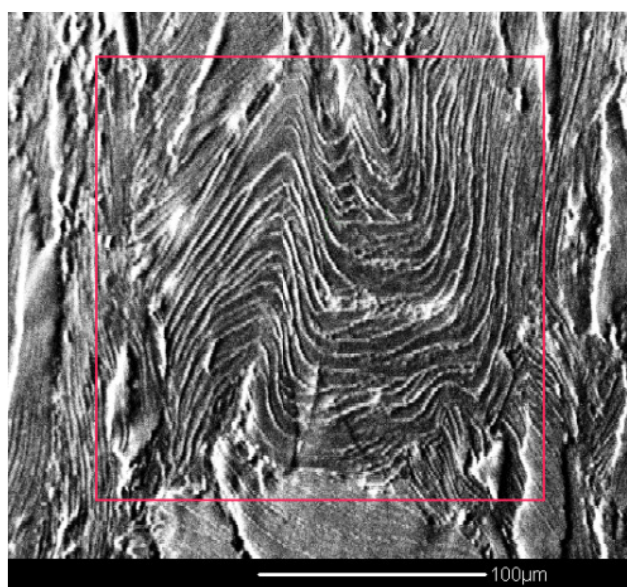


Fig. 8. Plissement des lamelles sous l'effet de la compression. Absence de corrélation entre la distorsion des lamelles et l'orientation cristalline [21].

Fig. 8. Folding of the lamellae under compression. Absence of correlation between the distortion of the lamellae and the crystallographic orientation [21].

a ainsi été comprimé dans le domaine $\alpha + \beta$, à $T = 800\text{ °C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$, non pas parallèlement à son axe mais latéralement. L'amplitude des différentes passes est notée $\Delta\bar{\epsilon}$. Une première déformation de $\Delta\bar{\epsilon} = 0,3$ crée deux faces planes parallèles. L'échantillon est alors tourné de 90° et maintenu en position entre les tas de la machine de compression par un fil de nickel (cette phase de la manipulation est délicate). Une seconde compression de $\Delta\bar{\epsilon} = 0,38$ donne à la pièce une section égale en longueur et en largeur, les arêtes restant arrondies. Le procédé amplifie le phénomène de crois du forgeron. Mais dans toute la pièce, la microstructure est du type donné par la Figure 9 :

- les nodules de phase α primaire, de forme massive, n'ont pas subi de transformation notable,
- les lamelles de phase α , grise, se sont courbées. Ce n'est qu'en de rares endroits qu'elles se sont fragmentées. Sur la micrographie, les lattes paraissent surtout avoir glissé les unes par rapport aux autres avec l'aide de leur enveloppe de phase β , qui apparaît en blanc. Poursuivi plus longtemps, le side-pressing produirait-il une microstructure équiaxe? En suivant l'analyse de Bieler et Semiatin [10], la réponse paraît non. Ces auteurs ont montré que dans le TA6V, la compression a peu d'effet si elle se situe dans un cône d'une quinzaine de degrés d'axe parallèle ou perpendiculaire aux pôles $\langle 00.1 \rangle$. Ces pôles sont largement contenus dans le plan des lamelles. Deux compressions orthogonales entre elles sont donc inefficaces pour les lattes dont les pôles $\langle 00.1 \rangle$ sont plus ou moins alignés avec la direction normale au plan des axes de compression.

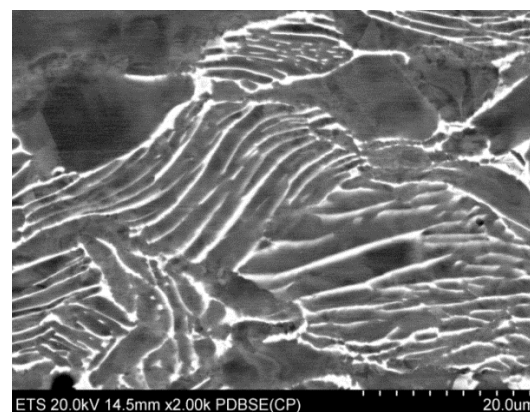


Fig. 9. TA6V trempé- β soumis à deux passes de side-pressing, $T = 800\text{ °C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$.

Fig. 9. β -quenched Ti-6Al-4V alloy after two passes of side-pressing, $T = 800\text{ °C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$.

4.2 Compression triaxiale du Zircaloy-4

Elle a été réalisée sur la machine SCHENCK™ décrite plus haut, mais avec des éprouvettes parallélépipédiques. Le matériau présentait une microstructure initiale lamellaire. La largeur moyenne des lattes était de l'ordre de $2\ \mu\text{m}$. L'échantillon a été trempé entre chaque « passe » pour pouvoir observer son évolution. Les observations microstructurales ont été faites systématiquement au centre de l'éprouvette. Trois passes orthogonales de même pas (déformation $\Delta\bar{\epsilon}$ appliquée par la machine), à T et $\dot{\epsilon}$ données, constituent un « cycle ». Une gamme de $\Delta\bar{\epsilon}$, de $\dot{\epsilon}$ et de nombres de cycles a été essayée. Dans le haut domaine α où il n'y a pas

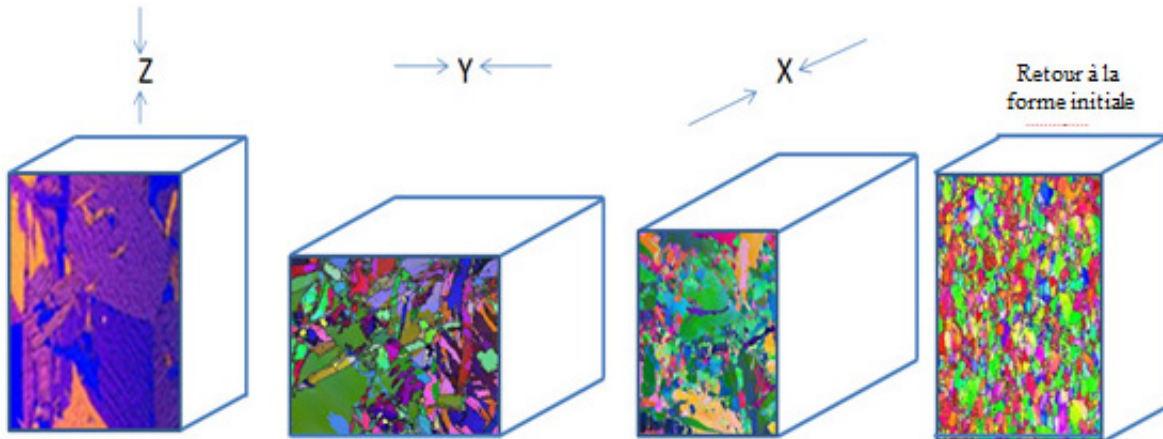


Fig. 10. Globulisation d'une microstructure de Widmanstätten par un cycle de compression triaxiale. Zircaloy-4, $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, $T = 750 \text{ }^\circ\text{C}$.

Fig. 10. Globulization of a Widmanstätten microstructure in one cycle of triaxial compression. Zircaloy-4, $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, $T = 750 \text{ }^\circ\text{C}$.

d'écroutissage, $\Delta\bar{\varepsilon}$ n'est pas un paramètre décisif. C'est surtout la déformation cumulée $\bar{\varepsilon} = \sum \Delta\bar{\varepsilon}$ qui importe. Aussi de nombreux essais ont été conduits avec $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$. La simulation par éléments finis effectuée dans [24] attribue un comportement visco-plastique au matériau et montre que le pas de déformation $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$ imposé à l'éprouvette correspond à une déformation de 0,77 en son centre. Cette valeur a été obtenue avec $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ mais elle varie peu avec $\dot{\varepsilon}$. Les températures testées ont été 550 °C (mais le matériau s'y déforme mal), 650 °C et 750 °C. Au-dessus de 810 °C, la phase β réapparaîtrait. Les côtés des échantillons sont dans les rapports $1 : 1/\sqrt{\exp(\Delta\bar{\varepsilon})} : 1/\exp(\Delta\bar{\varepsilon})$. Après trois passes, ils retrouvent théoriquement leur forme : voir la Figure 10. En fait, les faces non comprimées se bombent de quelques dixièmes de mm mais il est facile de les rectifier [24].

Après la trempe β , le Zircaloy-4 est macroscopiquement quasi isotrope. Une première passe relève les pôles $\langle 00.1 \rangle$ des mailles cristallines dans le sens de l'effort de compression (Z sur Fig. 10). La compression selon Y étale les pôles dans le plan YZ ; la troisième passe les relève selon X, effaçant pratiquement l'effet de la texturation. La multiplication des passes ne fait pas apparaître de texture plus marquée.

La première passe est plus dure que les passes suivantes du cycle. Au bout de deux cycles, la contrainte tend vers une valeur de saturation. Sous l'effet de la compression, les lamelles ondulent. Les paquets de lattes parallèles d'une même colonie peuvent prendre des formes contournées. Vu que leur épaisseur initiale est assez faible, il est difficile de suivre leur segmentation. Celle-ci se repère principalement en observant les précipités intermétalliques en microscopie optique mais ces derniers perdent leur alignement après quelques pas de déformation. C'est surtout la microscopie électronique à balayage et la cartographie EBSD qui renseignent sur l'évolution microstructurale. De nombreux grains beaucoup plus petits que 2 μm sont observés, à côté d'autres

nettement plus gros. D'où une microstructure bimodale. En suivant la Figure 10, l'effet du forgeage croisé sur la taille des grains peut se résumer ainsi :

- la première passe laisse entières les colonies mal orientées,
- la seconde ne les élimine pas complètement, mais de nombreux petits grains apparaissent,
- la troisième ne laisse subsister que des grains globalement équiaxes, en deux populations : d'une part les grains de quelques microns, de l'autre ceux dont la taille est de quelques dizaines de micromètres.

Les tailles moyennes de grain données ci-après ont été calculées sans tenir compte de la première population, qui fausserait la statistique, et arrondies pour ne pas donner l'illusion de la précision. À $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$, une taille moyenne de 20 μm a été obtenue après un cycle à 750 °C ; la moyenne tombe à 10 μm après deux cycles à 650 °C. Il n'est pas observé de gros grains, restes de colonies qui auraient échappé à l'effet de la contrainte.

La vitesse de déformation a une influence décisive sur l'affinement de la microstructure. À 750 °C, la taille de grain moyenne n'est plus que de 10 μm au bout d'un cycle si $\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$. Beaucoup de grains sans désorientation cristalline détectable et de forme arrondie apparaissent à l'examen au microscopie électronique. C'est la signature d'une importante recrystallisation. Cette sensibilité à la vitesse de déformation a été observée dans bien d'autres alliages. Elle est liée à un changement de mode de recrystallisation dynamique qui, de continue aux basses vitesses, devient discontinue au-delà d'un seuil. Pour le Zircaloy-4, celui-ci se situe environ à $\dot{\varepsilon} = 2 \text{ s}^{-1}$.

L'expérimentation en laboratoire a mis en évidence l'intérêt des recuits qui ferment les cristallites, mais aussi le risque de croissance des grains. Multiplier le nombre des cycles est pernicieux avec l'appareillage utilisé ci-dessus. En effet, chacun d'entre eux comporte trois séquences de réchauffage. Pour $T = 750 \text{ }^\circ\text{C}$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, la taille moyenne augmente dès le second cycle.

5 Conclusion et perspectives

- (i) Les travaux récents du L. G. F. sur la transformation des structures lamellaires sous l'effet de la compression à chaud ont été présentés :
- en dépit des différences morphologiques, le parallélisme entre le TA6V et le Zircaloy-4 est remarquable. Dans les deux cas, le glissement interlamellaire procure au matériau une forte ductilité et l'adoucit en cours de déformation,
 - en l'absence de recuit, la compression uniaxiale ne fragmente pas toutes les lamelles en éléments plus petits, même si elle est poursuivie jusqu'à $\bar{\varepsilon} = 3$,
 - des grains bien plus petits que l'épaisseur des lamelles apparaissent au cours de la déformation. Ils sont dus à la recristallisation dynamique dont le caractère fortement continu a été mis en évidence dans le Zircaloy-4 lorsque $\dot{\varepsilon} \leq 2 \text{ s}^{-1}$.
- (ii) Parmi les champs d'investigation ouverts par ces travaux, il faut noter :
- l'étude systématique des recuits qui peuvent être associés à toutes ces compressions,
 - la modélisation micromécanique du plissement des lamelles. Une tentative faite au L.G.F. utilise des plaques parallèles de comportement plastique glissant ou non entre elles dans des conditions aux limites qui rappellent le flambage. Même avec cette description simplifiée, les obstacles à vaincre sont nombreux [24],
 - l'étude, parallèle à celle menée sur le Zircaloy-4, de l'effet de la compression multiaxiale sur les alliages de titane.
- (iii) Il convient pour finir d'évoquer l'industrialisation éventuelle du procédé. Forger selon trois axes demande des lopins guère plus hauts que larges, donc une découpe des billettes à un stade précoce de la gamme de fabrication. Le refroidissement des pièces de grande dimension, le frottement sur les outils, les ségrégations sont autant de phénomènes absents ou contrôlés en laboratoire [17] mais dont dépend le succès d'une opération en usine. Leur étude méritera sans doute encore bien des développements.

Références

- [1] M.J. Donachie, Titanium – a technical guide, 2nd edition, Materials Park, OH, ASM International, 2000, p. 33
- [2] I.J. Polmear, Light alloys – metallurgy of light metals, 3rd edition, Edward Arnold, Londres et New York, p. 279, 1995
- [3] P. Barberis, F. Montheillet, C. Chauvy, Variant selection in Zr alloys. How many variants generated from one beta grain? In *Texture and Anisotropy of Polycrystals II – Proceedings of the International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals (ITAP 2)*, edited by C. Esling, M. Humbert, R.A. Schwatzer, F. Wagner, Trans. Tech. Publications **105** (2005) 133-138
- [4] A.R. Massih, T. Andersson, P. Witt, M. Dahlbäck, M. Limback, *J. Nucl. Mater.* **322** (2003) 138-151
- [5] R. Castro, L. Seraphin, *Mém. Sci. Rev. Métal.* **63**, 12 (1966) 1025-1058
- [6] C.H. Park, Y.G. Ko, J.W. Park, C.S. Lee, *Mater. Sci. Eng. A* **496** (2008) 150-158
- [7] S.L. Semiatin, V. Seetharaman, I. Weiss, *Mater. Sci. Eng. A* **263** (1999) 257-271
- [8] I. Weiss, G.E. Welsch, F.H. Froes, D. Eylon, Mechanisms of Microstructure Refinement in Ti-6Al-4V alloy, Proceedings of the 5th International Conference on Titanium, Munich, septembre 1984, G. Lütjering, U. Zwicker and W. Bunk (eds.), DGM, 1985, pp. 1503-1510
- [9] S. Mironov, M. Murzinova, S. Zherebtsov, G.A. Salishchev, S.L. Semiatin, *Acta Mater.* **57** (2009) 2470-2481
- [10] T. R. Bieler, S.L. Semiatin, *Int. J. Plast.* **18** (2002) 1165-1189
- [11] J.Y. Kim, K.T. Park, I.O. Shim, S.H. Hong, *Mater. Trans.* **49** (2008) 215-223
- [12] T. Seshacharyulu, S.C. Medeiros, W.G. Frazier, Y.V.R.K. Prasad, *Mater. Sci. Eng. A* **325** (2002) 112-125
- [13] R.E. Logé, J.W. Signorelli, Y.B. Chastel, M.Y. Perrin, R.A. Lebensohn, Hot extrusion of Zircaloy-4 tubes : induced crystallographic textures and influence of the initial microstructure, Mathematical modelling in Metal processing and Manufacturing-COM, 2000
- [14] A. Akhtar, *Acta Metal.* **21** (1973) 1611-1617
- [15] J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison, A. Barbu, G. Jazkierowicz, *J. Mater. Sci.* **32** (1985) 80-87
- [16] H. Ramberg, *Tectonophysics* **1** (1964) 307-341
- [17] F. Montheillet, Ch. Desrayaud, Essais rhéologiques à chaud, Techniques de l'Ingénieur, M 3 009
- [18] B. Avitzur, Metal Forming: Processes and Analyzing, McGraw-Hill Book Company, New York, 1968, pp. 77-81
- [19] B. Dumanowski, Simulation de traitements thermomécaniques de l'alliage de titane Ti-6%Al-4%V dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$, Thèse, École des Mines de Saint-Étienne, 1997
- [20] C. Chauvy, Traitements thermomécaniques dans le haut domaine α du Zircaloy-4 trempé- β , Thèse, École des Mines de Saint-Étienne, 2004
- [21] N. Vanderesse, Morphologie et déformation à chaud de microstructures lamellaires dans les alliages de zirconium et de titane, Thèse, École des Mines de Saint-Étienne, 2008
- [22] H. Paul, Heterogeneities of plastic deformation in lamellar structures of hcp alloys and their influence on deformation and recrystallization processes. Rapport technique, Ecole des Mines de Saint-Étienne, Institute of Metallurgy and Materials Science, Polish Academy of Sciences, Cracovie, Pologne, 2006
- [23] N. Vanderesse, E. Maire, M. Darrieulat, F. Montheillet, M. Moreaud, D. Jeulin, *Scripta Mater.* **58** (2008) 512-515
- [24] Y. Ben Ammar, Traitements thermomécaniques des colonies de lamelles parallèles du Zircaloy-4 trempé- β , Thèse, École des Mines de Saint-Étienne, 2012