THÈSE

Pour l'obtention du grade de

Docteur de l'ENSMA

Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique

(Diplôme national – arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale : Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique (SI-MMEA)

Secteur de Recherche : Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Timothée DUVAL

Analyse multi-échelles des relations microstructure / propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane β-métastable.

Directeur de thèse : **P. VILLECHAISE**

Soutenue le 10 décembre 2013

JURY

F. Pettinari-Sturmel	Professeur CEMES CNRS Université de Toulouse	Rapporteur
T. Gloriant	Professeur INSA Rennes	Rapporteur
E. Aeby-Gautier	Directrice de Recherche CNRS IJL Nançy	Présidente
N. Bozzolo	Chargée de Recherche CEMEF Sophia Antipolis	Examinatrice
S. Andrieu	Ingénieur Matériaux MBD Safran Bidos	Examinatrice
J. Mendez	Directeur de Recherche CNRS Pprime Poitiers	Examinateur
P. Villechaise	Directeur de Recherche CNRS Pprime Poitiers	Directeur de thèse

Remerciements

Je tiens à profiter de cette page pour remercier chaleureusement les personnes qui m'ont aidé durant ces années que ce soit sur des points techniques ou lors de simples discussions.

Mes remerciements vont en premier lieu aux membres du jury et plus particulièrement à Florence Pettinari-Sturmel et Thierry Gloriant qui m'ont fait l'honneur d'être les rapporteurs de mon manuscrit. J'espère l'avoir assez soigné pour ne pas rendre cette lourde tâche trop rebutante. Je remercie également tout particulièrement Elisabeth Aeby-Gautier de sa participation et d'avoir accepté d'assumer la charge de présidente de ce jury. Enfin, je tiens à remercier Nathalie Bozzolo et José Mendez d'avoir également participé à ce jury et pour avoir placé ce travail sous d'autres perspectives.

Ce travail est le fruit d'une collaboration avec l'entreprise Messier-Bugatti-Dowty au travers une convention CIFRE. Je tiens à remercier chaleureusement Sandra Andrieu qui en plus de m'avoir encadré lors de cette thèse, m'a fait l'amitié de participer à ce jury.

En plus de ce cadre industriel, ces travaux se sont également déroulés en association avec d'autres partenaires dans le cadre du projet PROMITI soutenu par la FNRAE. Dans ce groupe, je tiens à remercier tout particulièrement les autres doctorants : Nicolas Escalé, Guillaume Martin et Amico Setefratti pour leur bonne humeur et leur sérieux rendant cette collaboration très agréable. Je tiens à remercier l'ensemble des participants académiques : Elisabeth Aeby-Gautier, Benoit Appolaire, Moukhrane Dehmas, Benoit Denand et Julien Da Costa de l'IJL ; Georges Cailletaud et Loic Nazé de Mines ParisTech ; et Florence Pettinari-Sturmel, Joël Douin et Armand Coujou du CEMES pour leur aide et tous les moments de partage qui ont été importants pour moi. Mes remerciements vont aussi aux membres de Promiti issus du monde industriel : Sandra Andrieu, Jean-Michel De Monicault, Gilbert Leconte, Nadine Spath du groupe Safran (Messier Bugatti Dowty et Snecma) ; Christophe Daffos et Hubert Shaff d'Aubert & Duval et Jérome Delfosse et Gaël Khelifati d'EADS / Airbus. Travailler à vos cotés m'a permis d'entrevoir la réalité du monde industriel et d'enrichir mes connaissances.

Dans le cadre du travail au sein du Département de Physique et Mécanique des Matériaux de l'Institut Pprime, j'ai eu le plaisir d'évoluer au contact de personnes que je souhaite également remercier chaleureusement.

Mes premières pensées vont à Patrick Villechaise qui a dirigé mes travaux et m'a transmis énormément de connaissances, de compétences tout en restant toujours accessible et disponible ainsi que de son soutien important. Ton amitié et les moments de partage resteront toujours précieux pour moi.

.

Je tiens également à remercier l'ensemble des personnes avec lesquelles j'ai partagé ces moments que ce soit sur le terrain ou autour d'un café : Jonathan, Florence, Guillaume, David, Anne-Laure, Mickaël, Florent, Damien, Médéric, Gilbert, Francine, Jacques, Laurent, Jean Louis.

Des remerciements tout aussi chaleureux vont à Eliane Bonneau et Brigitte Vigner du secrétariat qui m'ont également aidé durant ces années et tout particulièrement dans la réalisation de ce manuscrit.

Enfin, ces années n'auraient pas été si plaisantes sans l'ensemble des autres doctorants que j'ai pu croisés et qui animent véritablement la vie du laboratoire. Je repense avec plaisir à chaque moment de répit partagé et plus particulièrement à Thomas G. qui a eu la dure mission de s'asseoir chaque jour en face de moi, Benoit, José, Immanuel, Mattheo et Juan Pedro du bureau mais également Laurent, Sébastien, Thomas B., Julien B., Julien G., Luc, Thung, Camille, Thibault, Aline, Fanny, Aurélien, Marion, Matthieu ainsi que tous les autres.

Enfin, je tiens à remercier ma famille et mes proches pour leur soutien et plus particulièrement Johana.

« Ah ça y'est, j'viens de comprendre à quoi ça sert la canne. En fait ça sert à rien… Du coup ça nous renvoie à notre propre utilité : l'Homme face à l'Absurde ! »

Perceval (Franck Pitiot), Kaamelott

Table des matières

Introduction générale 11

Chapitre 1 : Analyse bibliographique 16

1. Introduction 16
2. Alliages de titane et applications aéronautiques. 16
3. Métallurgie des alliages de titane 20
   a. Le système Ti-Al 21
   b. Les éléments d'alliage 22
   c. Influence des traitements thermomécaniques sur les microstructures métallurgiques . 23
4. Microstructures, propriétés mécaniques et performances en fatigue des alliages de titane β-métastable 29
   a. Propriétés mécaniques et influence de la microstructure. 29
   b. Comportement en fatigue et influence de la microstructure 34
5. Mécanismes de déformation plastique dans les alliages de titane β-métastable 37
   a. Phase α et β : aspects cristallographiques 38
   b. Déformation élastique dans les alliages de titane. 39
   c. Mécanismes de déformation plastique et premiers stades d'endommagement dans les alliages de titane. 41
   d. Influence des microstructures et de la cristallographie sur les mécanismes élémentaires de déformation. 46
   e. Amorçage de fissures et premiers stades de propagation. 52
6. Hétérogénéités microstructurales et cristallographiques dans les alliages de titane. 55
7. Synthèse 59

Chapitre 2 : Les matériaux 63

1. Introduction 63
2. Le Ti-5553 (Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr) 64
   a. Ti-5553 forgé 65
   b. Ti-5553 billette 75
3. Ti-17 billette 76
4. Ti-10-2-3 forgé 79
5. Microstructures modèles 80
6. Synthèse 81

Chapitre 3 : Influence des microstructures métallurgiques sur le comportement mécanique sous chargement monotone et cyclique dans les alliages de titane β-métastable. 85

1. Introduction 85

2. Méthodologie expérimentale 86

a. Essais de traction unixiale 86

b. Essais de fatigue 87

c. Essais de propagation de fissure 87

3. Relations microstructures / propriétés mécaniques sous sollicitation monotone uniaxiale 88

a. Comportement mécanique des alliages étudiés (structures « industrielles ») sous sollicitation monotone 88

b. Influence des microstructures sur les propriétés mécaniques 91

4. Relations microstructures / propriétés mécaniques sous sollicitations cycliques. 95

a. Comportement mécanique des alliages étudiés sous sollicitations cycliques. 95

b. Comparaisons des états industriels Ti-5553, Ti-17 et Ti-10-2-3 97

c. Influence des microstructures sur les performances en fatigue. 101

5. Résistance à la propagation de fissures des alliages étudiés. 105

6. Synthèse de l'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques macroscopiques dans les alliages de titane β-métastable. 107

Chapitre 4 : Influence des microstructures sur les mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable. 110

1. Introduction 110

2. Moyens techniques et approches expérimentales dédiés à l'analyse des mécanismes de déformation. 111

3. Essais de traction interrompus à différents stades de déformation. 111

a. Essais de traction in situ dans le MEB. 113

b. Essais de fatigue interrompus. 114

4. Identification des mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable. 115

a. Essais de déformation ex situ : calibration et courbes étalon. 115

b. Essais de déformation ex situ : Identification des mécanismes de déformation à l'échelle des grains β 117

c. Essais de déformation ex situ : étude des mécanismes de déformation à l'échelle des nodules α. 120

d. Essais de déformation ex situ : réalisation d'états déformés et transmission des échantillons au CEMES pour observations MET. 126

e. Synthèse des processus de déformation plastique 128

5. Etude des premiers stades de déformation à l'échelle des nodules α : réalisation d'essais de traction in situ dans une enceinte MEB. 128

6. Analyses cristallographiques des bandes de glissement et analyses statistiques des données. 140

a. Méthode d'identification des processus de déformation activés dans les alliages de titane β-métastable. 140

b. Nature et distribution des systèmes de glissements activés. 145

c. Activation des mécanismes de déformation et influence du voisinage des nodules. .. 153

7. Synthèse des essais de traction ex situ et in situ sous MEB et de l'analyse cristallographique. 155

8. Mécanismes de déformation et d'endommagement sous sollicitations cycliques des alliages de titane β-métastable. 157

Chapitre 5 : Influence de la phase β sur les mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable. 165

1. Introduction. 165

2. Analyse théorique de l'influence de la phase β. 165

a. Anisotropie de la phase β et influence sur les hétérogénéités de déformation. 165

b. Orientation de la phase β et des variants α : influence sur les mécanismes de déformation. 170

c. Orientation de la phase β et des variants α : influence sur les mécanismes d'endommagement. 180

3. Essais de traction avec suivi de déformation à l'échelle des ex-grains β. 187

a. Démarche expérimentale 187

b. Résultats des essais de traction sur Ti-5553 et Ti-17 190

4. Synthèse 197

Discussion / Synthèse 201

Conclusion 217

Annexes 221

1. Présentation des moyens expérimentaux spécifiques à l'étude 221

a. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) 221
b. La technique EBSD..... 223
c. Microscopie optique interférométrique..... 225
2. Figure de pôles inverse et résultats de l'analyse théorique de l'anisotropie de la phase β. 226
a. Principe de construction d'une figure de pôles 226
b. Ensemble des figures de pôles inverses (IPF) sur l'anisotropie de la phase β (en complément du chapitre 5)..... 227
c. Figures de pôles des domaines de Schmid de la phase α projetés dans le domaine β.236

Références 257

Introduction générale

Introduction générale

Le titane, dixième constituant massique de notre terre, est aujourd'hui un élément incontournable dans la fabrication de produits de plus ou moins grande consommation : des rasoirs à lames revêtues de titane qui promettent aux utilisateurs un rasage plus confortable et une durée de vie accrue des lames, aux produits d'horlogerie de grandes marques utilisant cette matière pour une fabrication luxueuse, en passant par les applications dans le domaine des prothèses biomédicales. Le titane et ses alliages sont surtout largement utilisés pour la fabrication de composants de structure dans les applications maritimes, aéronautiques et aérospatiales qu'elles soient civiles ou militaires.

En effet, malgré leur coût élevé, conséquence d'un processus d'élaboration très contraignant pour transformer le minerai en éponge puis en produits semi-finis, les alliages de titane offrent de multiples possibilités pour des applications technologiques nécessitant d'allier légèreté et performances mécaniques. On les retrouve notamment dans la conception de certains composants aéronautiques, dans les moteurs, mais aussi dans les structures comme les mâts réacteur et les trains d'atterrissage.

Peu de matériaux métalliques les concurrencent alors. Les alliages à haute résistance comme certains aciers et les superalliages base nickel sont pénalisés par leur masse volumique élevée et les alliages d'aluminium restent limités en termes de résistance mécanique. L'introduction progressive des matériaux composites dans ces différents domaines technologiques tend à bouleverser la situation depuis une vingtaine d'années. Plus légers, plus résistants, souvent moins chers, ces matériaux ont vite intéressé les industriels du monde de l'aéronautique délaissant quelque peu les matériaux métalliques légers à haute résistance et plus particulièrement les alliages de titane. Certains domaines d'application ne leur sont cependant pas accessibles dès lors notamment que le niveau de température s'accroit et/ou que la question de leur recyclabilité se pose. Dans ce contexte général, les études concernant les alliages de titane se sont poursuivies afin de mieux comprendre et maîtriser leur comportement mécanique et leur durabilité tout en cherchant à les optimiser afin de leur ouvrir de nouveaux champs applicatifs. Aujourd'hui la part des alliages de titane dans la construction d'aéronefs et de moteurs ne cesse progressivement d'augmenter [1-4].

Les progrès réalisés au fil des années dans les méthodes d'élaboration et de mise en forme (forgeage et traitements thermiques) ont contribué à optimiser les alliages existants (propriétés mécaniques plus élevées, matériaux plus homogènes sur le plan chimique et microstructural, …) et parfois à diminuer leur coût de production. De nouvelles nuances d'alliages sont apparues qui ont notamment permis des usages dans les domaines de plus hautes températures.

Depuis quelques années on assiste également à la conception de nouveau alliages dits « β-métastable » par incorporation d'éléments β-stabilisant ainsi qu'à un regain d'intérêt de nuances de ce type plus anciennes ou d'évolution de ces nuances qui n'avaient pas été suffisamment optimisées dans le passé pour être exploitées. Ces alliages « β-métastable » ont la particularité de conserver à température ambiante une plus grande fraction de phase β (de 15 à 40%) que les alliages plus classiques et bien connus comme le Ti-6Al-4V (de 1 à 8%).

Or, comme pour tous les autres types d'alliages, les propriétés mécaniques (sollicitations monotones ou cycliques) sont extrêmement dépendantes de la microstructure métallurgique. Il est important de comprendre les relations entre les procédés de fabrication et les microstructures, puis entre ces microstructures et les propriétés mécaniques d'usage. Le niveau élevé des propriétés mécaniques atteint par les alliages dits β-métastable invite à s'intéresser de près au rôle de la phase β pour en comprendre et maîtriser les effets. Ce point constitue l'objet principal de ce travail de thèse.

L'étude présentée dans ce manuscrit s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherches plus vaste visant à explorer les liens entre les traitements thermiques, les microstructures spécifiques de ces alliages β-métastable et leurs propriétés mécaniques. Des industriels du monde de l'aéronautique (Airbus, EADS, Messier Bugatti Dowty et Snecma) ainsi qu'un élaborateur forgeron (Aubert & Duval) se sont associés à quatre laboratoires de recherche publique (le CEMES à Toulouse, l'Institut Jean Lamour à Nancy, l'institut P' à Poitiers et le Centre des Matériaux - Mines ParisTech) pour mettre en place un programme baptisé « PROMITI » soutenu par la Fondation Nationale de Recherche pour l'Aéronautique et l'Espace (FNRAE). PROMITI pour « analyse multi échelles des PROpriétés mécaniques en relation avec les MIcrostructures des alliages de TItane β-métastable », s'est articulé autour de quatre thèses de doctorat, chacune ayant une mission spécifique en rapport avec les domaines de compétences des équipes et laboratoires de recherche impliqués.

S'il est difficile de définir strictement les contours de chacune de ces études, les thèmes principaux qui s'en dégagent sont les suivant :

- L'effet des traitements thermiques sur les microstructures a été étudié à l'institut Jean Lamour dans le cadre du travail de thèse d'Amico Settefrati.

- L'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques et les mécanismes d'endommagement a été étudiée à l'échelle macroscopique et microscopique à l'institut P' (travaux présentés dans ce manuscrit) et à une échelle encore inférieure au CEMES dans le cadre du travail de thèse de Nicolas Escalé.

- Enfin, une approche de modélisation et de simulation numérique a été développée au Centre des Matériaux Mines ParisTech dans le cadre du travail de thèse de Guillaume Martin.

Ces études se sont développées en parallèle et les échanges fructueux, d'idées et de données, les ont rendues très complémentaires.

Ce manuscrit sera donc dédié aux travaux essentiellement expérimentaux qui ont eu pour objectif l'étude de l'influence de la microstructure des alliages de titane β-métastable sur les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation. Deux situations différentes seront abordées : le cas de sollicitations monotones en traction simple et celui de sollicitations cycliques (fatigue).

Nous présenterons dans le **chapitre 1** le contexte général ainsi que l'état de l'art sur ce sujet au début du projet. Suivront les connaissances nécessaires au lecteur dans le développement des notions introduites dans les chapitres suivants.

Une présentation des matériaux dans leur état de réception, fournis dans le cadre du projet par les acteurs industriels est faite dans le **chapitre 2**. Elle permettra d'établir les différents éléments caractéristiques de ces microstructures qui pourront avoir une influence dans la suite de l'étude.

Le **chapitre 3** présentera la méthodologie employée pour mener une analyse de l'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques à partir d'essais mécaniques (traction, fatigue et fissuration). Des états métallurgiques tels que ceux exploités industriellement aujourd'hui mais aussi d'autres plus « académiques » spécifiquement conçus pour ce travail seront considérés.

Afin de mieux comprendre les résultats établis dans le chapitre 3, le **chapitre 4** sera dédié à l'étude des mécanismes de déformation aux différentes échelles, dans le cadre de la traction et de la fatigue. Des essais mécaniques spécifiques, en particulier de type traction *in-situ* dans une enceinte MEB, permettront d'analyser plus finement ces mécanismes. En confrontant ces données à des résultats d'analyses cristallographiques (EBSD). On évaluera l'influence de la cristallographie des précipités α à différentes échelles sur les configurations favorisant la déformation plastique.

Le **chapitre 5** permettra de prendre du recul sur les différents résultats établis dans les chapitres précédents et d'évaluer l'influence de la phase β sur les propriétés mécaniques et le comportement en déformation des alliages de titane β-métastable. Une analyse théorique du rôle de cette phase sera proposée ainsi que des essais spécifiques.

Enfin, une discussion proposera de mettre en perspective les différents éléments d'influence soulignés au cours de ce manuscrit, tout en ouvrant le sujet sur des considérations industrielles et à des échelles non traités au cours de ce projet (échelle des pièces industrielles).

Chapitre 1
Analyse bibliographique

Chapitre 1 : Analyse bibliographique

1. Introduction

Ce chapitre décrit le contexte industriel et scientifique dans lequel s'inscrit cette thèse. Il aborde l'utilisation des alliages de titane dans le monde aéronautique. Il se focalise ensuite sur la récente introduction ou plutôt le regain d'intérêt pour les alliages de titane β-métastable vers la fin du siècle dernier. Nous verrons ainsi d'où proviennent ces nuances particulières et quels usages en sont faits.

La question centrale de ce travail concernant l'influence des microstructures métallurgiques sur les propriétés mécaniques, nous étudierons tout d'abord comment ces microstructures peuvent être générées. Pour cela, nous détaillerons quelques aspects relatifs à la chimie des alliages. Tout d'abord le système Ti-Al sera présenté de façon générale, suivi du rôle des éléments d'addition qui ont permis d'aboutir à la création de la classe des alliages β. Nous nous concentrerons ensuite sur les processus de création des microstructures à l'échelle des grains, nodules, lamelles en fonction des traitements thermomécaniques couramment appliqués.

Puis seront abordées les améliorations apportées par ces nouveaux alliages β en terme de propriétés mécaniques d'usage par rapport aux alliages de titane utilisés traditionnellement dans le monde aéronautique comme le Ti-6Al-4V (ou TA6V) mais également aux premiers alliages β comme le VT-22. Ces différents éléments permettront d'établir un premier bilan de l'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques à partir des études issues de la bibliographie. À noter que la littérature scientifique et technique portant sur ces alliages β est relativement restreinte comparée à celle très large et complète disponible pour les alliages α et quasi-α.

Ensuite, nous rappellerons quelques éléments nécessaires à la compréhension des processus de plasticité qui se développent au sein des matériaux métalliques et détaillerons les rôles respectifs de la microstructure morphologique et de la structure cristalline locale.

Pour conclure cette analyse et dans l'esprit « multi échelles » des travaux explicités dans la suite de ce manuscrit, nous aborderons les facteurs pouvant générer des hétérogénéités de comportement mécanique au sein des alliages de titane. Ces hétérogénéités, jouant souvent un rôle décisif dans le comportement et la résistance des matériaux, pourraient être à terme au cœur de futurs axes de recherche pour l'optimisation des alliages.

2. Alliages de titane et applications aéronautiques.

Le titane et ses alliages sont depuis longtemps des candidats de choix pour les applications aéronautiques. En effet, alliant des propriétés mécaniques élevées à une densité faible et une bonne résistance à la corrosion, leur utilisation dans les structures volantes et les moteurs qui leurs sont associés où la minimisation du poids de chaque composant est une priorité, semble toute naturelle et ceci malgré un coût important d'élaboration et de fabrication. Ce sont d'ailleurs ces applications qui motivent le développement de nouveaux alliages présentant des propriétés spécifiques de résistance mécanique, de ténacité et de tenue en fatigue toujours plus élevées.

La méthode industrielle d'élaboration du titane n'a que peu évolué depuis les années 1930 et l'invention du procédé de Kroll [5] basé sur la décomposition du tétrachlorure de titane gazeux par le magnésium fondu sous atmosphère neutre. Depuis lors c'est principalement l'amélioration des techniques de production, de mise en forme, d'assemblage et d'usinage qui ont permis de proposer des gammes de produits plus performants et abordables.

Le procédé de Kroll permet donc de transformer l'oxyde de titane provenant des mines en un produit semi fini de titane semi poreux que l'on appelle « éponge de Titane ». Cette éponge est mélangée à des copeaux et des éléments d'alliage qui sont compactés sous la forme de « galettes ». L'assemblage de ces dernières en une électrode primaire cylindrique de grandes dimensions permet de procéder à la fusion du matériau et d'obtenir un lingot de titane. Le procédé de fusion le plus couramment utilisé est la fusion sous vide par électrode consommable ou « VAR » (Vacuum Arc Reduction). Cette technique consiste à créer un arc électrique entre l'électrode de titane et un creuset dans le but d'élever la température à la pointe de l'électrode pour transformer le titane solide en titane liquide qui est ensuite collecté dans le creuset. Cette étape permet également d'introduire les éléments d'alliages. Plusieurs étapes de type VAR se succèdent parfois selon notamment le degré de pureté finale du lingot souhaité. La figure 1 schématise les différentes étapes du processus.

Ces lingots sont par la suite transformés en demi produits par forgeage à chaud pour ensuite être vendus sous forme de brames ou billettes. Le produit final sera alors obtenu depuis cet état par de nouvelles étapes de transformation de la matière (forgeage, laminage, extrusion, usinage, …). La figure 2 illustre quelque unes des étapes clef de la production de l'éponge (a) à l'usage dans le cadre de pièces de grandes dimensions au sein de trains d'atterrissage (d).

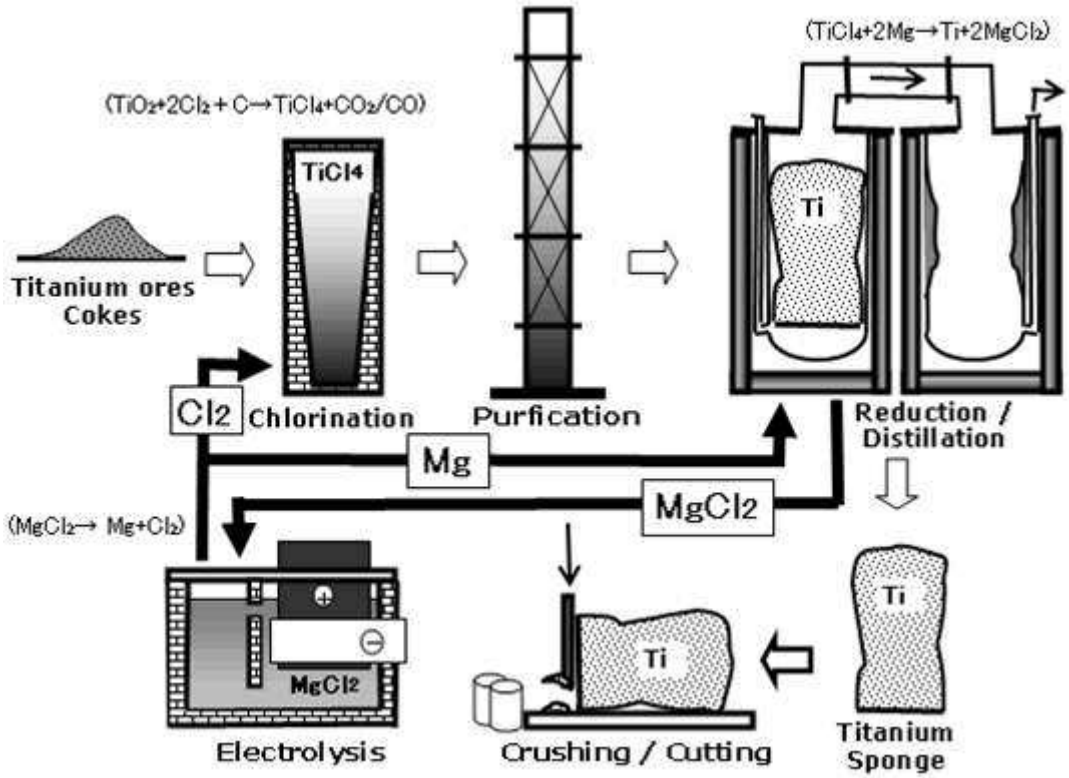


Figure 1 : Processus de fabrication du titane et de ses alliages [6].

a

b

c

d

Figure 2 : Titane : de l'oxyde au produit fini (oxyde de titane(a), cake (b), lingot (c) et train d'atterrissage (d)) [6].

Une façon classique de distinguer les alliages de titane entre eux est de considérer leur microstructure métallurgique. En particulier il s'agit de prendre en compte les parts relatives des deux phases majoritairement présentes que sont : la phase α et la phase β (dont nous détaillerons les spécificités dans le paragraphe 3). De ce point de vue, les différents alliages de titane utilisés notamment dans le monde aéronautique sont répartis schématiquement en trois classes :

- Les alliages α ou quasi-α contenant peu d'éléments d'addition ou seulement des éléments alphagènes : Leur microstructure est composée, à la température ambiante par la seule phase stable du titane dans ces conditions : la phase α. Les principaux alliages vendus dans le monde industriel de cette catégorie sont les alliages « Commercialement Purs » (CP) de différents grades comme le T40.
- Les alliages α/β incorporant plus d'éléments chimiques favorisant le maintien d'une certaine proportion de la phase β à l'ambiante : la microstructure reste cependant composée à l'ambiante majoritairement de phase α, le taux de phase β résiduelle est le plus souvent inférieur à 10%. Le TA6V, l'alliage le plus utilisé à ce jour et le Ti-6242 par exemple appartiennent à cette famille d'alliages.
- Les alliages β-métastable : Ils sont eux aussi composés des phases α et β. Cependant, grâce à l'incorporation d'éléments spécifiques, la fraction de phase β conservée à température ambiante est beaucoup plus importante, jusqu'à 40%. Parmi les nuances les plus connues, on trouve le Ti-5553, le Ti-10-2-3, le Ti-17 et le β-CEZ.

L'utilisation des alliages de titane dans l'aéronautique est très diversifiée : emploi de semi-produits très différents (tôles, billettes, …), pièces aux fonctionnalités diverses (pièces de structure, pièces de moteur, …), une plage de conditions d'utilisation très large (température (de 20°C à environ 500°C), environnement aqueux ou gazeux, sollicitations mécaniques de type fatigue, dwell (fatigue avec temps de maintien), etc …).

Aujourd'hui, l'utilisation de ces alliages dans la fabrication d'avions modernes continue de progresser. Par exemple, bien que l'Airbus A350 soit présenté comme un avion « très composite », il est également l'un des appareils utilisant la plus grande proportion de pièces en titane (14% de son poids). La figure 3 illustre schématiquement les parties d'une structure d'avion qui sont aujourd'hui concernées par l'intégration du titane et de ses alliages. On trouve ainsi ces matériaux dans les protections thermiques, les pièces de structure de la voilure, les rivets, les mâts réacteur, les trains d'atterrissage et dans les applications moteur dont les disques compresseurs basses et hautes pressions ou les aubes. Si la majorité de ces pièces étaient réalisées en TA6V auparavant, de nombreuses nuances plus résistantes mécaniquement ont été introduites à température ambiante comme à plus hautes températures. L'arrivée du Ti-6242 pour les applications « moteur » est un exemple typique. Dans ce

contexte général, certains alliages β-métastable ont pris une place de choix ces dernières années ou sont de plus en plus envisagés. Citons les alliages Ti-5553 et Ti-10-2-3 notamment pour certains composants des trains d'atterrissage ou le Ti-17 pour certains disques de moteurs.

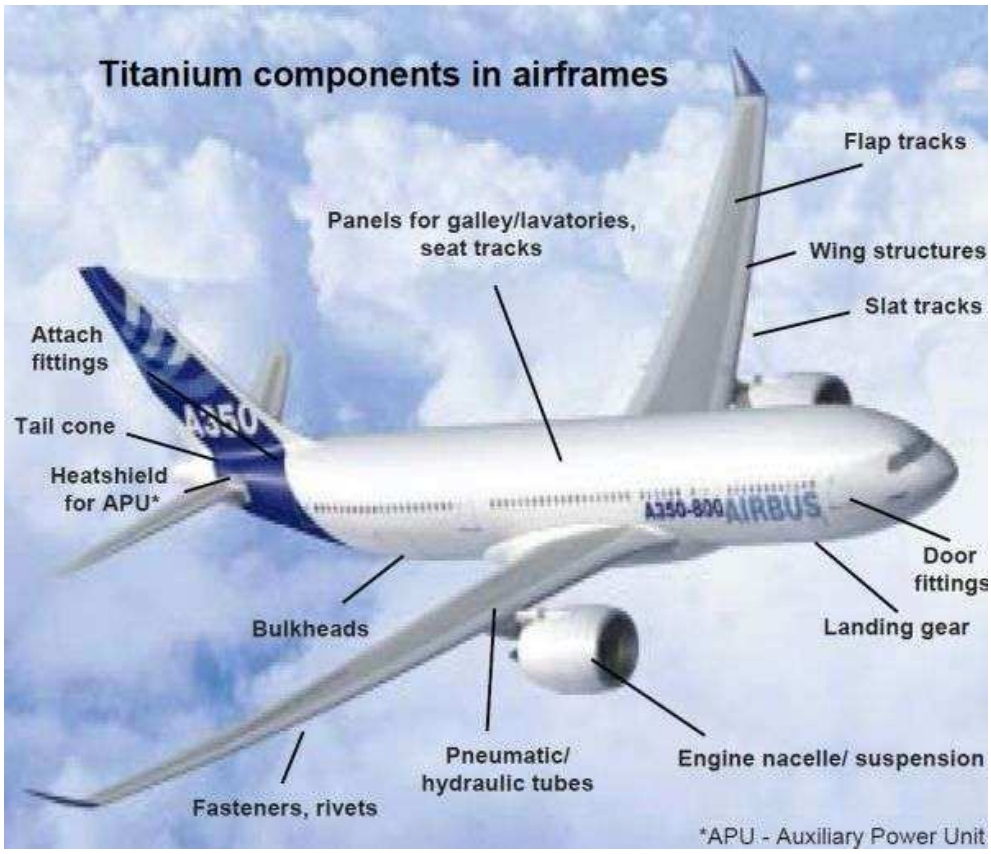


Figure 3 : Composants aéronautiques en alliages de titane [7].

3. Métallurgie des alliages de titane

L'objectif de ce travail étant centré sur les relations propriétés mécaniques / microstructures, il est nécessaire de maîtriser les notions de base relatives à la métallurgie du titane qui permettent de rendre compte notamment du rôle de la chimie de l'alliage et des gammes de traitements thermomécaniques et thermiques qui lui sont appliquées pour obtenir telle ou telle microstructure.

Pour cela, nous commençons par rappeler les grandes lignes relatives au système Ti-Al traditionnel. Puis les processus de germination des phases et de leur croissance sont décrits brièvement en relation avec les traitements thermiques.

a. Le système Ti-Al

Le premier facteur influençant les microstructures qui se développent au sein d'un alliage métallique quel qu'il soit est sa chimie. Pour le cas des alliages de titane, cet aspect est souvent décrit à partir du diagramme binaire titane – aluminium présenté ci-dessous (à l'instar du système fer – carbone pour les aciers).

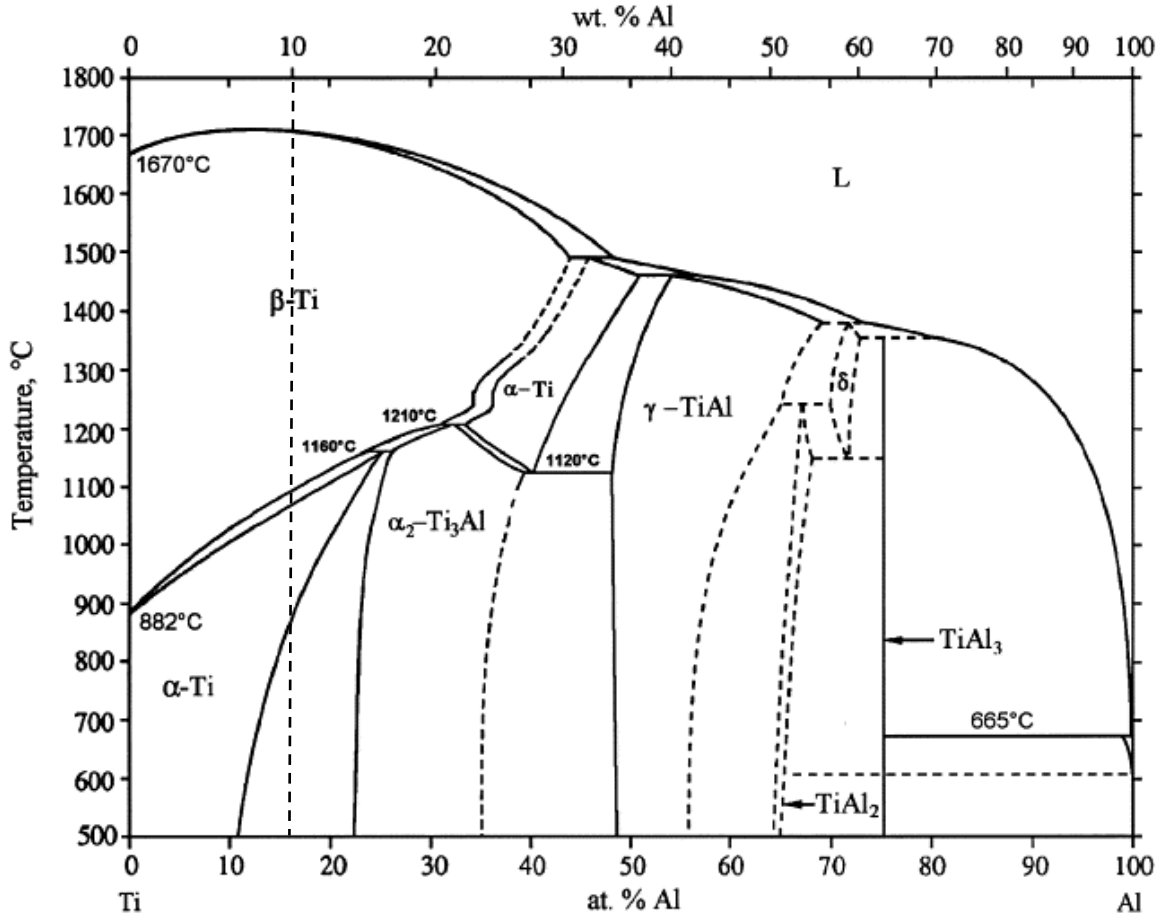


Figure 4 : Le système Ti-Al (composition à 10% en aluminium représentée en pointillés)[8].

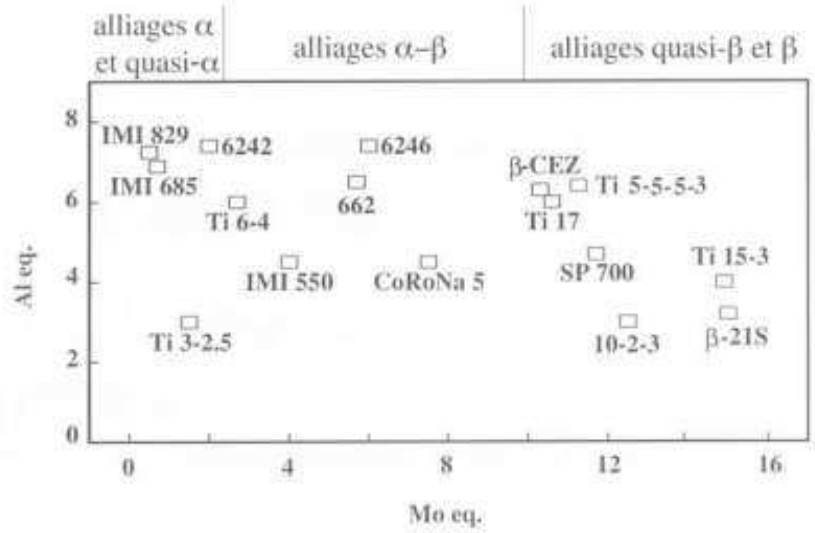
La majorité des alliages de titane utilisés industriellement dans l'aéronautique a une composition en aluminium inférieure à 10% [1-3]. Comme indiqué dans ce diagramme, à l'équilibre thermodynamique, le titane pur est sous la forme d'une phase stable hexagonale pseudo compacte (appelée phase α) de l'ambiante à 882°C (transus-β). Au-delà de cette température il est sous la forme d'une phase cubique centrée (appelée phase β) jusqu'à 1670°C où il se liquéfie. Pour le système Ti-Al, selon la teneur en aluminium et les conditions de refroidissement, la structure retenue à la température ambiante est composée de ces deux phase α et β. Pour certaine teneur en aluminium, la phase orthorhombique appelée α_2 peut être retenue à l'ambiante.

b. Les éléments d'alliage

Les élaborateurs n'utilisent pas exclusivement l'aluminium comme élément d'alliage. En effet, le vanadium (V), le molybdène (Mo), le chrome (Cr), l'étain (Sn) et le Bore (B) sont notamment largement intégrés dans la composition. L'influence de ces espèces chimiques sur la nature des phases développées au sein de l'alliage varie [9-16]. On peut distinguer trois classes d'éléments :

- Les éléments dits « alphagènes » (Al, O, N, C) étendent le domaine de stabilité de la phase α et augmentent la température du transus-β (température de changement de phase entre α et β).
- Les éléments dits « bétagènes » (V, Mo, Nb, Ta, Fe, Mg, Cr et H) favorisent le maintien de la phase β depuis les hautes températures en étendant le domaine de stabilité de la phase β et en diminuant la température de transus-β.
- Les éléments dits « neutres » (B, Zr et Sn) n'ont pas d'effets particuliers sur la thermodynamique de l'alliage. Cependant, ils peuvent avoir une influence forte sur les propriétés mécaniques par la formation de précipités durcissants.

On classe généralement les différents alliages de titane selon leur composition chimique en s'aidant des indicateurs « aluminium équivalent » ($Al_{éq}$) et « molybdène équivalent » ($Mo_{éq}$) définis ci-dessous. La figure 5 présente un certain nombre d'alliages classiques en fonctions de ces indicateurs.



$$Al_{eq.}(\%\ massique) = Al + \frac{Sn}{3} + \frac{Zr}{6} + 10.O_2$$

$$Mo_{eq.}(\%\ massique) = Mo + \frac{V}{1,5} + \frac{Cr}{0,6} + \frac{Fe}{0,35} + \frac{Cu}{1,3} + \frac{Nb}{3,6}$$

Figure 5 : Sélection d'alliages en fonction des valeurs équivalences $Al_{eq.}$ et $Mo_{eq.}$[17].

C’est notamment en modifiant la teneur en certains éléments d’addition que les élaborateurs ont pu concevoir dans les années 1980 les premiers alliages β, quasi-β ou encore appelés β-métastable. Le tableau ci-dessous récapitule les teneurs en éléments β-gènes pour les principaux alliages de cette catégorie.

	Al	Mo	V	Nb	Fe	Si	Sn	Zr	Cr
Ti-5553	5	5	5	0	0,5	0	0	0	3
VT-22	5	5	5	0	1	0	0	0	1
Ti-15-3	3	0	15	0	0	0	3	0	3
β21 S	3	15	0	7	0	0.3	0	0	0
Ti-10-2-3	3	0	10	0	2	0	0	0	0
Ti-17	5	4	0	0	0	0	2	2	4

Tableau 1 : Composition chimique (% massique) des principaux alliages β (élément alphagène : Al ; éléments bétagènes : Mo, V, Nb, Fe, Si, Sn, Zr, Cr)[18].

Au-delà de ces éléments alphagènes et/ou bétagènes, deux autres éléments au moins doivent être considérés : l’oxygène responsable de la formation en surface d’oxydes lors des traitements thermiques à hautes températures et l’hydrogène provoquant en particulier une chute des propriétés mécaniques [19-21].

c. Influence des traitements thermomécaniques sur les microstructures métallurgiques

Le diagramme de phases du système Ti–Al (présenté Figure 4) montre que dans les alliages industriels dont la composition en aluminium ne dépasse pas un dixième de la masse totale les deux phases α et β sont majoritaires dans des proportions qui, à l’ambiante, dépendent en particulier des conditions de refroidissement. Dans certains cas la phase α_2 (Ti_3Al) et/ou la phase ω peuvent également être présentes selon la composition de l’alliage et les chemins de traitement thermique explorés [22-24].

Selon les séquences de traitements thermiques et thermomécaniques, quatre grandes familles de microstructures métallurgiques peuvent être obtenues (illustrées en figure 6):

- Les microstructures « 100% β-métastable » : Elles sont composées à l’ambiante uniquement de la phase β qui a été formée à haute température.
- Les microstructures « lamellaires » ou « Widmanstätten » : Elles sont constituées de phase α présente exclusivement sous la forme de lamelles ou plaquettes au sein de la phase β qui apparaît alors comme une « matrice ».
- Les microstructures « nodulaires » : La phase α sous l’unique forme de nodules dispersés dans une matrice de phase β.
- Les microstructures « bimodales » : Elles regroupent les deux classes précédentes avec la phase α présente sous la forme de lamelles et de nodules.

Bien entendu, les proportions entre phases, les dimensions des grains β ou ex-grains β, la taille, la forme, l'enchevêtrement des lamelles ou encore les proportions entre nodules et lamelles diffèrent selon les conditions de traitements thermomécaniques et thermiques. La température de mise en solution, les vitesses de refroidissement et les conditions de forgeage sont essentielles.

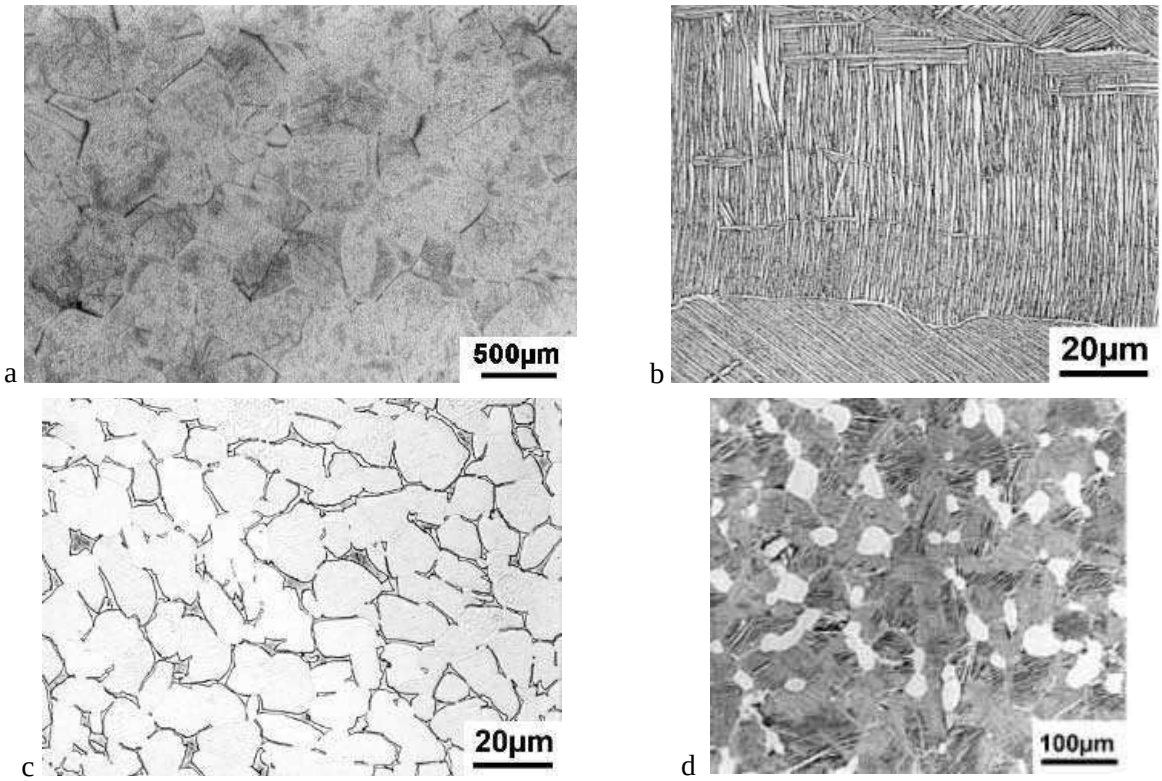


Figure 6 : Microstructures des alliages de titane : microstructure β (a), lamellaire (b), nodulaire (c) et bimodale (d) de l'alliage Ti-6242 [12].

L'exemple présenté ci-dessus (Ti-6242) correspond à un alliage de titane de la famille α+β. Les microstructures rencontrées dans les alliages de β-métastable sont semblables. La principale différence réside dans la plus grande fraction volumique de phase β retenue à la température ambiante grâce à l'ajout d'une grande quantité d'éléments bétagènes. Ainsi, on observe seulement quelques pourcents de phase β (entre les lamelles et nodules) dans les microstructures d'alliages α+β utilisés traditionnellement dans le monde de l'aéronautique comme le TA6V ou le Ti-6242 alors que les alliages β-métastable comme le Ti-5553, le Ti-17 ou encore le Ti-10-2-3 retiennent jusqu'à 40 % de phase β à l'ambiante.

Pour un alliage donné, la formation de ces microstructures plus ou moins complexes est gouvernée par l'application de traitements thermiques ou thermomécaniques spécifiques. Bien que ces aspects ne soient pas au cœur de ce travail, il est nécessaire de comprendre les grandes lignes de la mise en place des transformations de phase lors des différentes étapes de ces traitements [12, 17, 25-35].

Une première phase des traitements thermiques peut consister en une mise en solution dans le domaine β, c'est-à-dire à un maintien à une température supérieure au transus-β qui dépend de l'alliage et de sa chimie. Selon la température et le temps de maintien à ce niveau, la microstructure résultante de toute l'histoire thermomécanique de l'alliage est partiellement ou intégralement effacée. Une microstructure composée uniquement de grains β peut ainsi être obtenue (figure 6.a). Elle sera d'autant plus grossière (taille de grains β plus importante) que le maintien sera long ou effectué à une température plus élevée comme le montre la figure 7 [36] ci-dessous.

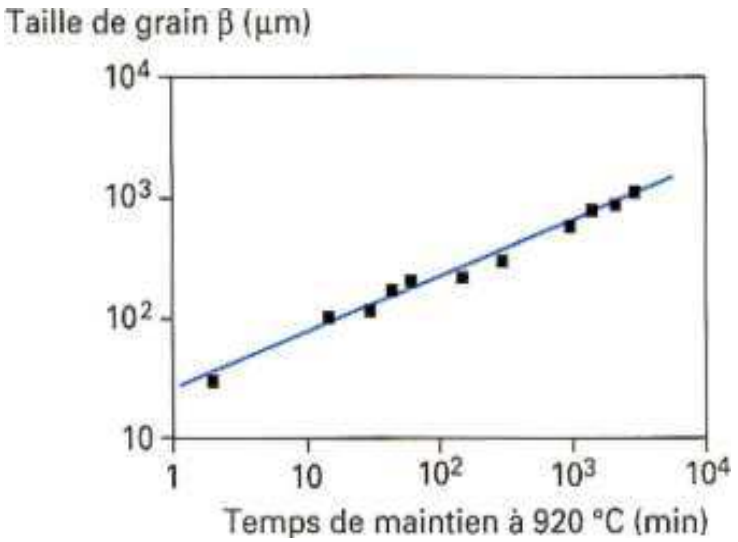


Figure 7 : Croissance des grains β à 920°C dans le β-CEZ (transus-β=890°C) [36].

À partir de cet état établi à haute température, le matériau doit être fatalement refroidi. La sévérité de la trempe (vitesse de refroidissement) aura une influence importante sur la microstructure finale :

- Dans la cadre d'une trempe très rapide (~6000°C/min pour les alliages β étudiés dans la suite du manuscrit), la microstructure β sera conservée dans un état métastable sans qu'aucune précipitation de phase α ne se soit produite.
- Dans le cadre d'une trempe à vitesse intermédiaire (~600°C/min), on observe une précipitation de phase α sous forme lamellaire fine intragranulaire appelée α_{wi}. Plus la vitesse de trempe sera grande, plus les lamelles seront fines (voir figure 8). Cependant, pour ces alliages dits « β-métastable », une grande partie de la phase β est conservée et constitue la matrice de l'ex-grain β.

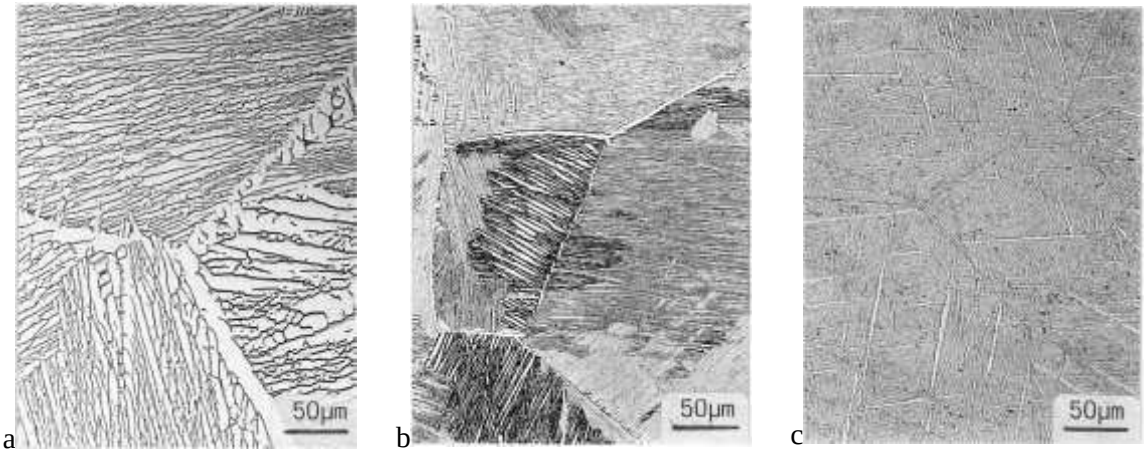


Figure 8 : Microstructures lamellaires du Ti-6-2-4-2 ; influence de la vitesse de refroidissement depuis le domaine β sur la morphologie et la taille des lamelles α :(1°C min-1 (a), 100°C min-1 (b) et 8000°C min-1 (c)) [12].

- Dans le cadre d'une trempe plus lente (~30°C/min), plusieurs phénomènes se mettent en place progressivement :
  La première transformation de phase se produit au niveau des joints des grains β où un liseré de phase α germe et croît de manière plus ou moins continue. Cette phase est communément appelée phase α_{gb}. Sa croissance est rapidement interrompue et son orientation cristalline est constante le long d'un même joint de grains β (minimisation de l'énergie d'interface).

  La deuxième transformation de phase prend place à la fin de la croissance de la phase α_{gb}. On observe alors la germination et la croissance de lamelles depuis l'interface entre la phase α_{gb} et la phase β au sein du grain et vers l'intérieur de celui-ci. Ces lamelles, que l'on nomme α_{wgb}, peuvent être réunies en groupes de même orientation géométrique et cristallographique appelés « colonies ». Ces précipités peuvent croître dans la profondeur du grain et au final correspondre à la seule forme de précipités intragranulaires si les conditions de trempe sont assez lentes. Ces dernières conditionnent également l'épaisseur des lamelles et la taille des colonies et des lamelles.

  La dernière transformation de phase intervient si les conditions de trempe ne permettent pas à l'étape précédente d'atteindre à l'ambiante le taux de phase α à l'équilibre. Une précipitation intragranulaire plus fine encore de lamelles α_{wi} se met alors en place entre les lamelles α_{wgb} au sein des grains.

  Le schéma de la figure 9 ci-dessous reprend les différentes étapes de germination et croissance de la phase α lors d'une trempe lente.

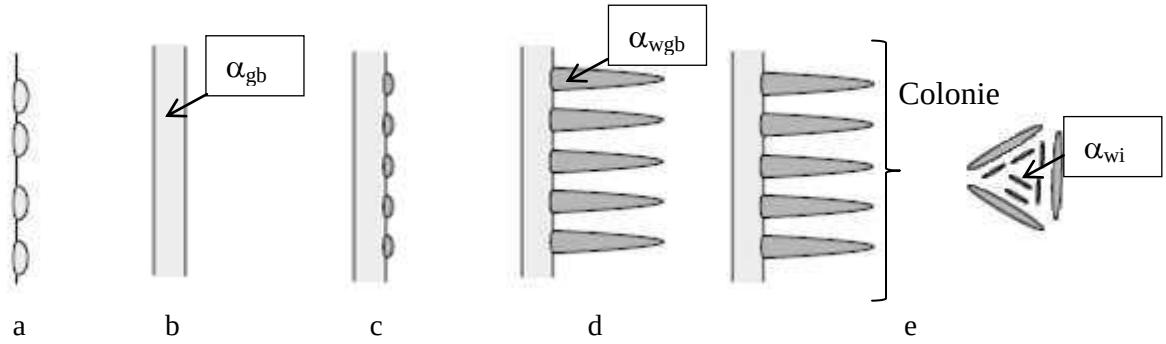


Figure 9 : Schéma de précipitation de la phase α lors d'une trempe lente depuis le domaine β dans les alliages de titane: germination de phase α aux joints de grains (a), croissance d'un liseré de phase αgb le long du joint de grains (b), germination de la phase α_{wgb} à l'interface α_{gb}/β (c), croissance d'une colonie de lamelles α_{wgb} depuis le joint (d) et apparition des lamelles α_{wi} au sein du grain β dans certains cas (e) [26].

Cependant les procédés de mise en forme des pièces industrielles sont généralement complexes et intègrent le plus souvent des cycles de traitements thermomécaniques (forgeage à chaud par exemple). L'introduction d'une sollicitation mécanique à chaud a alors une influence considérable sur les microstructures qui se développent.

Ces étapes de mise en forme conduisent en particulier à l'apparition d'une nouvelle catégorie de précipités sous la forme de nodules de phase α communément appelés αp. Ces précipités de morphologie le plus souvent équiaxe apparaissent généralement à la suite de revenus. Ils sont liés à l'accumulation dans certaines zones de dislocations produites lors des étapes préalables de déformation plastique, ces défauts favorisant une germination préférentielle. Ces nodules se développent au cœur des grains mais également au niveau des joints. Dans certains cas des alignements se forment d'ailleurs au niveau des joints donnant lieu à des configurations de type« colliers de nodules ». La taille de ces précipités α_p dépend du traitement thermomécanique appliqué. Ils mesurent communément entre 5 et 20 μm de diamètre.

La pré-déformation peut également aider à activer des mécanismes de recristallisation lors du chauffage et modifier la microstructure des grains β (germination de petits grains et croissance). Selon le traitement thermomécanique plus ou moins complexe appliqué, des sous-structures de déformation peuvent persister avec notamment la formation de sous-joints de grains de faible désorientation où d'un fin liseré de phase α_{gb}. Des nodules α_p peuvent alors décorer ces sous-joints.

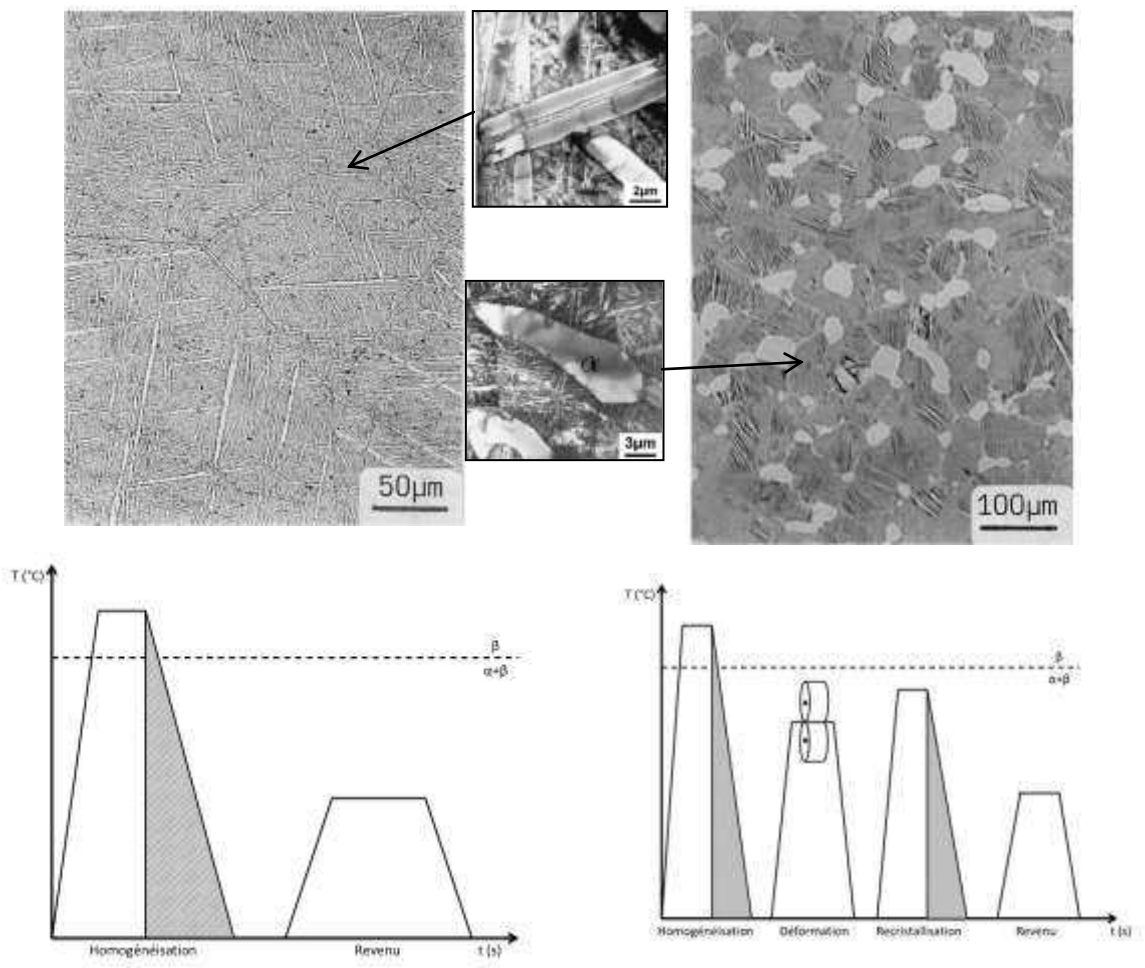


Figure 10 : Représentation schématique du traitement thermomécanique industriel pour l'obtention de microstructures lamellaires ou bimodales dans les alliages de titane [12].

Le traitement thermique de revenu appliqué à la suite de ces opérations thermomécaniques va permettre aux lamelles α_{wi} d'apparaître et de croître en volume entre les nodules, donnant ainsi naissance à une structure bimodale comme illustrée par la figure 6.d. La figure 10 ci-dessous résume les traitements thermiques et thermomécaniques qui favorisent l'obtention de microstructures métallurgiques lamellaires et bimodales.

Les étapes de déformation à chaud peuvent avoir lieu lors de la mise en solution dans le domaine β mais également lors du refroidissement depuis le domaine β vers un maintien dans le domaine α+β proche de la température de transus. Cette opération de déformation « trans-transus » était employée pour l'élaboration d'un des premiers alliages β, le β-CEZ. Aujourd'hui, les industriels préfèrent le plus souvent mettre en place des successions de passes de mise en forme dans les domaines β et α+β.

Le tableau 2 ci-dessous présente les paramètres d'influence des traitements thermomécaniques sur les microstructures. Au travers des microstructures générées, le traitement thermomécanique du matériau a un impact direct sur les propriétés mécaniques d'usage. Ce point fait l'objet du paragraphe suivant.

Étape	Paramètres d'influence	Influence microstructurale
Homogénéisation	Température de maintien Temps de maintien	Taille des grains β
	Vitesse de refroidissement	Taille des colonies α_{wgb} Taille des lamelles α Épaisseur du liseré α_{gb} aux joints de grains
Déformation	Taux de déformation	Densité de dislocations Sous structures de grains Structure en « collier » aux joints
Recristallisation	Température de recuit Durée de recuit	Taux de phase α_p Taille des nodules α_p
	Vitesse de refroidissement	Taille des colonies α_{wgb} Taille des lamelles α Épaisseur des sous-joints de grains α_{gb}
Revenu	Température de revenu Durée de revenu	Apparition de α_2 dans α Taille des lamelles α_{wi} ou α_s

Tableau 2 : Paramètres importants des traitements thermomécaniques influençant la microstructure finale.

4. Microstructures, propriétés mécaniques et performances en fatigue des alliages de titane β-métastable.

Les relations propriétés mécaniques / microstructures seront analysées dans un premier temps à partir des propriétés mécaniques classiques (limite d'élasticité conventionnelle $R_p0{,}2\%$, la limite à rupture R_m et l'allongement A%) mais aussi la résistance en fatigue. Ce premier niveau d'analyse sera complété par la suite par l'étude des processus de déformation plastique « à l'échelle du grain » et des constituants de phase α.

a. Propriétés mécaniques et influence de la microstructure.

Établir les relations entre les microstructures et les propriétés mécaniques (traction / fatigue) est une phase nécessaire pour identifier l'état métallurgique le plus adapté à tel ou tel usage du matériau. La maîtrise des effets induits par les traitements thermomécaniques (chapitre 1.3) permet alors d'imaginer les séquences plus ou moins complexes pour tenter d'atteindre une microstructure « idéale » pour chaque type d'application comme pour les autres classes de matériaux, les relations microstructures / propriétés mécaniques des alliages de titane ont fait l'objet de nombreux travaux. Ces études se sont cependant concentrées sur diverses nuances α ou α+β, en particulier sur la plus utilisée d'entre elles : le TA6V (ou Ti-6Al-4V) [12, 29, 30, 37, 38]. Au démarrage de la présente étude, la littérature concernant ces aspects pour les alliages β-métastable était par contre nettement plus limitée [35, 39-41]. Au moins pour ce qui concerne le comportement de la phase α, nous nous appuierons donc également sur les études plus nombreuses réalisées sur les alliages α et α+β.

Une sélection de données concernant les propriétés mécaniques usuelles obtenues en traction monotone pour 3 alliages β-métastable et pour différents états microstructuraux est proposée dans les tableaux ci-après [4]. Le tableau 3 présente les conditions de traitements thermomécaniques et le tableau 4 les propriétés mécaniques conventionnelles associées.

Alliage	Procédé	Traitement thermique
Ti-6-2-4-6	Forgeage α+β	871°C-1h-trempe eau + 593°C-8h-trempe air
	Forgeage β	871°C-1h-trempe eau + 593°C-8h-trempe air
Ti-17	Billette α+β	802°C-4h-trempe air + 593-677°C-8h-trempe air
	Billette β	802°C-4h-trempe air + 593-677°C-8h-trempe air
	Billette β	788°C-4h-trempe air pulsé + 621°C-8h-trempe air
Ti-10-2-3	Mise en solution + revenu	482-524°C-8h-trempe air
	Mise en solution + revenu	510-566°C-8h-trempe air
Ti-5553	Mise en solution + revenu	804°C-1h-trempe air + 610°C-8h-trempe air
	Mise en solution + revenu	804°C-1h-trempe air + 660°C-8h-trempe air
	Mise en solution + revenu	832°C-1h-trempe air + 610°C-8h-trempe air

Tableau 3 : Conditions de traitements thermomécaniques de divers alliages β-métastable [4].

Quelques commentaires tout d'abord concernant les microstructures métallurgiques correspondantes :

- La différence entre les deux microstructures de Ti-6-2-4-6 est liée à la température du forgeage. Lorsque cette opération est réalisée dans le domaine β, une structure entièrement lamellaire est obtenue comme le montre Lütjering [12] (figure 11.a). Un forgeage dans le domaine α+β permettra l'apparition de phase α sous la forme de nodules et tout particulièrement de la structure de colliers de nodules au niveau des joints de grains (figure 11.b).

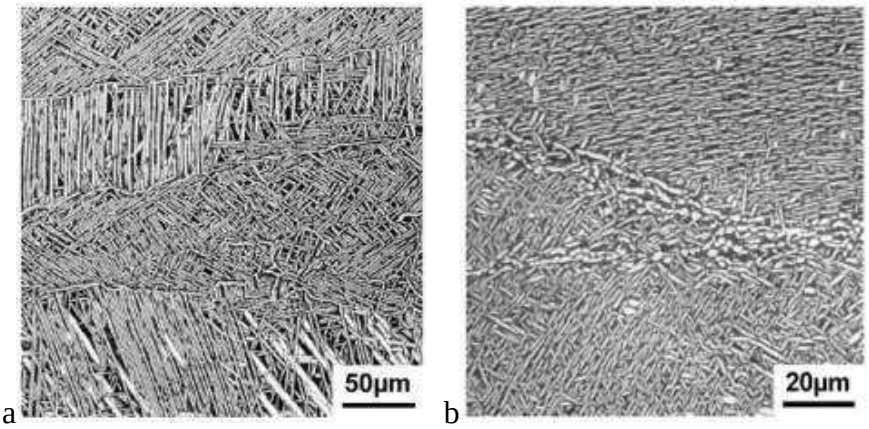


Figure 11 : Microstructures du Ti-6-2-4-6 après un forgeage β(a) et un forgeage α+β(b) [12].

- La remarque précédente s'applique également au Ti-17. La température de recuit moins élevée dans le second traitement thermique du Ti-17 billette β aboutit à un taux de phase α_p plus important alors que le revenu appliqué dans les deux cas est similaire.
- Dans les microstructures de Ti-10-2-3 présentées, seul un revenu a été pratiqué conduisant à l'obtention d'une organisation entièrement lamellaire. Une plus faible température de revenu a pour conséquence l'apparition d'une microstructure lamellaire α_{wi} plus fine. La figure 12 ci-dessous illustre cette influence sur la microstructure dans le cas du Ti-5553 ayant subi une mise en solution dans le domaine β et des revenus d'une même durée mais à différentes températures (750°C, 625°C et 400°C).

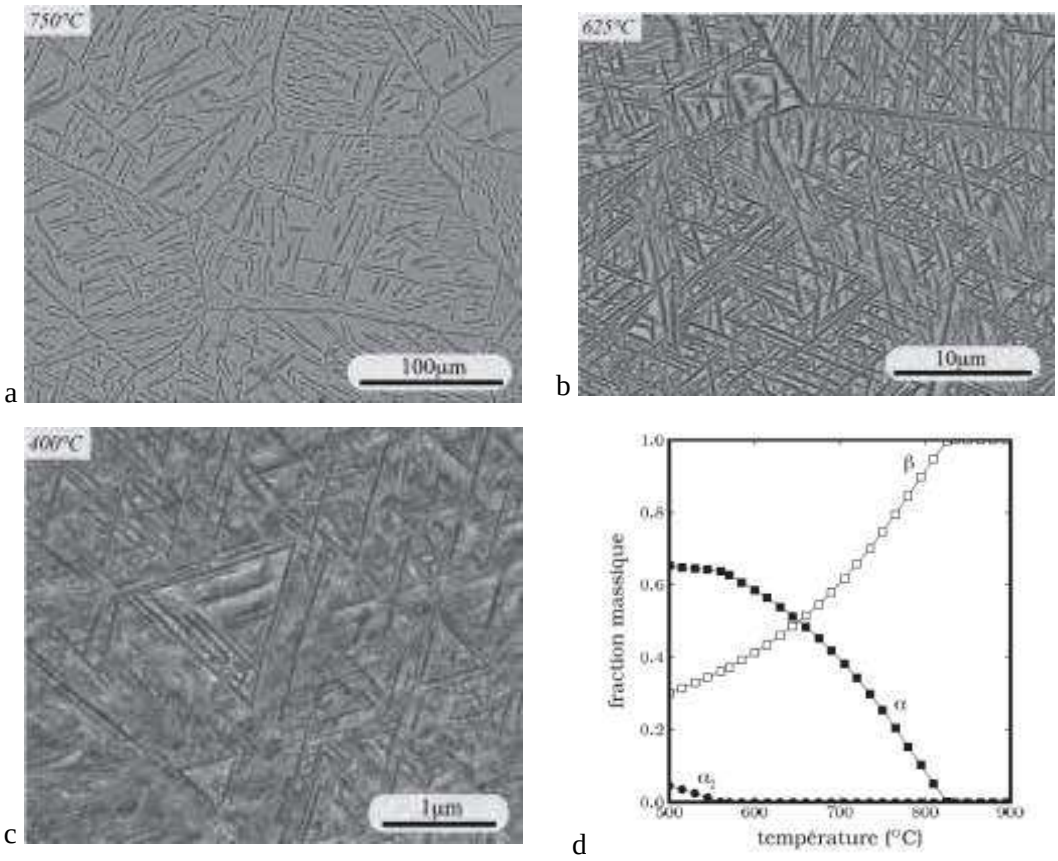


Figure 12 : influence de la température de revenu sur la microstructure lamellaire du Ti-5553 (a, b et c) et taux de phase en fonction de la température (d) (A. Setefratti – IJL – Nancy).

- Dans le cas du Ti-5553, les deux remarques précédentes sont également valables. La matière ayant subi un recuit à une plus faible température présentera un taux de phase α_p plus important. De même, la matière qui a reçu un traitement de revenu à une température plus faible est constituée d'une microstructure lamellaire intragranulaire α_{wi} plus fine.

Ces différents traitements thermiques correspondent à des temps de revenu suffisamment longs pour que l'équilibre thermodynamique de l'alliage soit atteint et que le taux de phase α à l'équilibre à l'ambiante soit respecté.

L'influence des traitements thermiques sur les microstructures ayant été analysée, on peut s'intéresser aux conséquences sur les propriétés mécaniques (voir tableau 4).

Alliage	Procédé	Re0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A% (%)
Ti-6-2-4-6	Forgeage α+β	1170	1264	11
	Forgeage β	1151	1247	7
Ti-17	Billette α+β	1135	1211	11,8
	Billette β	1202	1220	9,1
	Billette β	1089	1172	12
Ti-10-2-3	Mise en solution + revenu	1202	1287	7,7
	Mise en solution + revenu	1078	1141	13,3
Ti-5553	Mise en solution + revenu	1218	1294	7
	Mise en solution + revenu	1100	1163	13
	Mise en solution + revenu	1218	1332	5

Tableau 4 : Propriétés mécaniques des alliages décrits dans le tableau 3 [4].

Différentes tendances générales sur les relations microstructures / propriétés mécaniques peuvent être établies à partir de ces données et ceci en accord avec la littérature [12, 29, 30, 37, 40, 42]:

- La présence d'un liseré de phase α_{gb} aux joints de grains limite la ductilité de l'alliage en favorisant l'amorçage précoce de fissures au sein de cette phase avec propagation le long des joints.
- L'introduction de nodules α_p aux joints de grains sous la forme d'un collier discontinu de nodules (forgeage à chaud) permet de prévenir la formation précoce de fissures ou limite leur propagation. La ductilité de l'alliage s'en trouve améliorée. C'est par exemple le cas pour l'alliage Ti-6-2-4-6 après un forgeage α+β alors que les autres propriétés mécaniques sont conservées.
- Dans le cas des structures entièrement lamellaires, un traitement thermique favorisant l'apparition d'une microstructure lamellaire α_{wi} plus fine (correspondant dans les exemples présentés à un revenu effectué à une température plus faible) permet d'accroitre la limite d'élasticité ($Re_{0,2}$) et la résistance mécanique (Rm) du matériau. Cela se fera cependant au détriment de la ductilité du matériau comme dans le cas du Ti-10-2-3 et du Ti-5553 (ayant été soumis à un recuit à 804°C).
- L'introduction de nodules α_p et de l'obtention d'une microstructure bimodale permet un gain de ductilité important pour une perte minime des autres caractéristiques mécaniques ($Re_{0,2}$ et Rm). C'est le cas pour le Ti-17 (recuit à 788°C) et le Ti-5553 (recuit à 804°C) qui retiennent un taux de nodules plus important et présentent une meilleure ductilité.
- Dans le cas où des colonies de lamelles α_{wgb} sont présentes, trois caractéristiques microstructurales ont de l'effet sur les propriétés mécaniques :

- La taille des lamelles va intervenir comme cela a été mentionné précédemment : plus elles sont fines et plus élevées sont la limite d'élasticité et la limite à la rupture.
- La taille des colonies a également de l'influence. En effet, plus les colonies sont grandes et plus les valeurs de $Re_{0,2}$ et Rm sont faibles alors que dans le même temps la ductilité augmente. Dans le cas où les séquences de traitements thermomécaniques conduisent à une microstructure lamellaire ultrafine nommée α_s (figure 13) entre les lamelles, l'effet des colonies est atténué. La transmission de la plasticité, au travers des différentes lamelles et interfaces constituant une colonie, est en effet limitée ; cela favorise de plus hautes propriétés mécaniques ($Re_{0,2}$ et Rm) au dépend parfois de la ductilité.

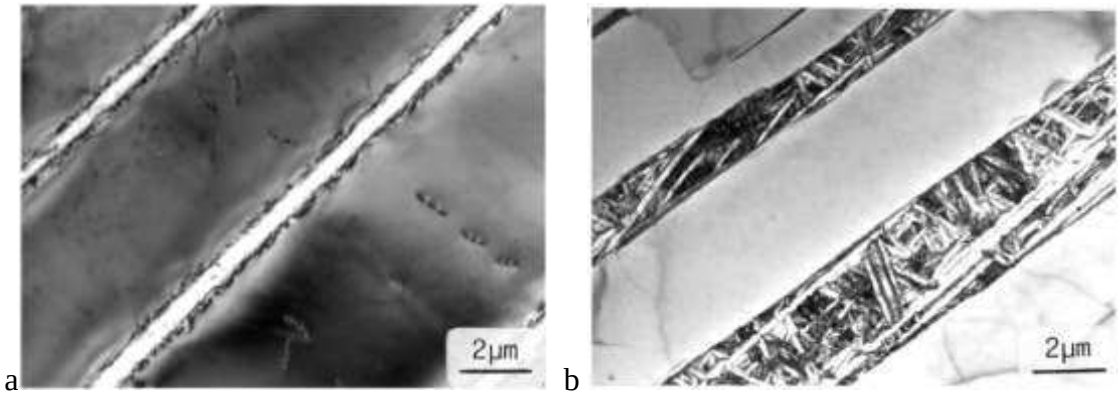


Figure 13 : Microstructure lamellaire colonnaire (a) et bi-lamellaire (b) [12].

La figure 14 tente de résumer les relations microstructures / propriétés mécaniques.

	Re 0,2 Rm	A%
Diminution de la taille de grains β	=	↑
Présence d'un liseré α_{gb}	=	↓
Présence de colliers α_p	=	↑
Diminution de la taille des colonies α_{wgb}	=	↑
Diminution de la taille des lamelles	↑	↓
Augmentation de la fraction nodules α_p	↓	↑

Figure 14 : Influence des éléments microstructuraux sur les propriétés mécaniques (en bas : ↑(augmentation), ↓(décroissance), =(pas d'influence)).

Ces différentes tendances soulignent l'importance qu'il y a à maîtriser l'ensemble du processus d'élaboration car, par l'ajustement des traitements thermomécaniques, on peut atteindre le niveau de propriétés mécaniques minimal requis pour un usage du matériau donné. La ductilité des alliages peut ainsi être « ajustée » en gérant les zones de propagation facile de la déformation (larges colonies lamellaires ou épais liserés de phase α aux joints de

grains) ou la limite d'élasticité augmentée en affinant la microstructure lamellaire intragranulaire par exemple. D'autres aspects doivent cependant être considérés pour un usage maîtrisé de ces matériaux, notamment lorsque le caractère cyclique du chargement mécanique entre en ligne de compte (fatigue).

b. Comportement en fatigue et influence de la microstructure

Une analyse similaire peut être menée pour identifier l'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques en fatigue. Il faut en particulier s'intéresser à l'influence des différents éléments microstructuraux sur l'évolution d'une fissure, de sa formation à sa propagation [43].

Un des faits marquants caractéristique de cette classe de matériau est que la phase d'amorçage des fissures constitue le plus souvent la plus grande partie de la durée de vie en fatigue (75 à 90 %). Schématiquement, trois grandes étapes d'endommagement par fatigue se distinguent :

- **L'amorçage de la fissure** : c'est le processus qui fait apparaître, dans un matériau sain à l'origine, une forte « discontinuité » dans le volume ou à la surface des échantillons et/ou des composants. Ce processus résulte d'une accumulation localisée de déformation plastique qui aboutit à la formation d'une fissure « courte » du fait d'incompatibilités de déformation locales et/ou d'états de contraintes particulièrement élevés. La microstructure métallurgique ainsi que les structures de déformation (dislocations) influencent au premier ordre les configurations qui favorisent cette phase initiale de l'endommagement. À noter que généralement plusieurs microfissures se forment indépendamment les unes des autres.
- **La propagation d'une fissure courte** : Une fissure a été initiée dans le matériau et commence à se propager (voir figure 15). Cette propagation est également fortement sensible à la microstructure. Ainsi, on peut généralement voir une telle fissure se propager rapidement dans un milieu ne présentant pas ou peu d'obstacles et marquer un temps d'arrêt plus ou moins long sur des obstacles « forts » (joints de grains, précipités, …).
- **La propagation d'une fissure « longue »** : une fois que la fissure courte a atteint une taille critique, sa propagation est essentiellement régie par l'état de contrainte local. La microstructure influence moins cette phase. On peut alors généralement correctement décrire ce stade de la propagation grâce aux outils de la mécanique linéaire de la rupture. Cette fissure se propage jusqu'à la rupture finale.

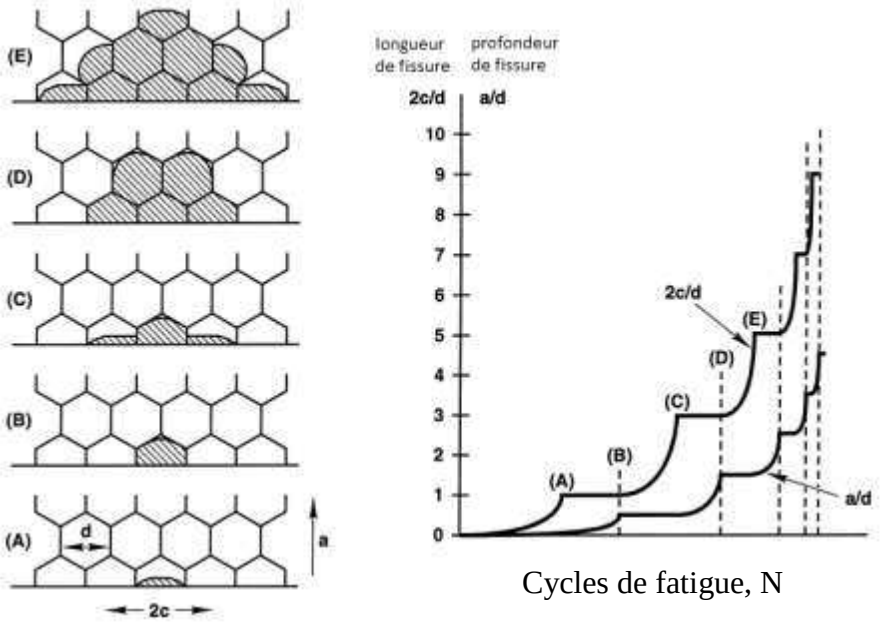


Figure 15 : représentation schématique des étapes d'amorçage et de propagation d'une micro fissure [43].

Les trois étapes de ce processus peuvent être schématisées comme sur la figure 16 ci-après.

À température ambiante, les fissures de fatigue se forment généralement à partir de mécanismes de plasticité qui se développent au sein de la phase α et plus particulièrement de la phase α_p [43, 44]. Les bandes de glissement qui apparaissent au cours du cyclage constituent ainsi typiquement des configurations favorables à la création de fissures. Les interfaces entre les phases α et β dans le cas de sollicitations cycliques de faible amplitude sont également propices aux processus d'endommagement [43].

Plus les nodules α_p seront de petite taille, plus les fissures apparaissent difficilement à partir des bandes de glissement qui s'y développent. De même, plus les lamelles seront courtes, plus les interfaces α/β seront résistantes à l'endommagement [43]. Tout élément microstructural introduisant des obstacles aux mouvements des dislocations notamment favorise également un retard à l'amorçage de fissures. La présence de sous-joints ou d'une structure de dislocations préexistante du fait des opérations de prédéformation (forgeage) du matériau et qui n'auraient pas été effacés par les dernières étapes du traitement thermique peuvent participer favorablement à cette résistance à l'endommagement.

La propagation d'une microfissure au sein du matériau est également dépendante de la microstructure (figure 15). Les microfissures progressent au sein du matériau en utilisant dans un premier temps les systèmes de glissements disponibles ou les interfaces. Plus les éléments traversés par la microfissure sont grands (plus les interfaces et plans seront étendus), plus celle-ci progresse vite et facilement. Une nouvelle fois, un raffinement des éléments

microstructuraux permet une augmentation de la résistance à la fatigue du matériau tout au moins pour les premiers stades d'endommagement.

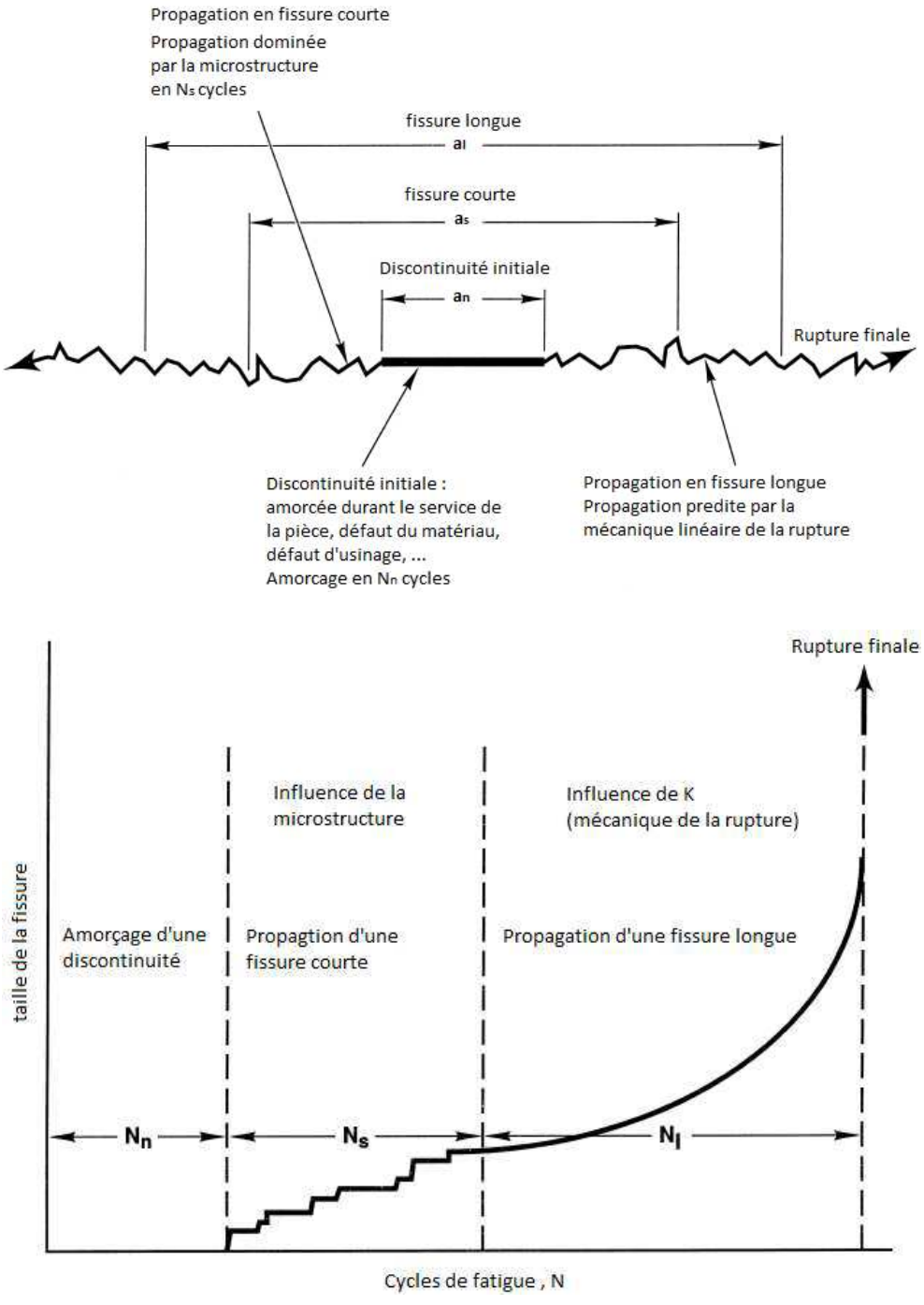


Figure 16 : Processus de fissuration : de l'amorçage à la rupture [43].

Par contre, dès lors qu'une fissure a franchi les premières barrières microstructurales pour atteindre une longueur de quelques centaines de micromètres, sa propagation devient

rapide et de moins en moins sensible à la microstructure. La rupture finale intervient rapidement.

Dans le cadre de sollicitations cycliques correspondant aux domaines de l'endurance comme de la fatigue oligocyclique, une des caractéristiques de cette classe d'alliages est alors de ne présenter qu'une très faible densité de fissures.

D'autres éléments microstructuraux influencent les processus de déformation cyclique et les différents stades d'endommagement. En particulier les aspects relatifs aux textures, qu'elles soient de nature morphologique ou/et cristallographique. Ce point sera discuté plus tard (chapitre 1.4)

Ce point rend d'ailleurs difficile l'étude des premiers stades d'endommagement et oblige souvent à multiplier les essais pour que l'échantillonnage de microfissures ne soit pas trop réduit.

Le tableau 5 ci-dessous propose une synthèse des effets de la microstructure métallurgique sur la résistance en fatigue des alliages de titane β-métastable. Un élément peut avoir un effet positifs (notés↑) ou négatif (↓) en fatigue mais améliorer les propriétés mécaniques en traction.

	HCF	Microfissures	Macrofissures
Diminution de la taille de grains β	↑	↑	↓
Présence d'un liseré continu α_{gb}	↓	↓	↑
Présence de colliers α_p	↑	↑	↑
Diminution de la taille taille des colonies α_{wgb}	↑	↑	↑
Diminution de la taille taille des lamelles α_{wgb} α_{wi}	↓	↑	↑
Présence de Nodules α_p	↑	↑	↓

Tableau 5 : Influence de la microstructure sur la résistance à la fatigue des alliages β-métastable(↑(influence favorable), ↓(influence défavorable), =(pas d'influence)).

5.Mécanismes de déformation plastique dans les alliages de titane β-métastable

La connaissance des relations entre les microstructures métallurgiques et les propriétés mécaniques présentées dans le chapitre 1.4 permet d'envisager des actions de forgeage et/ou de traitements thermiques pour optimiser à termes les alliages et/ou les adapter à des utilisations spécifiques. Mieux maîtriser les processus élémentaires de plasticité est également nécessaire dans cette optique. Dans ce paragraphe sont développées des notions relatives à ces processus en intégrant des résultats propres aux deux phases principales α et β.

a.Phase α et β : aspects cristallographiques

Comme précisé dans le chapitre 1.3.a, quatre différentes phases peuvent être présentes au sein des alliages de titane β-métastable : les principales sont les phases α et β et deux autres phases, les phases α_2 et ω, peuvent également apparaître en fonction de la nature chimique de l'alliage et des conditions de traitements thermomécaniques.

Ces différentes phases présentent des arrangements atomiques spécifiques et diffèrent les unes des autres comme présenté dans le tableau 6.

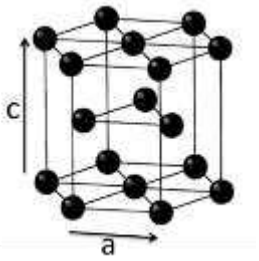
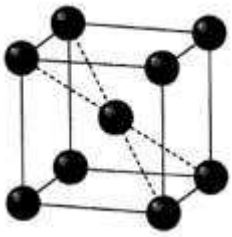
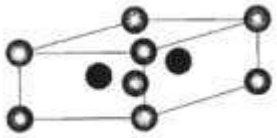
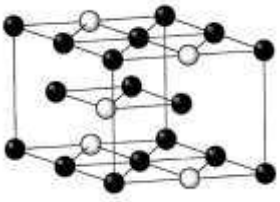
Ti-α : **Phase hexagonale compacte** **a_α = 2,955Å c_α = 4,680Å**	
Ti-β : **Phase cubique centrée** **a_β = 3,320Å**	
Ti-ω : **Phase hexagonale simple** **a_ω = 2,82Å c_ω = 4,60Å**	
Ti_3Al-α_2 : **Phase orthorhombique** **$a_{\alpha 2}$ = 5,79Å $c_{\alpha 2}$ = 4,67Å**	

Tableau 6 : Structures cristallines des phases présentes dans les alliages de titane β-métastable.

Le calcul du rapport c/a ($c/a = 1{,}587$) pour la phase α à partir des données théoriques présentées ci-dessus donne une valeur inférieure à la valeur théorique d'une phase hexagonale compacte parfaite ($c/a = \sqrt{8}/3 = 1{,}663$). Cela modifie la densité atomique du plan de base de la structure cristalline et influence l'activation de mécanismes de déformation sur d'autres

plans de glissement. Cette multiplication des systèmes de glissement explique également la plus grande ductilité des alliages de titane par rapport à d'autres alliages hexagonaux [34].

La transformation de phase β→α s'opère par un faible déplacement de certains atomes : transformation de la direction dense de la structure cubique centrée $\langle 111 \rangle_\beta$ en une des trois directions compactes de la structure hexagonale $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$. Cette transformation n'impliquant pas de mécanisme de diffusion, il s'agit d'une transformation de type martensitique. Ce mécanisme impose alors certaines relations (appelées relations de Bürgers) entre la structure cristallographique β préexistante (parfois nommées phase « mère ») et la structure hexagonale α générée [45]. Ces relations dites de « Burgers » sont reportées ci-dessous :

$$\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha \text{ et } \langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$$

Équation 1 : Relations de Bürgers entre les phases β et α.

b.Déformation élastique dans les alliages de titane.

L'agencement des liaisons atomiques au sein des différentes phases constituant les alliages de titane β-métastable est naturellement influencé par les configurations cristallographiques qui viennent d'être décrites. Cela a des conséquences directes sur les propriétés élastiques de ces phases. Le niveau des constantes élastiques est concerné mais aussi le caractère plus ou moins anisotrope de ces caractéristiques.

L'anisotropie de propriétés élastiques de la phase α est documentée pour ce qui concerne le titane pur [46-48]. Le module d'Young E peut alors être déterminé en relation avec la direction de traction en utilisant la formulation suivante où n est la direction de traction, S la matrice de souplesse, ⊗ le produit matriciel tel que $A_{ijkl} = b_{ij} \otimes c_{kl} = b_{ij} c_{kl}$ et : la double contraction matricielle tel que $A_{ijkl} : b_{kl} = \sum_{kl} A_{ijkl} b_{kl}$:

$$E(n) = \left[n^{\otimes 2} : S : n^{\otimes 2} \right]^{-1}$$

Équation 2 : Module anisotrope de Hayes [49].

Cependant, les symétries de la maille hexagonale (symétrie transverse par rapport à l'axe $\vec{c}$) permettent de simplifier la matrice de souplesse (exprimée dans un repère orthonormé (e_1, e_2, e_3) où les deux premières directions sont dans le plan de base et la troisième confondu avec l'axe $\vec{c}$ pour respecter la rigidité élastique isotrope dans le plan de base. Les relations traduisant cette propriété sont :

$$S_{1111} = S_{2222}\ ;\ S_{1133} = S_{2233}\ et\ S_{1212} = {}^{1}/_{4}\left({}^{1}/_{2}(S_{1111} - S_{1122})\right)$$

Équation 3 : Simplification de la matrice de souplesse pour rendre compte de la rigidité isotrope dans le plan de base de la maille hexagonale.

Les valeurs des constantes de la matrice de souplesse de la phase α sont les suivantes [47] :

$$S_{1111} = 9{,}98.10^{-12}\ m^{2N^{-1}} \qquad S_{1122} = -4{,}71.10^{-12} m^2 N^{-1}$$

$$S_{3333} = 6{,}90.10^{-12} m^2 N^{-1} \qquad S_{1133} = S_{2233} = -1{,}93.10^{-12} m^2 N^{-1}$$

$$S_{1313} = S_{2323} = 5{,}35.10^{-12} m^2 N^{-1} \qquad S_{1212} = 1{,}84.10^{-12} m^2 N^{-1}$$

Les autres composantes (hormis les composantes symétriques) sont nulles.

On peut alors calculer l'inverse du module d'Young de la phase α du titane lors d'une sollicitation dans une direction $n\ (n_1, n_2, n_3)$ exprimé dans un repère orthonormé où n_1, n_2 sont dans le plan de base de l'hexagone et n_3 est confondu avec l'axe $\vec{c}$ grâce l'équation 2 :

$${}^{1}/_{E(n)} = n^{\otimes 2} : S : n^{\otimes 2} = \sum_{ijkl} S_{ijkl}.n_i n_j n_k n_l$$

$$\begin{aligned}{}^{1}/_{E(n)} = {} & S_{1111}{n_1}^4 + S_{2222}{n_2}^4 + S_{3333}{n_3}^4 + 2S_{1122}{n_1}^2{n_2}^2 + 2S_{1133}{n_1}^2{n_3}^2 \\ & + 2S_{2233}{n_2}^2{n_3}^2 + 4S_{1313}{n_1}^2{n_3}^2 + 4S_{2323}{n_2}^2{n_3}^2 + 4S_{1212}{n_1}^2{n_2}^2\end{aligned}$$

Considérant la symétrie isotrope transverse de la maille hexagonale, le module d'Young ne peut être influencé que par l'angle entre la direction de sollicitation et l'axe $\vec{c}$. On peut donc noter l'axe de sollicitation dans le repère orthonormé du cristal de la façon suivante $\sigma = (\sin(\theta), 0, \cos(\theta))$. On obtient finalement :

$${}^{1}/_{E(\sigma(\theta))} = S_{1111} + (-2S_{1111} + 2S_{1133} + 4S_{1313})\cos^2(\theta) + (S_{1111} - 2S_{1133} + S_{3333} - 4S_{1313})\cos^4(\theta)$$

$${}^{1}/_{E(\sigma(\theta))} = 9{,}98.10^{-12} + 2{,}42.10^{-12}\cos^2(\theta) - 0{,}66.10^{-12}\cos^4(\theta)$$

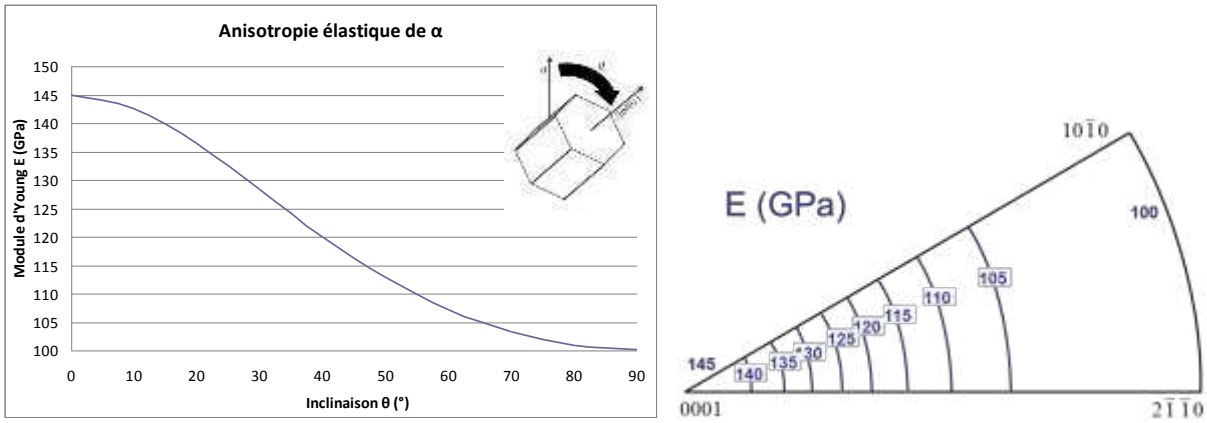


Figure 17 : Représentation graphique de l'anisotropie élastique de la maille hexagonale en fonction de l'angle (θ) entre la direction considérée et l'axe cristallin <c>. A droite : isocourbes de module d'Young projetées dans le triangle standard.

La figure 17 montre l'évolution du module d'Young en fonction de la direction de sollicitation. Il apparaît alors clairement l'existence d'une direction « dure » correspondant à l'axe $\vec{c}$. Le module dans cette direction est 1,45 fois plus élevé que suivant les directions contenues dans le plan de base. La figure 17.b représente les lignes d'isovaleurs de module d'Young dans une figure de pôles inverse (IPF). L'ensemble de ces considérations établies pour le titane pur peut être appliqué à la phase α des alliages de titane. Le plus souvent les alliages de titane α sont présentés avec une valeur de module d'Young de l'ordre de 110 à 120 GPa, ce qui correspondrait assez naturellement à une distribution aléatoire de grains de titane pur. Par contre les caractéristiques élastiques de la phase β seule ne sont que peu documentées, y compris pour le titane pur.

c.Mécanismes de déformation plastique et premiers stades d'endommagement dans les alliages de titane.

Les mécanismes élémentaires de déformation plastique dans les alliages de titane sont, comme présentés dans le chapitre 1.5, basés sur le mouvement des dislocations dans des plans de glissement. Les plans de glissement possibles de chacune des deux phases principales sont présentés dans le tableau 7 et le tableau 8 pour les phases α et β respectivement :

Un total de 15 systèmes de glissement est ainsi généralement considéré dans le système hexagonal et de 48 systèmes dans le réseau cubique centré.

L'analyse de l'activation ou non de mécanismes de déformation plastique dans les systèmes présentés ci-dessus est un élément clé de compréhension du comportement mécanique de ces alliages.

Des travaux ont déjà été effectués sur des alliages de titane quasi-α. Un certain nombre concernait des configurations microstructurales spécifiques qui favorisaient l'analyse

cristallographique en particulier sur le titane pur mais aussi sur les colonies lamellaires de grandes tailles « singles colonies » [50, 51]. Les conclusions intéressantes de ces travaux sur la nature des glissements activés et les seuils d'activation ne peuvent cependant pas facilement être généralisées à toutes les directions de sollicitation. L'arrivée de L'EBSD a plus récemment permis de développer ce type d'étude dans un cadre polycristallin [52-54], ce qui a d'ailleurs conduit à lever des ambiguïtés qui perduraient dans la littérature. Par exemple il a été montré dans l'alliage Ti64 qu'en fonction de l'orientation locale des nodules/lamelles considérés, une activité plastique sous forme de bandes de glissement se développe à la fois au sein de plans de base, des plans prismatiques et pyramidaux. [49]. Concernant les alliages β-métastable les travaux sont par contre très peu nombreux sur ce thème [40, 55].

Deux approches expérimentales complémentaires sont généralement développées pour l'étude de ces mécanismes de déformation plastique:

- Une analyse *post mortem* d'échantillons déformés dans une gamme de chargement mécanique prédéterminée

- Le suivi *in situ* des mécanismes lors d'un essai de déformation (traction).

Le premier type d'essai permet une analyse fine des mécanismes activés pour un état de déformation donné. Les essais réalisés *in situ* sont plutôt dédiés à l'identification des conditions d'activation de ces mécanismes. Ils sont par exemple très utiles pour évaluer la contrainte à laquelle les premières bandes de glissement apparaissent en surface. Les observations réalisées dans ce cadre sont cependant souvent d'une qualité plus limitée, les dispositifs de traction sous MEB imposant une distance d'observation plus importante limitant ainsi la résolution spatiale, mais aussi un temps d'acquisition plus court pour limiter les effets de la relaxation par exemple. De plus toute la surface de l'éprouvette ne peut être suivie/analysée simultanément à fort grossissement, ce qui ne permet pas de garantir d'avoir à coup sûr détecté les premiers instants de plasticité sur l'éprouvette. La reproduction des expériences aide en ce sens. Le couplage des observations réalisés *post mortem* avec des analyses cristallographiques EBSD permet d'identifier la nature (basal, prismatique, pyramidal) du système activé. Plus précisément, les plans de glissement activés peuvent être déterminés. La direction de glissement n'est par contre pas accessible. Pour différents systèmes de glissement coplanaires, l'hypothèse du plus fort facteur de Schmid est alors retenue.

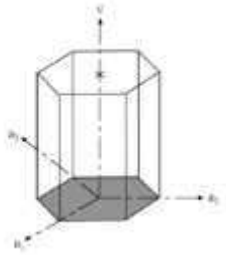
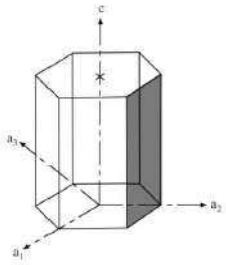
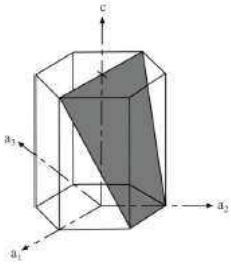
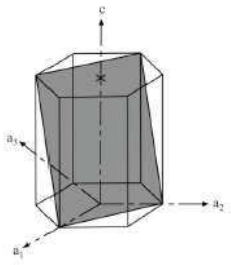
Plans de glissement			Direction de Burgers	
Nom	Indice	Représentation	Indice	Symbole
Basal 3 systèmes	$\{0001\}$		$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\vec{a}$
Prismatique 3 systèmes	$\{10\bar{1}0\}$		$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\vec{a}$
Pyramidal de 1er ordre 6 systèmes	$\{10\bar{1}1\}$		$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\vec{a}$
Pyramidal de 1er ordre 6 systèmes	$\{10\bar{1}1\}$		$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3\rangle$	$\overrightarrow{c+a}$
Pyramidal de 2nd ordre 6 systèmes	$\{11\bar{2}2\}$		$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3\rangle$	$\overrightarrow{c+a}$

Tableau 7 : Systèmes de glissement classiques dans la phase *α*.

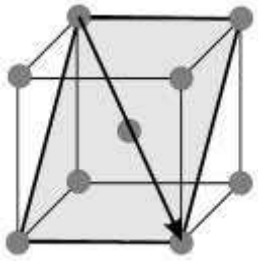
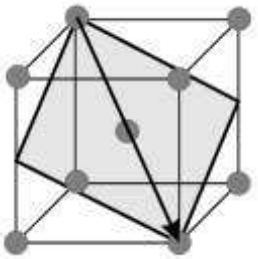
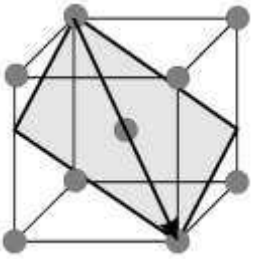
Plans de glissement		Direction de Burgers
Indice	Représentation	Indice
{110} 12 systèmes		⟨111⟩
{112} 12 systèmes		⟨111⟩
{123} 24 systèmes		⟨111⟩

Tableau 8 : Systèmes de glissement classiquement évoqués pour la phase β.

Les conditions d'apparition des bandes de glissement en fonction de la nature des systèmes ont été déterminées à partir des essais réalisés en *In Situ* sous MEB dans le cas du Ti-64 [52]. Tout d'abord, sans surprise, les premiers évènements de plasticité interviennent pour des niveaux de contraintes macroscopiques bien plus faibles que la limite conventionnelle d'élasticité définie à 0,2% de déformation plastique. Les systèmes identifiés sont alors majoritairement de type basal et prismatique avec quelques traces de pyramidal. La contrainte de cisaillement critique résolue dans le plan de glissement selon la direction de glissement (chapitre 1.5.d) a pu être évaluée grâce à ces essais [52]:

Système de glissement	CRSS $\tau_{CRSS} = \mu.\sigma(MPa)$	Ecart type ***(MPa)***
Basal	373	45
Prismatique	388	34

Tableau 9 : Evaluation des CRSS des systèmes de glissement dans la phase α du TA6V [49].

Pour le cas particulier des alliages β-métastable, ces mécanismes de déformation plastique qui se développent au sein des éléments microstructuraux α (nodules, lamelles)

semblent également constituer les premiers événements de plasticité [55]. Par contre la contribution de la matrice β aux processus de déformation plastique ou/et à la propagation des bandes de glissement préalablement formées dans les constituants α n'est que très peu étudiée. Ces mêmes auteurs proposent deux mécanismes distincts :

- L'amorçage « classique » au sein des nodules par l'activation des mécanismes de plasticité (décrit ci-dessus).
- La décohésion au niveau de l'interface nodule / matrice par cavitation [55, 56]. La figure 18 schématise ces deux alternatives.

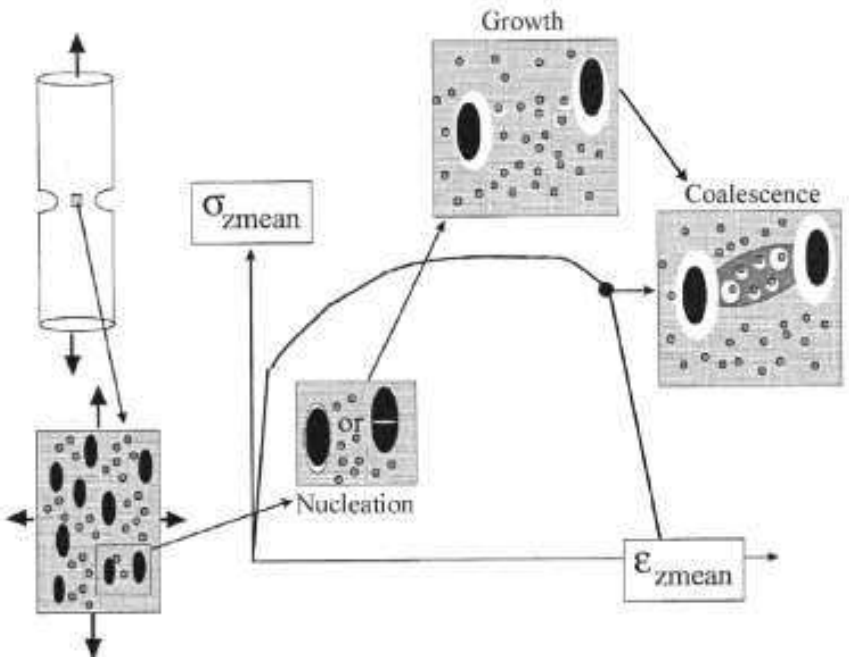


Figure 18 : modèle d'endommagement proposé par Lenain sur un alliage de Ti-LCB [55].

Dans le cas des microstructures entièrement lamellaires, les sites d'apparition de fissures sont traditionnellement les interfaces entre les lamelles et la matrice mais également les grandes colonies de lamelles. L'exemple proposé par la figure 19 ci-dessous concerne l'alliage Ti6242. Lorsque les colonies sont petites, formées de lamelles assez fines et le plus souvent d'une structure lamellaire secondaire nettement plus fine (aspect visible sur le cliché de la figure 19.a), les fissures ont tendance à se former au niveau des interfaces lamelles /matrice. Dès lors que les lamelles sont plus grossières et largement organisées en colonies, des réseaux de fissures traversant ces colonies se forment (figure 19.b).

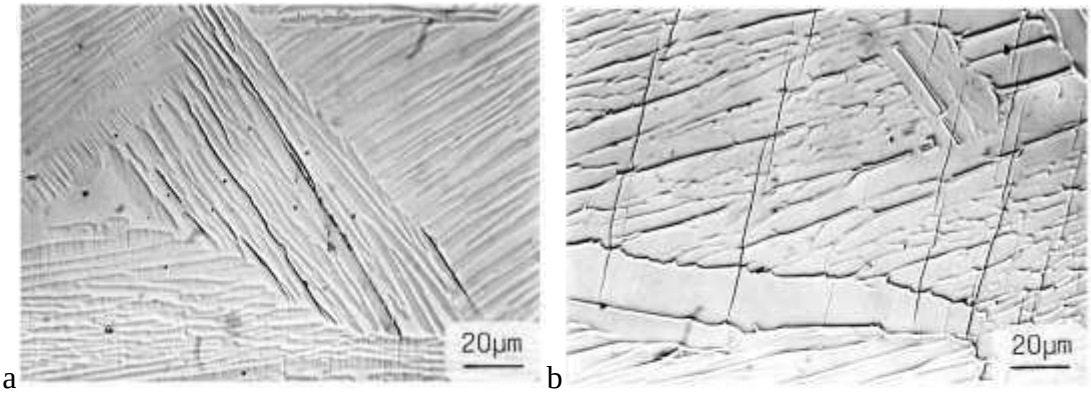


Figure 19 : Amorçage de fissures dans les microstructures lamellaires du Ti-6242 [12].

d.Influence des microstructures et de la cristallographie sur les mécanismes élémentaires de déformation.

L'influence globale de la microstructure métallurgique sur les propriétés mécaniques d'usage en traction et fatigue a déjà été soulignée dans le chapitre 1.4. Cette influence n'est que l'expression macroscopique des effets microstructuraux cumulés à une échelle microscopique et en particulier des effets sur les mécanismes de déformation.

Les mécanismes de durcissement des alliages reposent bien souvent sur la présence, voire l'apparition d'obstacles aux mouvements des dislocations. Divers exemples classiques peuvent être cités concernant d'autres classes d'alliages métalliques comme la précipitation de carbures de chrome dans les aciers inoxydables, l'apparition de zones de Guinier Preston dans les alliages de cuivre aluminium ou encore la précipitation parfois multimodale de type γ' dans les superalliages base nickel. Lorsque les dislocations mobiles qui assurent le glissement rencontrent un obstacle, le franchissement de ce dernier ne pourra se faire que par l'augmentation locale du niveau de contraintes. Si les obstacles sont de petites tailles (précipités, carbures, …) les processus mis en jeu seront de type contournement ou cisaillement. S'il s'agit d'interfaces entre phase ou de joints de grains, les processus pourront être plus complexes.

De manière générale, il est important de dresser un bilan des barrières microstructurales qui pourraient affecter le mouvement des dislocations pour mieux comprendre le comportement macroscopique du matériau. Dans le cadre des alliages de titane, Les éléments microstructuraux où les dislocations se forment et se propagent, ainsi que les obstacles qui gouvernent les effets de durcissement sont multiples :

- **Nature de la phase** : De nombreux auteurs considèrent que les mécanismes de déformation opèrent en premier lieu dans la phase α [12, 49, 55, 57]. La phase β y est généralement considérée comme indéformable plastiquement, notamment dans les alliages pour lesquels la fraction de phase β est très faible. Il faut cependant noter qu'il est alors

très difficile de réaliser une étude de plasticité sur ces résidus de β, rendant toute conclusion hasardeuse. Dans les alliages β-métastable, la phase β se déforme plastiquement également. Toutefois, les premiers stades de plasticité sont considérés comme associés à la phase α.

- **<u>Interfaces</u>** : les interfaces entre phases constituent l'un des principaux obstacles à la propagation des dislocations.
  C'est souvent le niveau de désordre plus ou moins prononcé de l'interface qui en pilote ces effets. Ainsi, on peut classer les interfaces entre deux objets en fonction de leurs cohérences (interfaces cohérentes, semi-cohérentes ou incohérentes). La figure 20 illustre ce point:
  - Les différences de paramètre de maille entre les deux phases génèrent des contraintes locales par la distorsion des liaisons atomiques.
  - L'existence de liaisons atomiques rompues (voir dans le cas d'interfaces incohérentes, la rupture de toutes les liaisons) conduit parfois à des réseaux de dislocations d'interface.

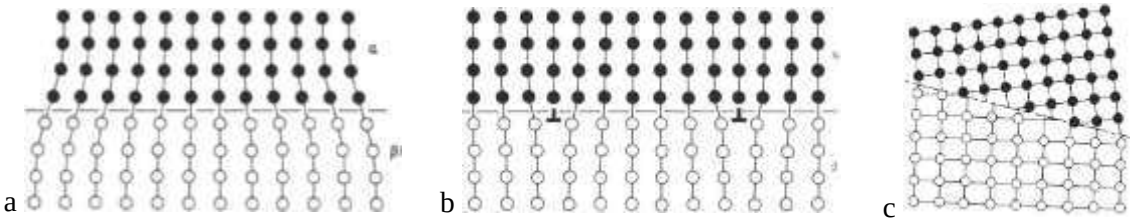


Figure 20 : Classification des interfaces [58] : interface cohérente (a), semi cohérente (b) et incohérente (c).

Cependant, dans le cas des alliages de titane, les interfaces entre les phases α et β présentent un certain degré de cohérence par le respect des relations de Burgers (équation 1). Ceci permet de minimiser l'énergie de ces interfaces [59]. Ces interfaces α/β jouent alors un rôle primordial dans la déformation de ces alliages à température ambiante [60, 61] par l'émission de dislocations au niveau des interfaces [57]. La figure 21 montre ce phénomène observé dans l'alliage TA6V durant un essai de traction réalisé in situ sous MET. Les dislocations dans ce cas sont émises de l'interface vers l'intérieur du nodule.

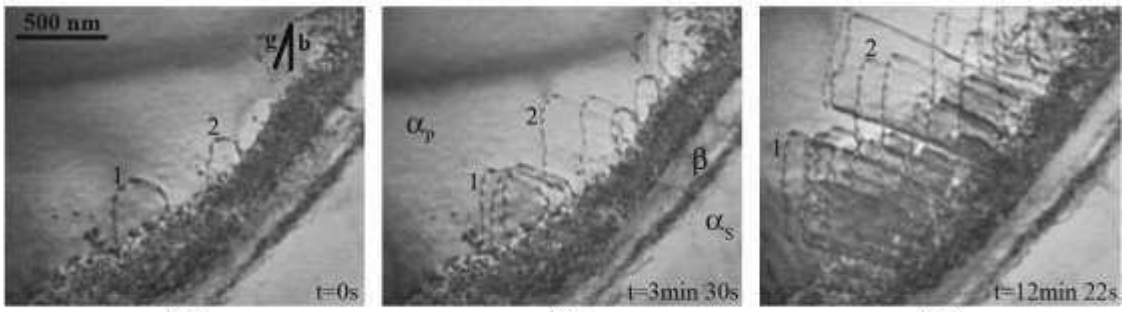


Figure 21 : émission de dislocations (1 et 2 premières dislocations observées) à partir de l'interface α/β dans les nodules de phase α_p [57].

Le phénomène a également été observé dans les lamelles αwi de ce même alliage et la transmission entre la matrice β et la phase α (qu'elle soit nodulaire ou lamellaire) a été observée à l'ambiante dans les cas où les relations de burgers étaient respectées. D'autres auteurs relèvent également des processus où la transmission de la déformation plastique se réalise au niveau de ces interfaces [60, 61].

La figure 22.a illustre le mouvement d'une dislocation (indiquées par des flèches) au niveau de deux lamelles d'une même colonie (donc de même orientation cristallographique). Sa progression simultanée de part et d'autre de l'interface est rendue possible par la transmission aisée de la déformation à travers la phase β.

La figure 22.b montre quant à elle l'empilement de dislocations au niveau d'un joint de grains. L'accumulation de contraintes locales générées par une plus grande déformation pourrait à terme favoriser le passage de ces dislocations dans le grain voisin. Une alternative serait la création d'un début de fissure au niveau du joint.

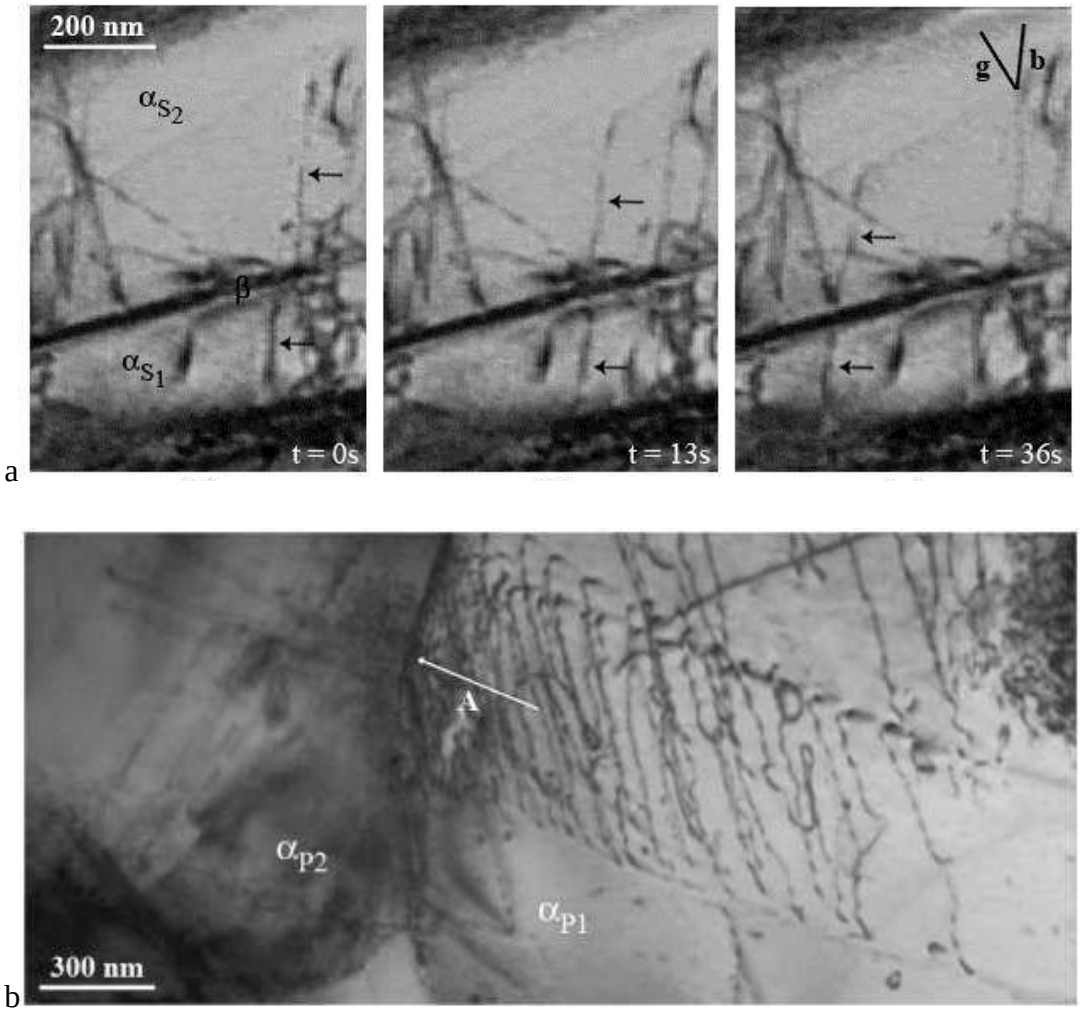


Figure 22 : transmission de dislocations entre deux lamelles d'un même colonie [57] (a) et empilement de dislocations à l'interface entre deux nodules fortement désorienté [62] (b).

Les différentes interfaces jouent donc un rôle de barrière plus ou moins marqué en ralentissant la propagation des dislocations. C'est une des origines des hautes propriétés mécaniques des alliages de titane. Cet effet est d'autant plus important que la microstructure est fine. Dans ce cas, en effet, les dislocations doivent franchir un plus grand nombre d'obstacles ce qui est énergétiquement plus difficile.
La hiérarchisation des interfaces en regard de leur efficacité de blocage des dislocations n'est cependant pas simple. Il reste par exemple à comparer ce qui se passe au niveau d'interfaces entre lamelles α d'une même colonie, entre lamelles α de deux colonies au sein d'un même grain, lorsqu'elles sont juxtaposées ou entrelacées, entre colonies contiguës à un joint de grains β qui respectent ou non les relations de Burgers. Toutes sortes de configurations pour lesquelles les études manquent.

- **Morphologies** : Les nodules α_p, les colonies de lamelles α_{wgb} et les lamelles α_{wi} et α_s influencent directement les mécanismes de déformation par leurs tailles, leurs formes, les interfaces générées par leur enchevêtrement plus ou moins complexe. Plus précisément, l'ensemble de ces considérations joue sur le libre parcours moyen des dislocations au sein de la microstructure. Dans ce cadre, il est possible de définir la notion de « zone de cohérence » comme un espace au sein duquel l'ordre cristallin n'est pas assez perturbé pour enrayer la propagation des dislocations et suffisamment éloigné de toutes sources de contraintes intenses pouvant inhiber le mouvement des dislocations (interfaces, empilements de dislocations, …) [12, 43].
  Les nodules α_p, de relativement grande taille par rapport aux dislocations (quelques µm de diamètre) constituent de telles zones. Les processus de création de bandes de glissement s'y développent aisément pour à terme être souvent à l'origine de fissures [52, 53, 55]. Les grandes colonies de lamelles constituent elles aussi des configurations favorisant la mobilité des dislocations. Dans ces deux cas, ce comportement s'explique par la largeur de la « zone cohérente » qui permet aux dislocations d'apparaître puis de se propager. Les interfaces lointaines permettent à de multiples dislocations d'être générées et de former des bandes de glissement organisées qui se propageront jusqu'aux interfaces.
  Dans le cas des colonies de lamelles, bien que les interfaces α/β soient nombreuses, celles-ci opposent le plus souvent une faible résistance à la propagation des dislocations grâce notamment aux relations de Burgers. Dans ce cas la taille de la « zone de cohérence » est plutôt définie par la taille de la colonie.
  Dans le cas où une seconde population de fines lamelles α_s est présente entre les lamelles d'une même colonie (figure 13), le grand nombre d'obstacles permet alors de retarder, limiter, voire inhiber l'apparition de bandes de glissement dans les colonies (la résistance mécanique macroscopique de l'alliage s'en trouve généralement améliorée (chapitre 1.4.a)).

Au-delà de la taille des lamelles et du nombre d'interfaces associées, il convient également de considérer le rôle des orientations cristallographiques locales au moins de deux points de vue :

- Le premier concerne la transmission des glissements de la phase α à la phase β. Dans le cas d'un système basal, cette transmission sera aisée du fait des relations de Burgers. Par contre la transmission pourra être plus difficile ou retardée pour un système prismatique. La multiplicité des systèmes de glissement dans la phase β permet néanmoins d'envisager assez facilement un ou plusieurs systèmes favorables pour aider cette transmission.
- Le second concerne l'orientation cristallographique des lamelles entre deux colonies voisines. Si les systèmes de glissement potentiels, qu'ils soient prismatiques ou basals, sont coplanaires, les conditions de transmission seront à priori favorables (figure 23).

Ces différents aspects n'ont cependant pas été abordés systématiquement dans la littérature pour des populations de lamelles fines où des phénomènes de confinement de plasticité, d'interfaces proches, de fort enchevêtrement pourraient modifier les modes de propagation des dislocations.

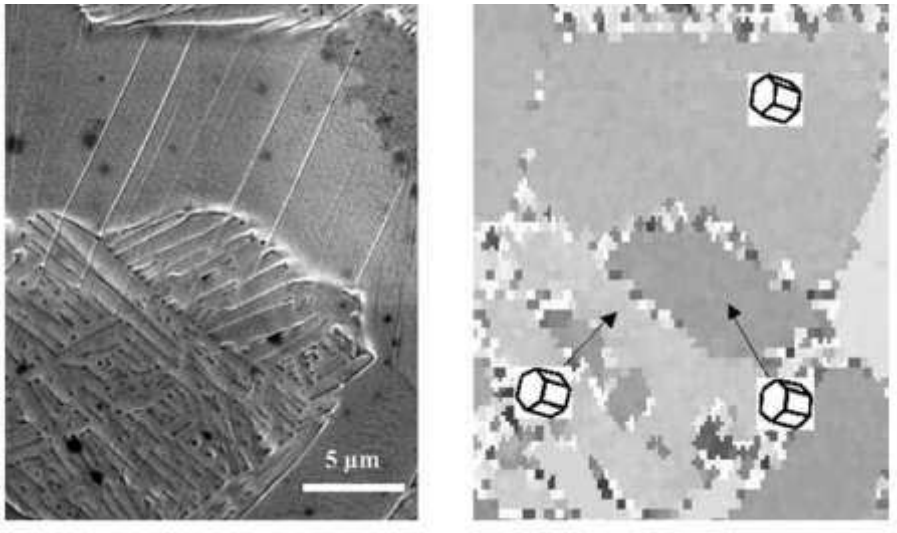


Figure 23 : Propagation de bandes de glissement dans le Ti64 depuis un nodule vers deux colonies lamellaires distinctes sur le plan morphologique, similaires sur le plan cristallographiques [52].

Les joints de grains constituent également des éléments microstructuraux à prendre en compte dans les analyses des processus de déformation, tout particulièrement lors de l'existence d'un liseré continue de phase α_{gb} au niveau même du joint. Ces configurations permettent parfois le développement aisé de plasticité au sein du liseré ou à l'interface entre ce liséré et la « matrice » ainsi qu'une propagation facile de toute amorce de fissure. La figure 24 illustre un cas de forte activité plastique se développant au niveau d'un joint de grains. L'existence de joints de grains sous la

forme de colliers de nodules réduit fortement les possibilités de propagation de bandes de glissement ou de fissures augmentant ainsi les propriétés mécaniques (ductilité et résistance à la fatigue) des alliages.

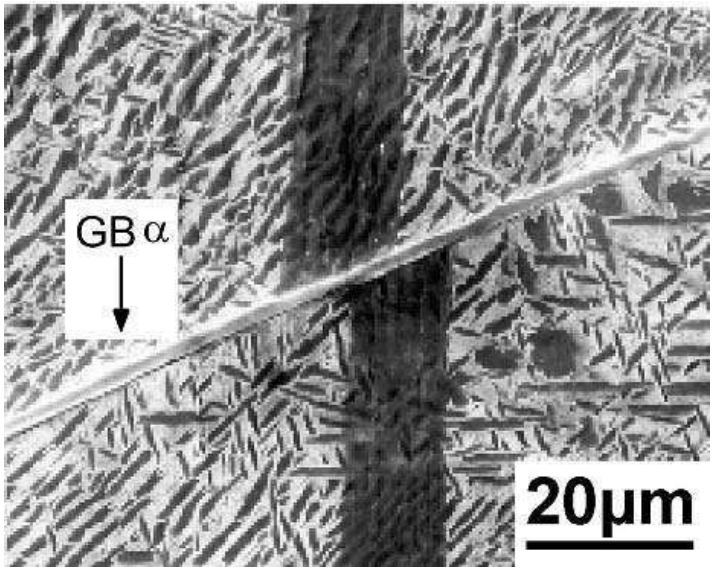


Figure 24 : Influence de la phase α_{gb} : forte déformation plastique au niveau d'un joint de grain dans le β-CEZ [12].

- **Cristallographie** : Comme nous venons de le décrire, la morphologie des phases est un élément d'influence important dans la mise en place de la déformation plastique. Les processus de plasticité dépendent également fortement de l'orientation cristallographique locale de la phase en présence. Deux nodules strictement identiques morphologiquement peuvent avoir un comportement bien différent en fonction de leur orientation (chapitre 1.5.b et chapitre 1.5.c).

  Comme cela a été précisé dans le paragraphe précédent, l'émission de dislocations, leur mouvement et la formation de bandes de glissement à lieu préférentiellement dans la phase α et plus particulièrement dans les nodules α_p et les larges colonies lamellaires. Il s'agit donc de considérer quelles sont les configurations cristallographiques locales qui favorisent tel ou tel système de glissement au regard de la direction de sollicitation mécanique appliquée.

  Pour ce faire, il est classique d'adopter une approche de type Schmid. Il s'agit alors de projeter la direction macroscopique de chargement mécanique appliqué à l'échantillon dans le plan de glissement et suivant la direction de glissement afin de déterminer la contrainte de cisaillement pour le plan considéré. C'est cette contrainte qui sera le moteur du mouvement des dislocations. La figure 25 illustre le principe de projection sur le plan de glissement. On obtient ainsi :

$$\tau_{CRSS} = \cos(\theta) \cdot \cos(\chi) \cdot \sigma = \mu \cdot \sigma$$

Équation 4: Contrainte de cisaillement critique résolue et facteur de Schmid.

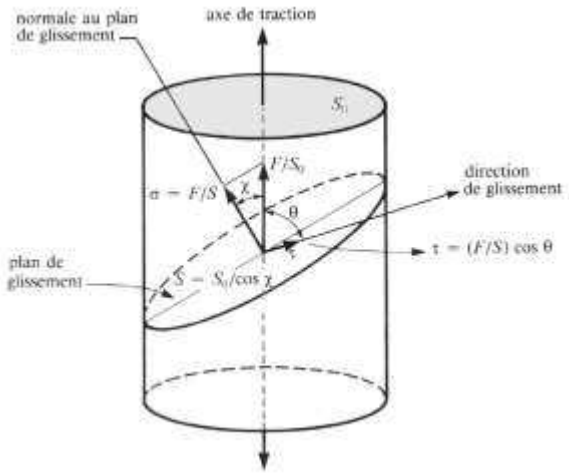


Figure 25 : Approche de Schmid pour l'analyse des systèmes de glissement.

On peut calculer le facteur μ, appelé facteur de Schmid pour chaque type de système de glissement (basal, prismatique, pyramidal). Plus sa valeur est élevée (elle est comprise entre 0 et 0,5) plus la contrainte projetée sur le plan sera importante et donc le mouvement des dislocations favorisé.
Des analyses statistiques sur l'activation de la déformation dans les alliages de titane [52] et d'autres alliages métalliques ont montré que cette approche est relativement bien adaptée si l'on considère le domaine de chargement pour lequel le matériau reste macroscopiquement élastique [63].

Pour que les mécanismes de déformation plastique puissent se mettre en place, il est nécessaire de conjuguer des morphologies spécifiques de phase α favorable du point de vue notamment de leur taille (nodules, lamelles grossières et/ou colonies de lamelles) et une orientation cristallographique conduisant à de forts facteurs de Schmid.

Une fois émises, les dislocations vont se propager en fonction de la microstructure rencontrée. Une orientation similaire entre deux éléments de microstructure favorise la propagation des bandes de glissement. C'est typiquement le cas illustré par la figure 22 entre un nodule et les colonies de lamelles voisines pour un échantillon de Ti-64 déformé en traction monotone.

e.Amorçage de fissures et premiers stades de propagation.

L'amorçage de fissures au sein d'un matériau sain peut reposer sur différents mécanismes dépendant de l'alliage, de la microstructure, de la configuration cristalline locale et également de la contrainte.

Lors de sollicitations cycliques de faible amplitude, l'amorçage de fissures a pour principal moteur la génération des bandes de glissement avec création en surface d'une certaine rugosité associée à l'émergence d'extrusions / intrusions. La fissure s'amorce alors le

plus souvent à l'interface entre la bande de glissement et la matrice moins déformée plastiquement. Dans le cas des alliages de titane, ces phénomènes apparaissent principalement dans les nodules de phase α ou les très larges lamelles.

Si l'on augmente le niveau de déformation que subit la pièce, d'autres mécanismes se mettent alors en place impliquant principalement les interfaces et les joints de grains. Pour l'alliage de titane TA6V, l'amorçage est par exemple constaté à la fois dans les nodules et au sein de la matrice transformée où la fissuration apparaît aux interfaces matrice/lamelles.

Certaines morphologies ont également une forte influence sur la fissuration et participent de la dégradation de la durée de vie des pièces. Les joints de grains, lorsqu'une précipitation continue de phase α_{gb} est présente, constituent un site bien identifié de fissuration préférentielle. Les colonies de lamelles de grande taille de type α_{wgb} forment également des configurations métallurgiques qui influencent fortement la durée de vie. La fissuration y est souvent plus facile du fait de la cohérence cristallographique étendue sur de larges zones, facilitant le développement des bandes de glissement et leur évolution en fissures.

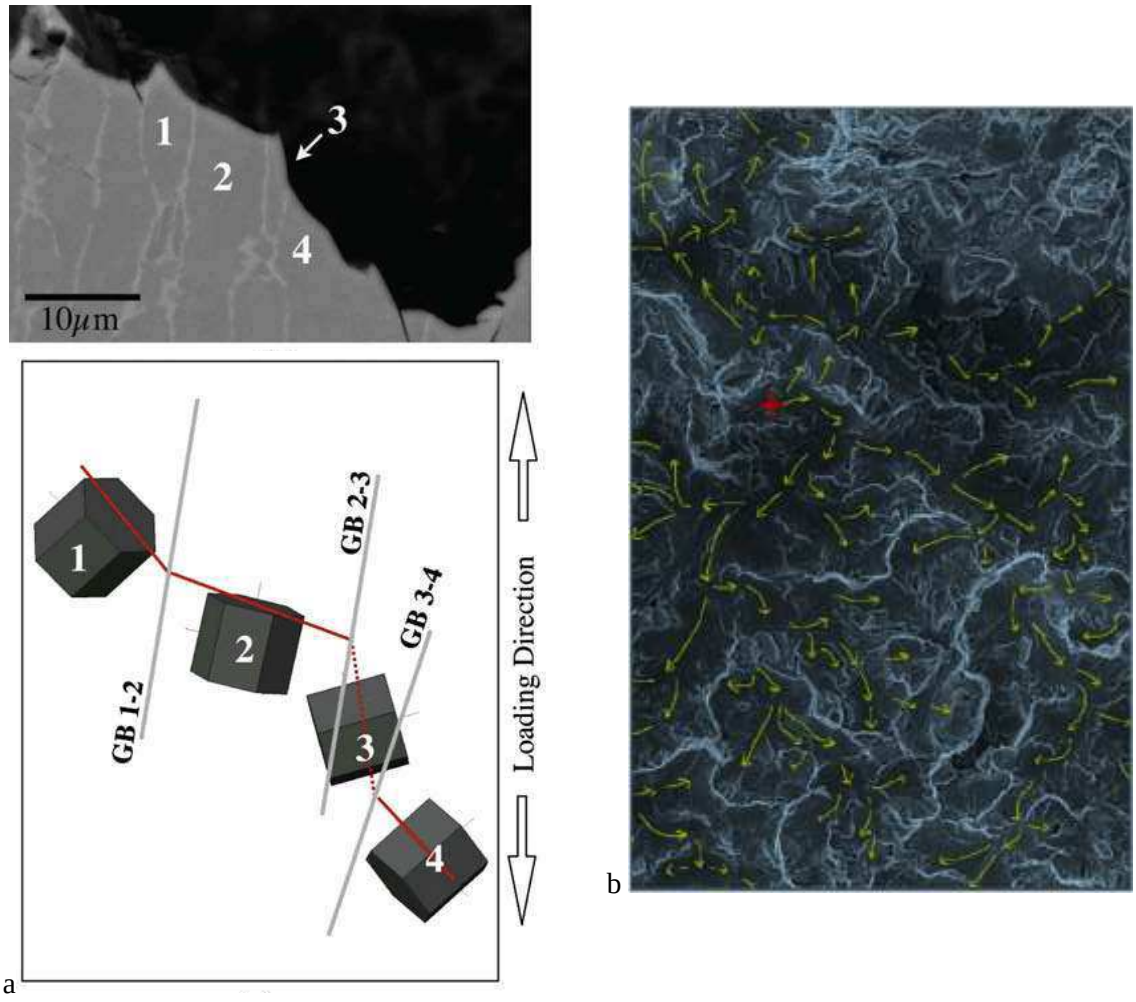


Figure 26 : influence du réseau cristallin sur le chemin de propagation de fissure (a) [64] et analyse du chemin de propagation sur faciès (b) [65].

La propagation des fissures est dictée, au moins dans une première phase avant que la mécanique linéaire de la rupture ne prenne le pas et ne gouverne la propagation de fissures longues, par les diverses configurations microstructurales rencontrées, l'orientation cristallographique comme l'activité de glissement jouant un rôle primordial. Cela a pu être confirmé par exemple par l'analyse du chemin de propagation de fissures pour l'alliage TA6V en regard de l'orientation cristallographique locale [66]. La figure 26 ci-dessus montre, sur une coupe longitudinale, la propagation d'une fissure de fatigue au travers de quatre grains voisins et sa progression dans les plans de base de chacun de ces grains. Ce type d'analyse a également été réalisé à partir de faciès de rupture en mettant en place une procédure de polissages successifs associée à chaque étape à des analyses EBSD. De manière générale, les plans de bases participent de façon importante au développement des processus d'endommagement que cela concerne la première phase d'amorçage et/ou les premiers stades de propagation. Cela n'exclue pas, selon les matériaux et les conditions de chargement, une contribution significative des autres systèmes de glissement aux processus d'endommagement.

Les diverses analyses des chemins de propagation des fissures montrent que l'on peut identifier des configurations d'agrégats qui favorisent la progression des fissures. De même, il est possible d'observer des effets de ralentissement, voire de blocage, de cette avancée en présence par exemple d'un grain « mal orienté » ou « bien orienté » selon le point de vue. La figure 27 illustre ce point sur le même alliage Ti64 [67].

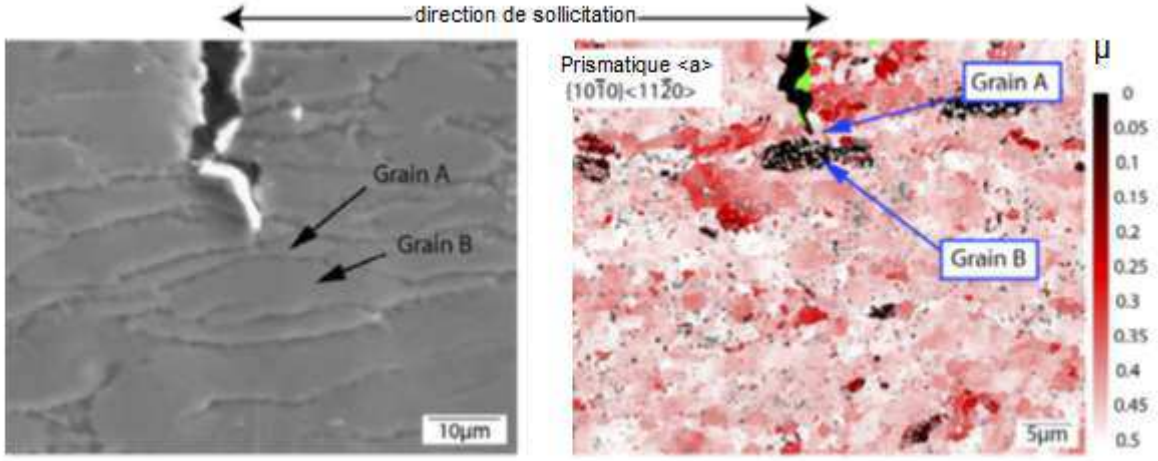


Figure 27 : Analyse de l'arrêt d'une fissure sur un grain défavorablement orienté [64].

L'analyse de plusieurs arrêts de ce type a permis par exemple de mettre en évidence que la fissure se propage dans des plans cristallins (basal ou prismatique) suivant une direction de glissement de type <a> (direction donnée par la structure HCP) au sein des différents grains traversés et est stoppée au niveau d'un joint de grains. Les conditions relatives à ces arrêts correspondent à chaque fois à des configurations d'orientation favorisant la direction de glissement <c+a> plutôt que <a>. L'activation de ce type de glissement nécessite cependant

une contrainte beaucoup plus forte expliquant l'arrêt au moins temporaire de la fissure. Des modèles sont proposés pour rendre compte de l'augmentation des contraintes locales par l'empilement de dislocations à l'interface entre deux grains jusqu'à atteindre le niveau suffisant pour permettre la transmission de la fissure [29, 37]

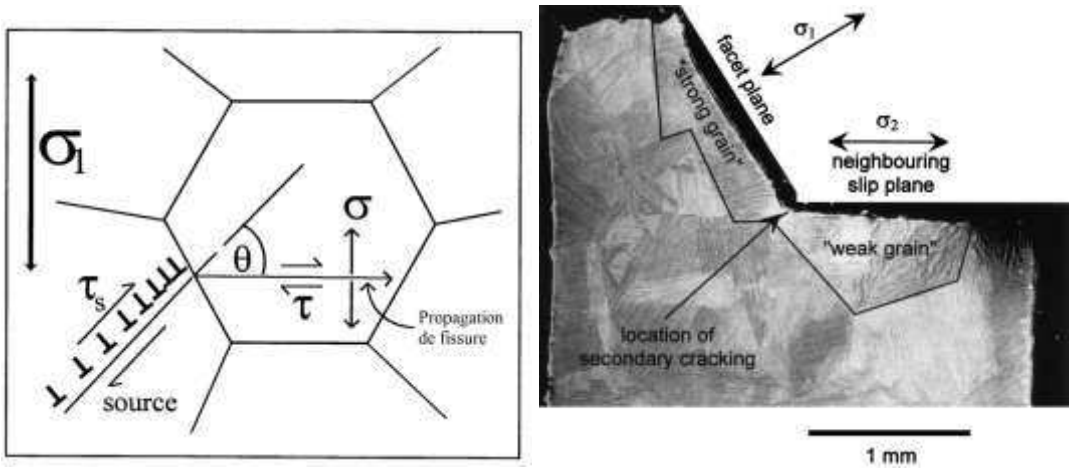


Figure 28 : Transmission d'une fissure entre deux grains défavorablement orientés.

La cristallographie comme la microstructure morphologique a donc un véritable impact sur l'amorçage et la propagation de fissures (conformément au modèle présenté dans le chapitre 1.4.b). Comprendre comment les mécanismes de déformation et les premiers stades d'endommagement interviennent en relation avec ces paramètres microstructuraux peut aider à ouvrir de nouvelles voies pour l'optimisation des matériaux.

Cependant, les pièces utilisées industriellement (pièces massives aux géométries complexes) intègrent bien d'autres caractéristiques liées à leur histoire thermomécanique. Il faut en particulier considérer des hétérogénéités microstructurales à plus grande échelle qui peuvent apparaître lors des multiples opérations de forgeage et qui influencent les propriétés mécaniques macroscopiques.

Ces aspects sont abordés dans le paragraphe 6 à suivre.

6.Hétérogénéités microstructurales et cristallographiques dans les alliages de titane.

La réalisation de pièces industrielles en titane pour les applications aéronautiques (structure ou énergie) implique la mise en œuvre de procédés thermomécaniques (forgeage, matriçage, …) qui auront inévitablement des conséquences directes sur la microstructure. La morphologie des grains (forme, taille, …), la texture cristallographique, les configurations tridimensionnelles des précipités et d'autres paramètres métallurgiques sont influencés par les procédés d'élaboration et de mise en forme de ces matériaux.

Les hétérogénéités dans la morphologie des phases influencent directement les propriétés mécaniques. Ainsi sur des alliages laminés ou forgés, la forme des grains équiaxes se trouvera modifiée et allongée dans la direction de laminage comme le montre l'exemple ci-dessous sur une barre forgée de TA6V (figure 29)[66].

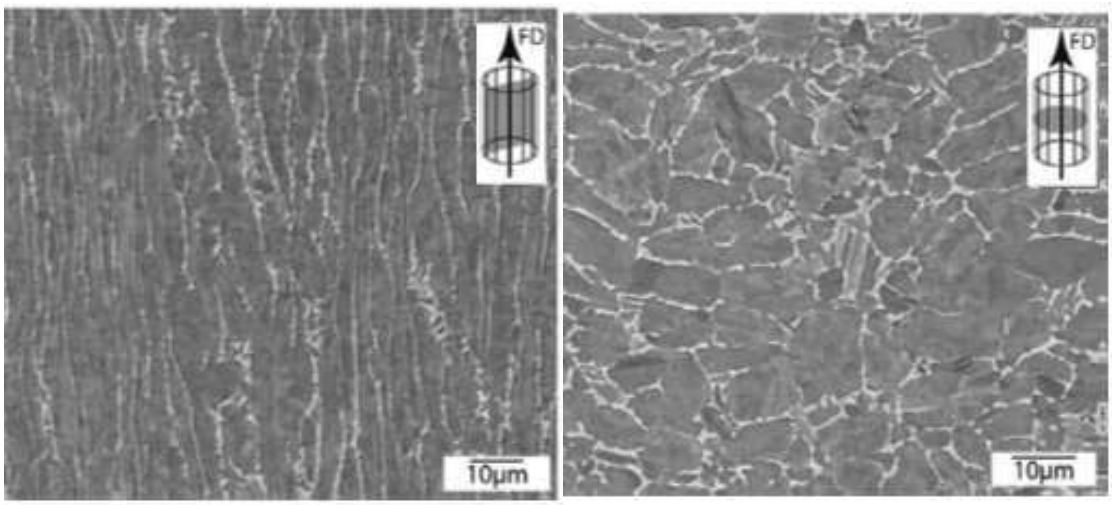


Figure 29 : hétérogénéité de morphologie selon le plan de coupe dans le cas d'un alliage Ti64 forgé [12].

Compte tenu de ce qui a été présenté dans le chapitre sur l'influence de la microstructure sur les modes de déformation, on peut comprendre que les propriétés mécaniques dans le sens de forgeage et le sens travers seront différentes. La figure 30 illustre un exemple d'essai mécanique pour une microstructure laminée dans une seule direction semblable à celle présentée ci-dessus. On observe un léger gain sur les propriétés mécaniques en traction monotone en cohérence avec l'influence d'une réduction de la taille de microstructure. La résistance à la fatigue est elle aussi affectée.

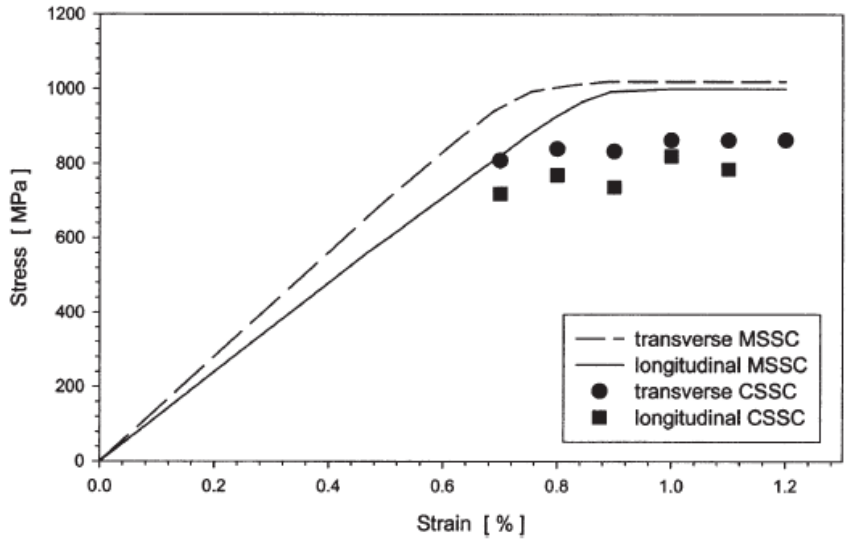


Figure 30 : Influence de la direction de sollicitation (transverse et longitudinale) sur les propriétés en traction simple (MSSC) et fatigue (CSSC) [68] pour une microstructure laminée unidirectionnellement.

Il faut également considérer les textures cristallographiques qui sont parfois très marquées et qui résultent également des trajets de traitements thermomécaniques. La figure 31 ci-dessous illustre comment ces textures dépendent du type de mise en forme considérée. Selon les textures engendrées, les propriétés mécaniques seront différentes en fonction des directions de chargement considérées. Au-delà de ces notions de textures morphologiques et cristallographiques il convient également de considérer les hétérogénéités de microstructures associées parfois à ces textures.

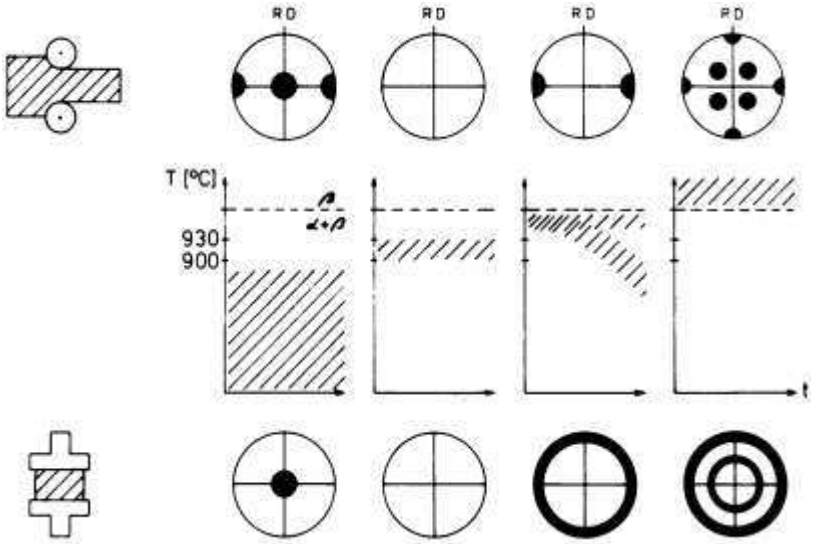


Figure 31 : Influence du procédé de mise en œuvre sur la texture cristallographique [12].

La notion de macrozone a de ce point de vue fait l'objet d'un certain nombre d'études ces dernières années pour divers alliages [53, 69, 70]. Les microstructures qui correspondent à ce qualificatif présentent des textures cristallographiques particulières qui sont notamment à l'origine de la dispersion de comportement mécaniques en fatigue [68, 71].

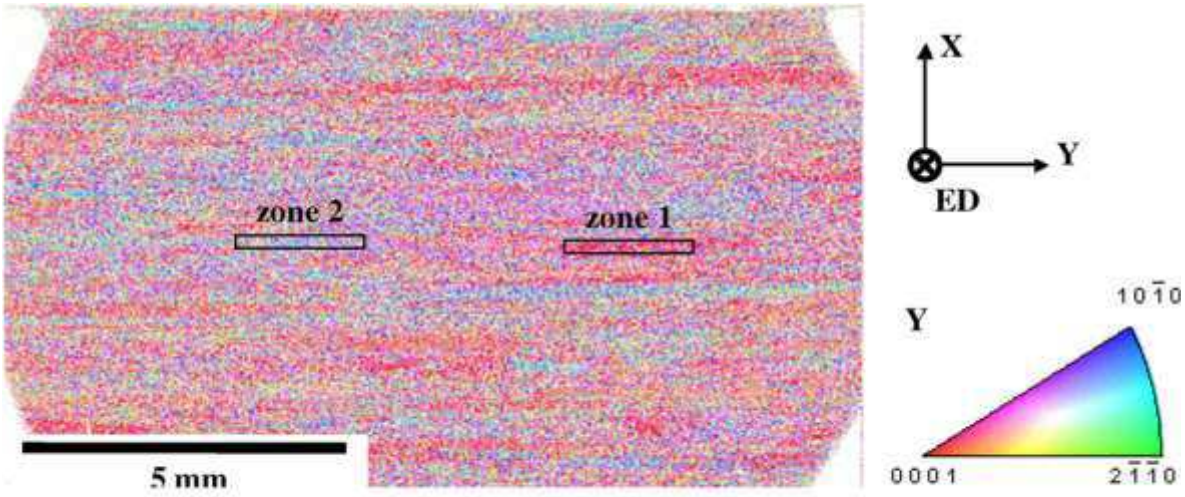


Figure 32 : Macrozone (en rouge) au sein d'un alliage de TA6V forgé [53].

La figure 32 ci-dessus montre une cartographie EBSD étendue réalisée sur une pièce forgée de TA6V. On peut s'apercevoir qu'une forte texture apparaît à l'échelle de zones millimétriques qui constituent ces « macrozones ». L'orientation de la phase α majoritaire au sein de ces volumes est de type (0001) suivant la direction Y. Les campagnes d'essai de fatigue dans cette direction ont montré un abaissement de la durée de vie qui a été associé au processus de déformation et d'amorçage qui interviennent plus tôt dans ces macrozones en raison de l'activité accrue du glissement basal [68].

Ces différentes hétérogénéités de la phase α dans les alliages α/β comme le TA6V sont des paramètres clés à considérer pour l'analyse du comportement mécanique et de la résistance à la fatigue des pièces industrielles. Des actions pour limiter ces hétérogénéités pourraient être engagées afin d'optimiser les microstructures.

Ces actions porteraient entre autres sur les textures de la phase β. Or dans le cas du Ti-64 ou de l'IMI834, les informations relatives à cette phase peu présente dans l'état final sont difficilement accessibles expérimentalement à grande échelle. Des calculs réalisés à partir des différents variants de la phase α présents et identifiés par EBSD permettent une évaluation de l'orientation de la phase β [69, 72] ce qui peut être très utile pour la compréhension des processus d'apparition de ces macrozones.

Pour les alliages β, de fortes hétérogénéités sont également constatées. La figure 33 présente par exemple un faciès de rupture avec de très grandes facettes qui peuvent apparaître soit en traction soit en fatigue. Leur origine est cependant rarement discutée.

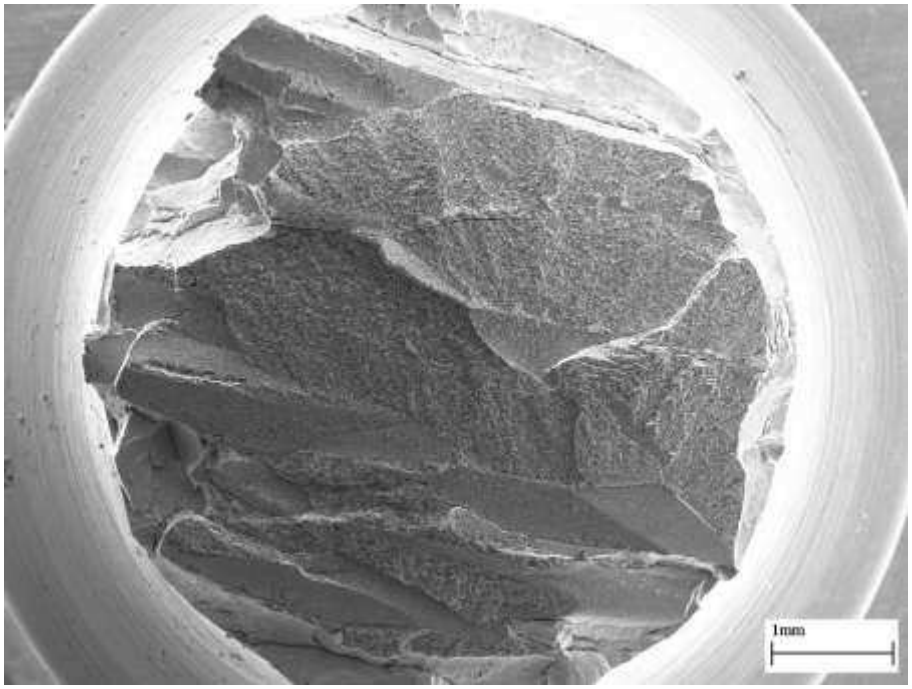


Figure 33 : facies de rupture d'une éprouvette en Ti-5553 (microstructure bimodale) [55].

7.Synthèse

Au travers de ce chapitre nous avons survolé les éléments qui confèrent aux alliages de titane des propriétés mécaniques si intéressantes. Comme pour la quasi-totalité des alliages métalliques utilisés dans le monde industriel d'aujourd'hui, c'est la compréhension des relations entre les traitements thermomécaniques appliqués, les microstructures métallurgiques obtenues et les propriétés mécaniques résultantes qui permet d'envisager le choix d'un alliage donné avec une microstructure adaptée aux sollicitations mécaniques envisagées. L'optimisation des microstructures passe également par cette compréhension.

Dans un premier temps, des éléments classiques de la métallurgie du titane ont été rappelés. Puis les spécificités associées aux alliages de titane β-métastable ont été présentées. Il est entre autres essentiel de rappeler qu'une fraction bien plus importante de phase β reste présente dans la microstructure finale à l'ambiante (de 20 à 40 %, voire plus). La manière dont les précipités de phase α se développent au sein des grains β a été détaillée. Leur distribution spatiale est généralement homogène.

Les relations entre les microstructures et les propriétés mécaniques ont été passées en revue. Les plus hautes caractéristiques mécaniques sont généralement atteintes par des microstructures lamellaires très fines et enchevêtrées. L'incorporation de nodules α_p dans de telles configurations permet d'augmenter sensiblement leur ductilité tout en conservant un haut niveau de résistance mécanique. Ce type de microstructure bimodale qui représente le meilleur compromis résistance mécanique / ductilité est souvent utilisé par les industriels.

Ces propriétés mécaniques macroscopiques tirent leurs origines des mécanismes élémentaires qui se développent à une échelle microscopique. C'est en effet, à l'échelle des dislocations puis des bandes de glissement que la plasticité se met en place. La résistance mécanique sera alors gouvernée par l'efficacité des différents obstacles (précipités, interfaces,…) à limiter voire empêcher le mouvement des dislocations.

Les mécanismes de déformation à ces échelles ont déjà fait l'objet d'études sur divers alliages, études développées autour de la microscopie électronique en transmission, outil de choix pour ce domaine.

Il a notamment été montré que les dislocations sont émises et s'organisent sous la forme de bandes de glissement préférentiellement dans la phase α_p. Cela s'explique notamment par le fait qu'un confinement très important des sources de dislocations au sein des structures très fines va inhiber les mouvements des dislocations, au moins pour des niveaux de déformation limités compatibles avec des applications de type fatigue. L'apparition des bandes de glissement est donc conditionnée par l'existence d'éléments microstructuraux assez grands (nodules ou colonies de lamelles). Ces dislocations se propagent ensuite jusqu'aux interfaces (colonies différentes, joints de grains,…). Par cumul de déformations localement et lorsque

les configurations locales ne favorisent pas le transfert des dislocations aux travers de ces différentes interfaces, des fissures peuvent alors se créer.

Les fissures courtes, comme les bandes de glissement, se propagent dans un premier temps en lien avec la cristallographie des grains contigus. Plusieurs obstacles ont alors été identifiés. Le principal paramètre, pouvant retarder l'avancée d'une fissure, est la rencontre d'interfaces entre deux éléments fortement désorientés sur le plan cristallographique. Par la suite, l'avancée de la fissure qui devient longue est régie par les lois de la mécanique linéaire de la rupture (dépendance à l'état de contrainte). La transition fissure courte / longue dépend de la taille des grains mais aussi des conditions de chargement mécanique.

On comprend alors que plus les éléments microstructuraux sont fins, plus les propriétés mécaniques seront élevées du fait du nombre d'interfaces. Cependant dans le même temps, la plasticité sera confinée ce qui se traduira par une chute de la ductilité. Le rôle de la microstructure fine sur le comportement en fatigue est également très important et il conditionne parfois le choix d'une configuration structurale pour des raisons de durée de vie par exemple.

Cependant, les processus de mise en forme industriels de ces matériaux sont sources d'autres facteurs qui jouent sur les propriétés mécaniques. En particulier la présence marquée de textures, qu'elles soient morphologiques et/ou cristallographiques au sein des pièces est à l'origine de variabilités de propriétés mécaniques. De larges zones où une orientation cristallographique prédomine sont à l'origine de comportements hétérogènes au sein des pièces et peuvent diminuer drastiquement la durée de vie par exemple en favorisant l'amorçage précoce de fissures mais également en facilitant leur propagation. Ces aspects qui ont fait l'objet d'études ces dernières années n'ont pas été abordés de façon aussi centrale pour les alliages de titane β-métastable.

C'est dans ce contexte scientifique et industriel que les travaux de recherches de PROMITI ont débuté. L'objectif des recherches menées au sein de l'Institut P' est de produire une analyse similaire sur les mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable utilisés par nos partenaires industriels : le Ti-5553, le Ti-17 et le Ti-10-2-3. Sachant que la microstructure de ces alliages conditionnera leurs performances en traction et en fatigue, il est important de décrire le plus complètement possible (morphologie et cristallographie) ces différentes microstructures en intégrant les différentes échelles.

Chapitre 2
Les matériaux

Chapitre 2 : Les matériaux

1.Introduction

Les alliages de titane qui seront au centre de notre étude appartiennent à la classe des alliages β-métastable. Ces nuances sont progressivement de plus en plus introduites dans le monde aéronautique, du fait de leurs très hautes caractéristiques mécaniques, supérieures à celles des alliages α/β plus classiques. Cette classe d'alliages n'est pas nouvelle pour autant.

Des nuances comme le VT-22 ou le β-CEZ faisant partie de la classe des alliages β ont été développés à la fin des années 1980. Ces dernières années, grâce à la meilleure maîtrise de certains moyens de production et à des investissements dans la recherche de nouveaux alliages et microstructures associées, une nouvelle génération de matériaux « hautes performances » a vu le jour provoquant un net regain d'intérêt des acteurs du monde aéronautique pour le titane.

Des propriétés mécaniques plus élevées (limite d'élasticité, contrainte à rupture), une ductilité acceptable, une bonne résistance en fatigue et des propriétés physiques (densité plus faible que les aciers, résistance naturelle à la corrosion et au feu,…) font que ces alliages sont prisés par les constructeurs aéronautiques pour la conception de pièces de structure et de pièces de moteur.

Parmi ces alliages, trois notamment sont actuellement utilisés dans le secteur aéronautique : le Ti-5553 et le Ti-10-2-3 en particulier pour la conception de composants de trains d'atterrissage et le Ti-17 pour des applications plus chaudes comme les disques compresseurs dans les moteurs. Ce sont ces alliages qui seront au centre de cette étude.

Les éléments bibliographiques repris dans le chapitre 1 montrent la forte dépendance des propriétés mécaniques aux microstructures complexes de ces alliages. Il est donc primordial de connaître précisément la microstructure des matériaux étudiés dans le cadre de ce travail, ce qui est l'objet de ce chapitre.

Différents moyens classiques de microscopie (optique, électronique) seront utilisés pour caractériser à différentes échelles les microstructures métallurgiques. L'usage de l'EBSD permet en outre d'intégrer les informations cristallographiques relatives aux phases en présence et ceci sur de grandes étendues. L'ensemble des données sera utilisé pour une description quantitative des microstructures intégrant les paramètres tels que taille et forme des grains et lamelles, taux de phase, relations interphases, …

Des échantillons dédiés aux observations de microstructure ont été préparés via des moyens conventionnels de polissage mécanique (papiers SiC de grade de plus en plus fin : du #320 au #4000) et d'étapes de finition (solutions de particules diamantées abrasives de 3 et 1 µm). L'étape finale qui a été appliquée pour les observations en Microscopie Electronique à Balayage (MEB) a le plus souvent été un polissage mécanochimique (solution commerciale Struers OPS et draps de polissage spécifiques).

Les échantillons dédiés aux analyses EBSD ont quant à eux été préparés par polissage mécanique traditionnel (du #320 au #2400) suivi d'un polissage électrolytique (utilisation d'un électrolyte commercial Struers A III). Cette méthode de préparation dégrade cependant significativement la qualité des images conventionnelles (microscopie optique et électronique), un dépôt se formant en surface. Ce dernier peut cependant être éliminé par attaque chimique (réactif de Kroll par exemple) permettant d'obtenir alors d'excellents clichés de diffraction électronique.

Quatre lots de matière ont été mis à notre disposition :

- Du Ti-5553 à l'état « forgé » fourni par Messier Bugatti Dowty.
- Du Ti-5553 à l'état « billette » fourni par Messier Bugatti Dowty.
- Du Ti-10-2-3 à l'état « forgé » fourni par Messier Bugatti Dowty.
- Du Ti-17 à l'état « billette » fourni par Snecma.

Au-delà de l'étude de ces états « industriels » et pour préciser l'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation, nous avons également développé des microstructures « modèles » par l'application de traitements thermiques spécifiques à partir de la matière fournie. Ces microstructures « simplifiées » visent à faciliter l'analyse des processus de déformation et d'endommagement en séparant les effets des différents constituants microstructuraux. Les conditions de traitement thermique pour les obtenir ont été choisies sur la base des informations transmises notamment par l'équipe de l'IJL de Nancy, partenaire de PROMITI [73].

Le paragraphe II qui suit présente les différents matériaux et leurs microstructures. Nous commencerons par les matériaux reçus dans leurs états industriels puis par les microstructures « modèles ».

2.Le Ti-5553 (Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr)

Le Ti-5553 est un alliage d'origine russe dérivé d'un ancien alliage de titane β-métastable : le VT-22 [1]. L'alliage VT-22 présente d'excellentes propriétés mécaniques mais des niveaux de ductilité très faible ne favorisant pas son utilisation industrielle [74, 75]. Une modification de la composition chimique du VT-22 (augmentation de la teneur en chrome) et

des évolutions dans les procédés d'élaboration ont permis de palier ces problèmes et ont abouti à la création du Ti-5553 fin des années 2000.

Les propriétés mécaniques élevées de cet alliage et une ductilité acceptable en font aujourd'hui un candidat de choix pour la réalisation de pièces de structures aéronautiques comme le Ti-10-2-3 (autre alliage β utilisé depuis les années 1990 notamment pour les trains d'atterrissage des Boeing 777). Il est actuellement utilisé par Messier Bugatti Dowty (constructeur de systèmes d'atterrissage) pour l'Airbus A350. Le Ti-5553 (Boeing 787) que nous avons reçu dans « l'état forgé » (état métallurgique sur la pièce réelle) et « l'état billette » (état de la matière avant forgeage) sera notre alliage de référence tout au long de cette étude. L'état forgé sera la microstructure de référence.

a.Ti-5553 forgé

Ce lot matière a été fourni par Messier Bugatti Dowty. La matière est issue d'une tige d'un train d'atterrissage. Sa composition chimique est donnée dans le tableau 10 ci-dessous :

	Al	Mo	V	Fe	Si	Zr	Cr
Ti-5553 forgé	5,00	5,23	5,21	0,36	0,009	0,001	2,71

Tableau 10 : Composition chimique ($\%_{massique}$) de l'alliage Ti-5553 à l'état forgé.

Cette matière est le résultat d'une multitude de « passes métallurgiques » (i.e. chauffage et déformation à chaud) dans le domaine α+β (gamme de température inférieure au transus-β).

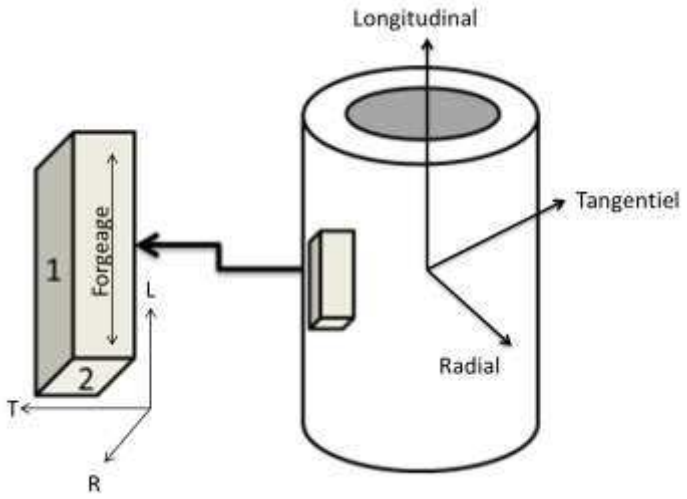


Figure 34 : Prélèvement des échantillons.

Un des objectifs de ce travail étant de comprendre les mécanismes de déformation et d'endommagement à différentes échelles, nous avons tout d'abord analysé la microstructure initiale avant toute sollicitation mécanique et ceci aux échelles macroscopiques et microscopiques. Pour ce faire nous avons tout d'abord préparé des échantillons massifs

(figure 34) et attaqué leur surface afin d'observer la microstructure des ex-grains β. Le réactif chimique employé est une solution de type Kroll (5% HF, 15% HNO_3, 80% H_2O) pour un temps d'exposition de quinze secondes environ.

Les observations de la microstructure de grains β ont été réalisées par microscopie optique en lumière polarisée afin d'accentuer les contrastes de grains à grains. Des clichés des ex-grains β sont montrés par la figure 35 ci-dessous :

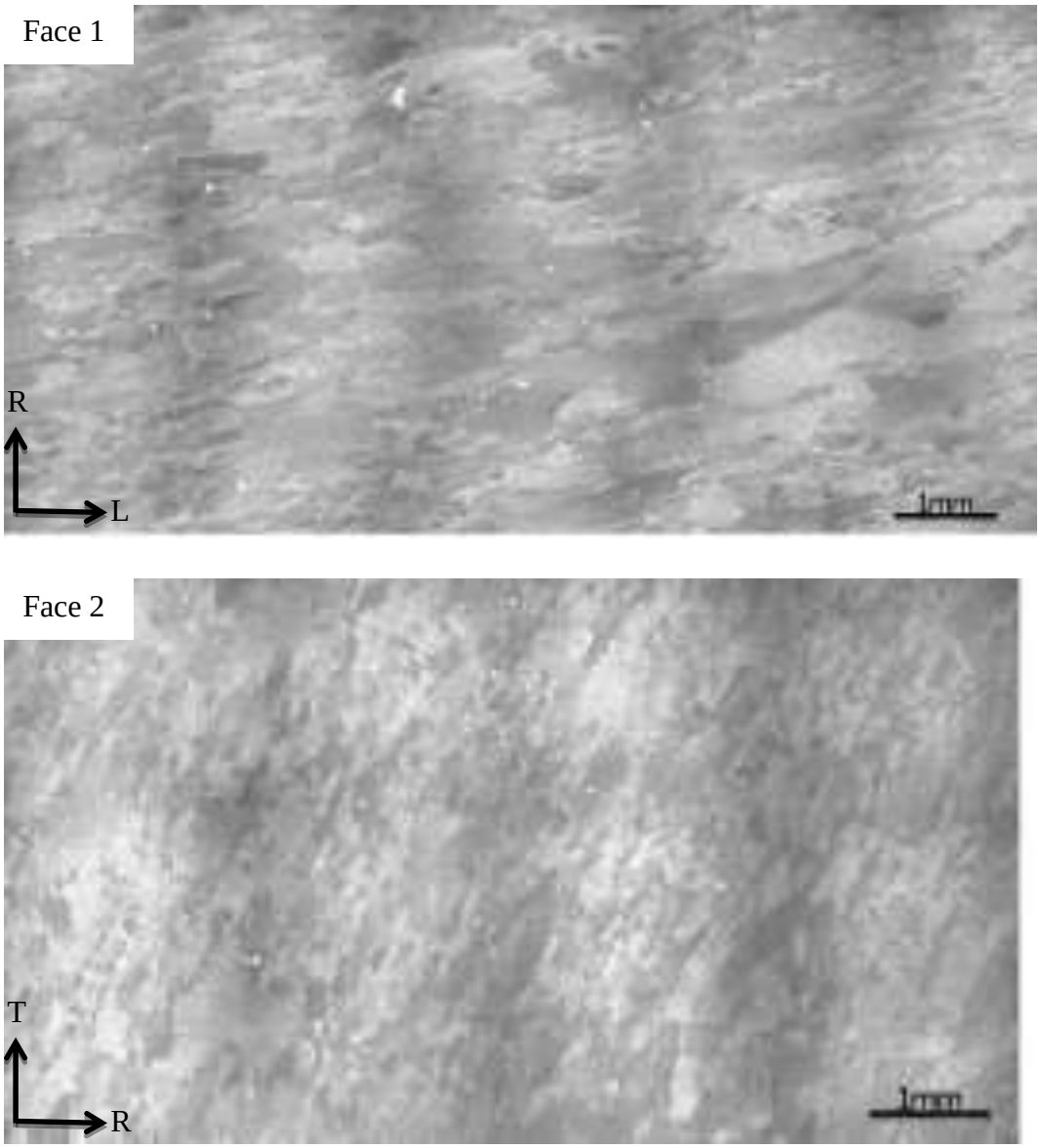


Figure 35: Microstructure des ex-grains β (Ti-5553 forgé) d'un échantillon massif attaqué (réactif de Kroll) observé par microscopie optique à lumière polarisée dans deux directions orthogonales.

Plusieurs éléments importants ressortent de ces observations :

- Le forgeage a modifié la morphologie des grains qui étaient quasi-équiaxes avant cette opération (état billette présenté dans le chapitre 2.2.b). Un fibrage est apparu principalement dans la direction L.
- La taille de grains diffère selon le plan d'observation comme le montrent les deux images (réalisées dans deux plans orthogonaux).
- Une certaine hétérogénéité de taille de grains doit également être soulignée en particulier dans le plan perpendiculaire à T où des grains de plus d'un millimètre de longueur (sens L) côtoient des zones de grains plus petits (quelque centaines de microns).

Des observations à une échelle plus fine ont été réalisées par MEB. La microstructure qui se développe aux joints de grains et au sein des ex-grains β se décompose de la façon suivante :

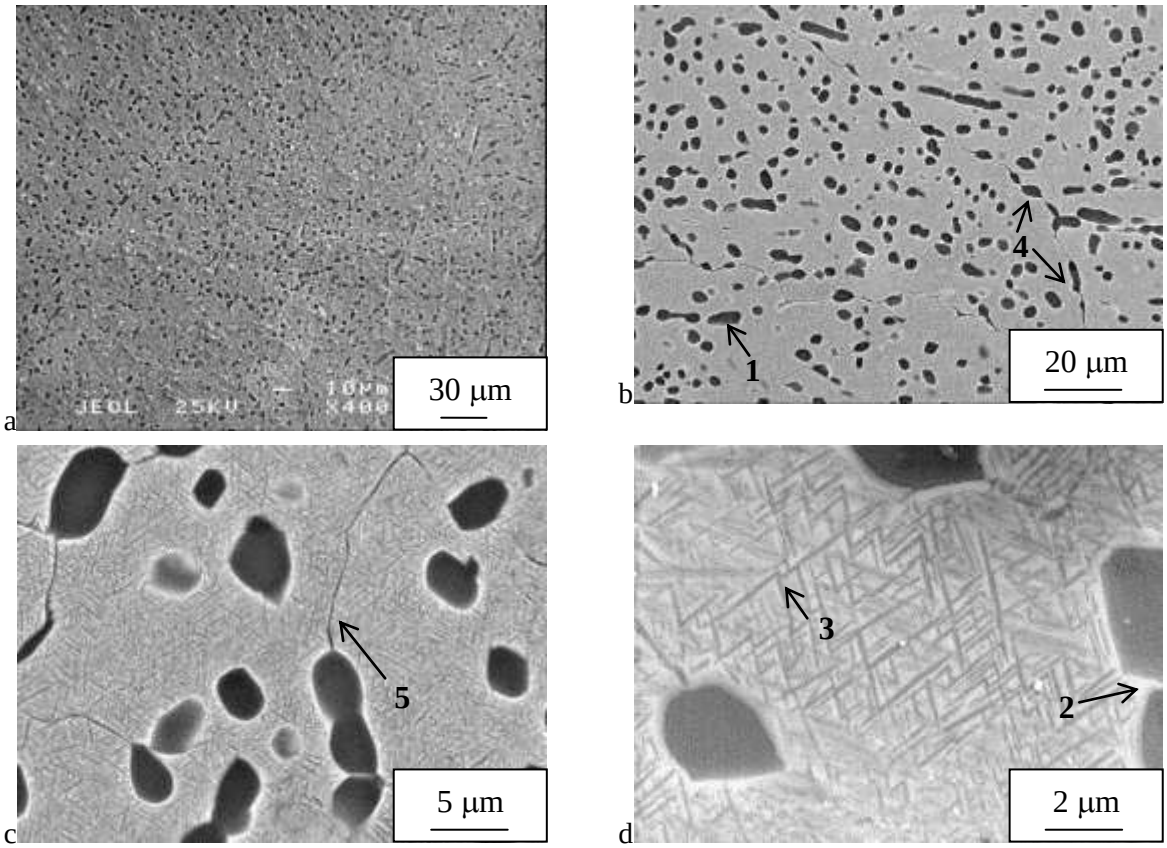


Figure 36 : Microstructure au sein des grains β et morphologie de la phase α à x400 (a), x1000 (b), x4000 (c) et x10000 (d)

- La phase α_p (1), présente sous forme de nodules plus ou moins équiaxes, est répartie de façon homogène au sein des grains β. La taille de ces nodules varie de 1 à 10 µm et leur fraction surfacique évaluée par analyse d'images et EBSD est d'environ 20%. Il est important de noter la présence d'une zone de déplétion (2) (zone où aucune précipitation n'est observée) d'épaisseur de l'ordre de 200 nm et continue autour de ces nodules. Ces

zones sont la conséquence d'un gradient de composition chimique créé lors de la précipitation des nodules. En effet, lorsque ces nodules apparaissent et croissent, l'alliage directement dans la zone périphérique des nodules se retrouve appauvri en éléments alphagènes (absorbés par le nodule créé) et riche en éléments bétagènes inhibant ainsi toute nouvelle germination de précipité α.

- La phase α_{wi} (3), précipitation de fines lamelles au sein de la phase β entre les nodules déjà présents. La longueur de ces lamelles peut atteindre 1 à 2 µm et leur largeur n'excède pas les 400 nm. Cette population de lamelles représente environ 40% en surface de l'ensemble de la microstructure.
- Aux joints de grains β, on constate l'existence d'un « collier » de nodules α_p (4). Ces nodules d'une taille similaire à ceux présents au sein des grains sont reliés entre eux par un fin liseré de phase α dont l'épaisseur est inférieure au micromètre.
- Une sous-structure de type « collier » nettement plus fines (5) que la précédente est également présente au sein des grains. Cette structure associée à la mise en forme du matériau est localisée au niveau de sous-joints de grains.

Le reste de l'alliage correspond à la phase β-métastable non transformée lors des diverses étapes de traitement thermomécanique. Cette matrice représente environ 40% de l'alliage.

Le tableau ci-dessous synthétise les données microstructurales issues des observations microscopiques (optique et MEB) et des analyses EBSD.

Morphologie	Taux de phase ($\%_{surfacique}$)	Dimensions caractéristiques
Ex-grains β	-	$\varnothing_{moyen} \approx 800$ µm
Matrice β	40%	-
Nodules α_p	20%	$\varnothing_{moyen} \approx 5$ µm
Lamelles α_{wi}	40%	Longueur ≈ 2 µm Largeur ≈ 300 nm

Tableau 11 : Quantification des éléments microstructuraux dans l'alliage de Ti-5553 forgé.

Des analyses cristallographiques ont également été menées grâce à l'utilisation de systèmes EBSD sur MEB conventionnel JEOL 6100 et MEB-FEG JEOL 7000F. La figure ci-après présente une sélection des cartographies réalisées à différentes échelles.

Le pas avec lequel chaque cartographie est réalisée détermine les éléments microstructuraux identifiables. La cartographie (a) ne peut décrire correctement la distribution des nodules α_p et ne détectera pas la phase α_{wi}. Elle permet par contre une bonne description des grains β. Les cartographies (b) et (c) réalisées avec un pas nettement plus fin permettent au contraire une analyse de la précipitation de la phase α_{wi}, tout au moins des plus grandes

lamelles. Ce type de cartographie reste par contre limité en taille pour des raisons évidentes de temps d'acquisition notamment. La fraction surfacique des éléments accessibles à partir de ces différentes cartographies permet une estimation des taux de phases en présence pour chacune des morphologies.

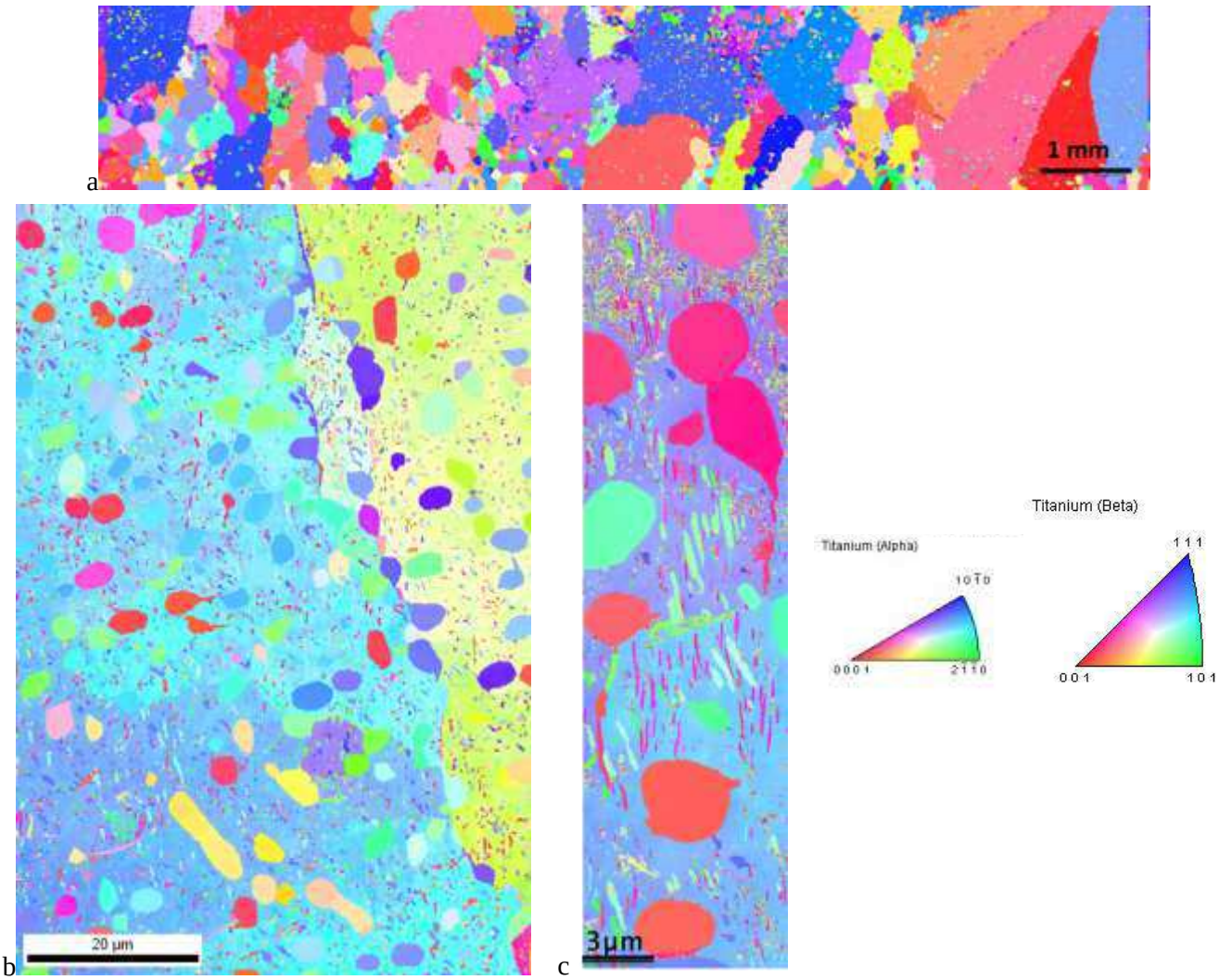


Figure 37: cartographies EBSD à différentes échelles sur Ti-5553 : à l'échelle des ex-grains β (a) (pas de 5 µm), à l'échelle des nodules α (b) (pas de 1 µm) et à l'échelle des lamelles α (c) (pas de 0,02 µm).

Différentes informations complémentaires ont pu être établies à partir de l'analyse détaillée de ce type de données (utilisation du logiciel de post traitement OIM-Analysis) :

- Hétérogénéité de taille des ex-grains β : comme le montre les figure 35 et figure 37.a, la taille des grains est extrêmement variable. Ceci a été constaté quelle que soit la direction de prélèvement de l'échantillon avec systématiquement l'existence de zones à petits grains séparant quelques gros grains. L'analyse EBSD permet d'établir les distributions de taille de grains comme présenté ci-dessous (données de la figure 37.a). La valeur moyenne de taille de grains qui est de 800 µm ne traduit clairement pas de façon satisfaisante la

présence de nombreux petits grains (entre 80 et 200 μm) et de quelques gros grains dont la taille est parfois millimétrique (ici plus 850 μm) voire multi-millimétrique.

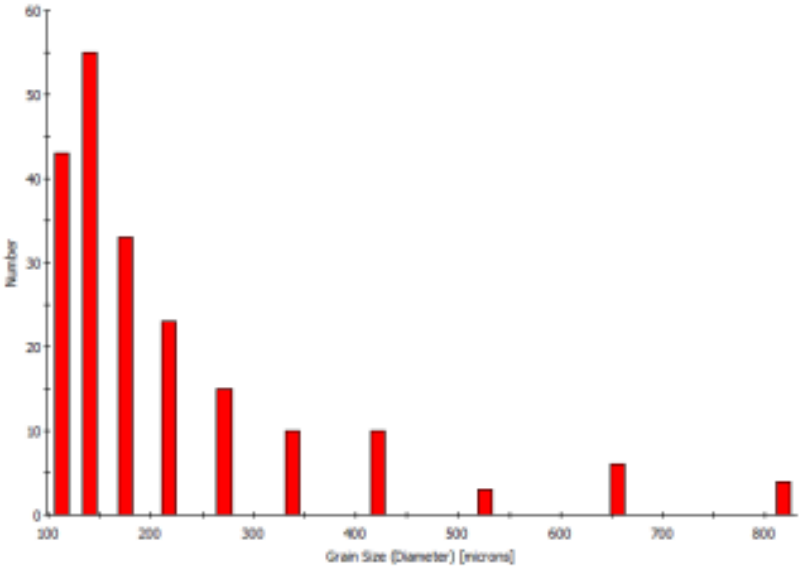


Figure 38 : distribution des tailles de grains de la cartographie EBSD.

- Existence de sous-grains : les cartographies réalisées avec un pas plus fin à l'échelle des grains permettent une bonne description de la morphologie de la phase α intraganulaire. En particulier les nodules α_p sont précisément cartographiés, l'imagerie des lamelles α_{wi} n'étant satisfaisante que pour les plus importantes d'entre elles (figure 37.b). Ce type de cartographie met en évidence l'existence d'une sous-structure. Plus précisément, aux sous-joints de grains mis en évidence lors de l'analyse d'images MEB correspond des sous-domaines cristallographiques au sein des grains. Ces domaines sont légèrement désorientés entre eux (rotation inférieure à 5° de la matrice β).
- Relations de Burgers : les données cristallographiques obtenues pour les deux phases sur une même zone permettent de tester le respect des relations de Burgers (équation 1) entre la matrice β et les nodules α_p mais également entre la matrice β et les lamelles α_{wi}. La figure 39 propose séparément les cartographies EBSD pour les deux phases β et α sur une zone correspondant à une partie de l'ensemble présenté par la figure 37.b. Les relations de Burgers sont respectées comme en attestent les figures de pôles $\{101\}_\beta$ et $\{0001\}_\alpha$ pour des lamelles et des nodules.
- Variants α : le respect des relations de Burgers, pour une orientation β donnée, limite les possibilités d'orientation de la phase α et ceci indépendamment de ses configurations morphologiques. Seules douze orientations cristallographiques différentes sont possibles pour un élément de phase α précipitant au sein d'un grain β. Chaque solution est appelée variant de phase α. Le tableau 12 récapitule les relations cristallographiques entre les deux phases pour ces douze variants. Les multiples analyses EBSD réalisées sur les matériaux

de l'étude n'ont jamais permis de révéler simultanément les douze variants. La coexistence de quatre à sept variants au sein d'un même grain β a généralement été constatée. Il est cependant possible d'identifier quels sont les variants qui ont été générés grâce aux informations EBSD.

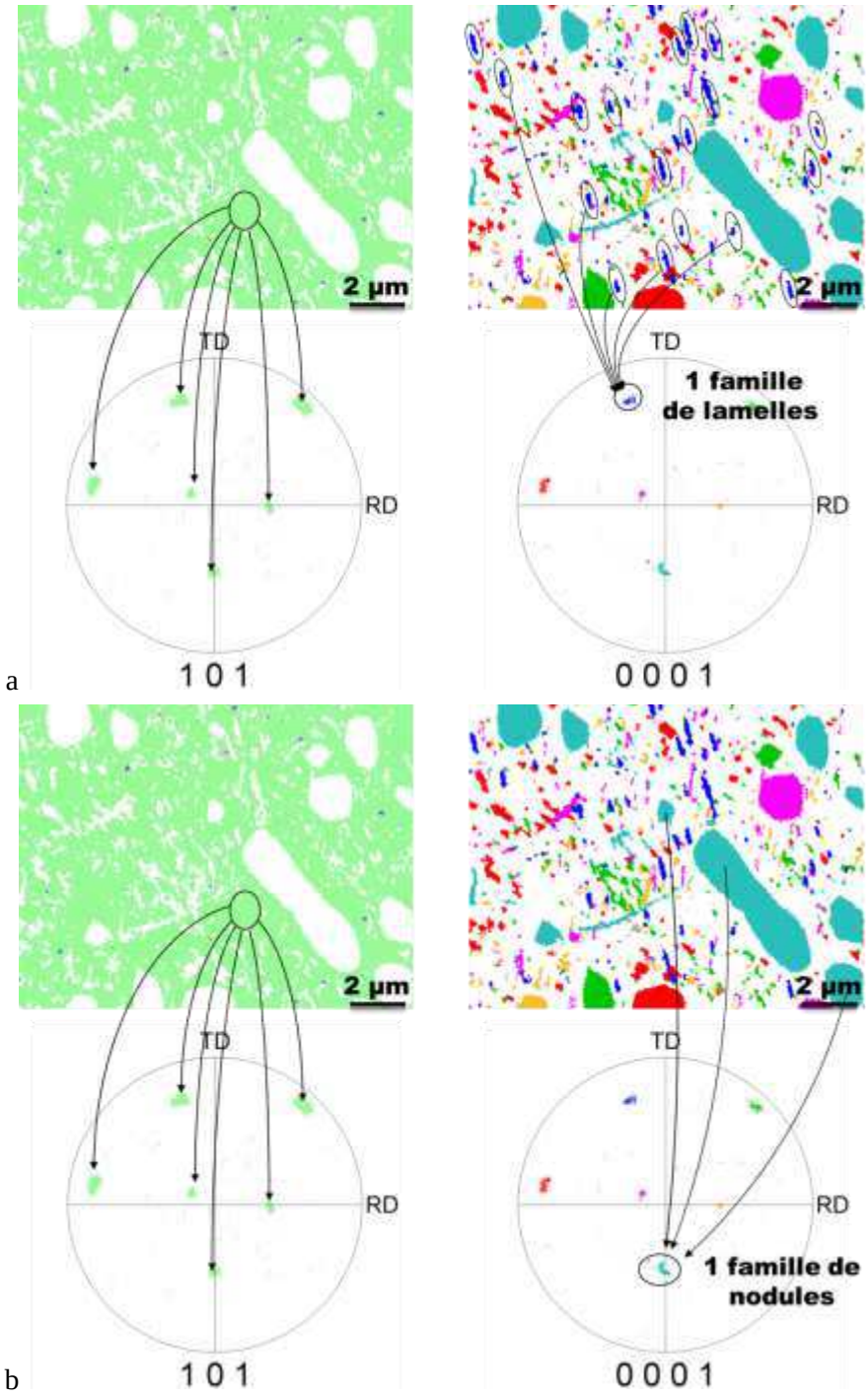


Figure 39 : Vérification des relations de Burgers (correspondance des plans $\{0001\}_\alpha$ et des plans $\{101\}_\beta$) entre la matrice β et la phase α, qu'elle soit sous la forme de nodule α_p ou de lamelles α_{wi}.

Variant α	Plan de glissement	Direction de glissement	φ_1	ϕ	φ_2
1	(110)//(0001)	$[1\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	-45°	-90°	-90°
2	(110)//(0001)	$[\bar{1}11]//[11\bar{2}0]$	-45°	90°	90°
3	$(1\bar{1}0)$//(0001)	$[\overline{11}1]//[11\bar{2}0]$	45°	90°	90°
4	$(1\bar{1}0)$//(0001)	[111]//$[11\bar{2}0]$	45°	-90°	-90°
5	(101)//(0001)	$[\overline{11}1]//[11\bar{2}0]$	90°	45°	90°
6	(101)//(0001)	$[\bar{1}11]//[11\bar{2}0]$	90°	-135°	-90°
7	$(\bar{1}01)$//(0001)	$[1\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	90°	135°	90°
8	$(\bar{1}01)$//(0001)	[111]//$[11\bar{2}0]$	90°	-45°	-90°
9	(011)//(0001)	$[1\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	0°	45°	-90°
10	(011)//(0001)	$[\overline{11}1]//[11\bar{2}0]$	0°	-135°	90°
11	$(0\bar{1}1)$//(0001)	[111]//$[11\bar{2}0]$	0°	135°	-90°
12	$(0\bar{1}1)$//(0001)	$[\bar{1}11]//[11\bar{2}0]$	0°	-45°	90°

Tableau 12 : Variants α et relations de Burgers. Correspondances entre les plans et direction cristallographiques. Angles de rotations permettant de passer d'un système d'axes cristallins à l'autre.

Nous sommes donc face à un matériau complexe présentant plusieurs échelles caractéristiques : les ex-grains β, les nodules α_p et les lamelles α_{wi}.

- Les ex-grains β : la microstructure des grains est très hétérogène. Des grappes de petits grains (∅ < 200 μm) côtoient quelques gros grains beaucoup plus gros (∅ ≈ 1 mm). Sur la base des cartographies EBSD réalisées sur un échantillon de taille réduite présentant 205 grains β, les figures des pôles {001}, {110} et {112} ont été calculées. Ces figures ne permettent pas de dégager clairement une texture. Une approche plus statistique intégrant plusieurs milliers de grains β serait nécessaire pour conclure sur ce point Cependant, l'analyse de la répartition des orientations cristallines selon les directions macroscopiques permet de constater que certaines orientations se retrouvent préférentiellement alignées dans une direction macroscopique. La figure 40 ci-dessous correspond à la figure de pôles inverse complète dans la direction Y macroscopique correspondant à la direction longitudinal de la tranche. Cette figure tend à montrer une plus forte proportion des directions [001] et [111] selon la direction macroscopique longitudinale. L'indice de texture de 2,2 reste cependant faible.

  De plus, au sein des grains β, une sous-structure s'est développée. Des sous-domaines faiblement désorientés entre eux et délimités par des sous-joints de grains partitionnent l'ex-grain β.

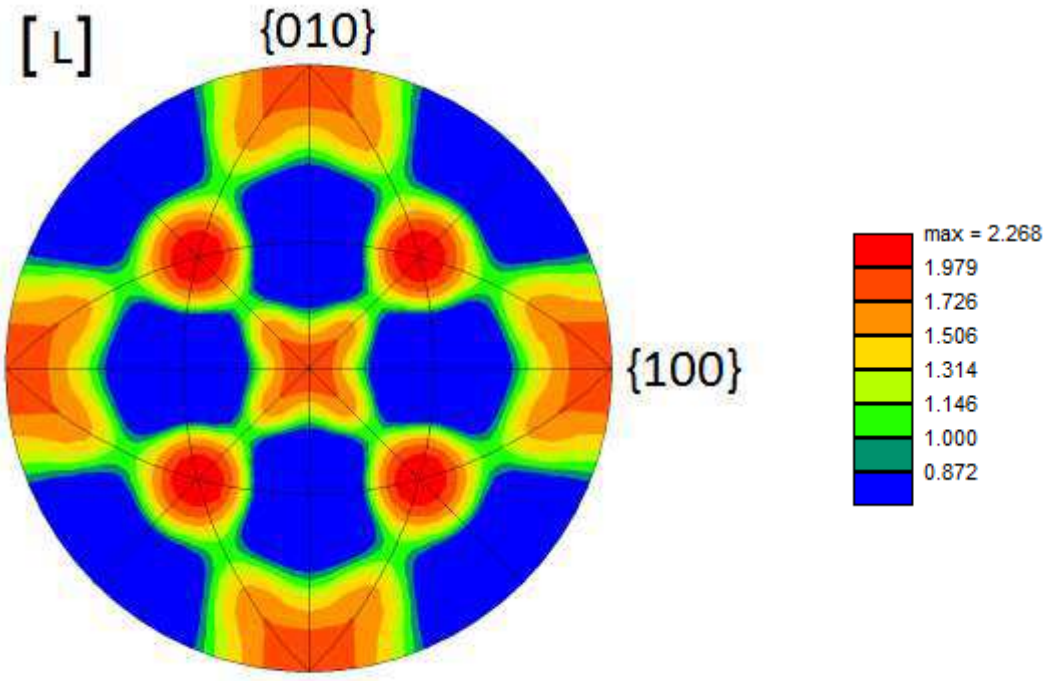


Figure 40 : répartition des orientations cristallographiques de la phase β en fonction de la direction macroscopique longitudinale (données cristallographique de la figure 37.a).

- Les nodules α_p : au sein des grains β, la microstructure est homogène et constituée des nodules α_p et de la matrice β-transformée (détaillée dans le point suivant). Les nodules α_p entourés d'une zone de déplétion sont d'une taille micrométrique et sont en relation de Burgers avec la matrice. Des observations plus fines réalisées en Microscopie Electronique en Transmission (MET) par N. Escalé (CEMES – Toulouse) montrent également l'existence d'un important écrouissage au sein des nodules α_p [62]. Cet écrouissage se traduit par la présence d'une très forte densité de dislocations ou de débris de dislocations localisés en périphérie des nodules sur une épaisseur d'environ 200 nm (figure 41).

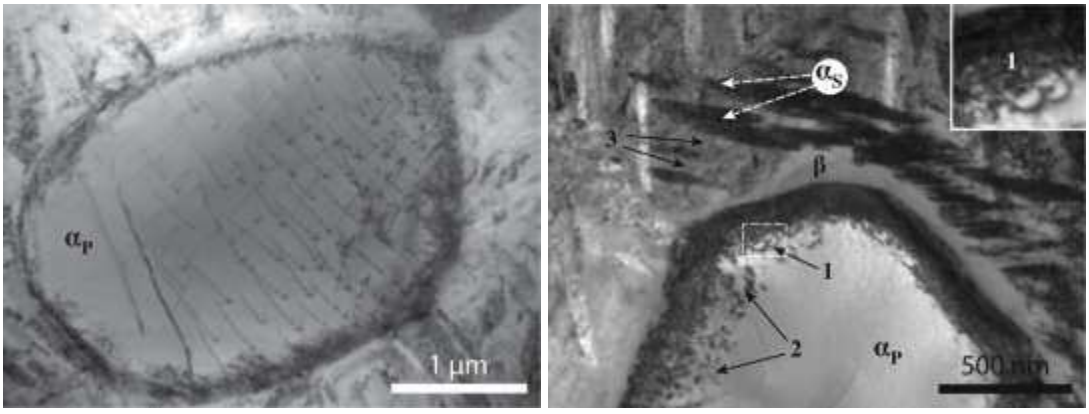


Figure 41 : Images MET des interfaces de nodules α (N. Escalé – CEMES - Toulouse).

- La matrice β-transformée : Elle est constituée de la phase β-métastable et de fines lamelles α_{wi}, dont l'épaisseur ne dépasse pas 100 à 200 nm. Ces dernières sont elles aussi en relation de Burgers avec la matrice. De plus, les moyens d'imagerie et d'analyse MET (conventionnelle et haute résolution) permettent une description plus fine de ces lamelles (figure 42). N. Escalé a notamment montré qu'elles présentent une sous-structure lamellaire très fine dont il a déterminé les relations d'orientation avec les lamelles α_{wi}.

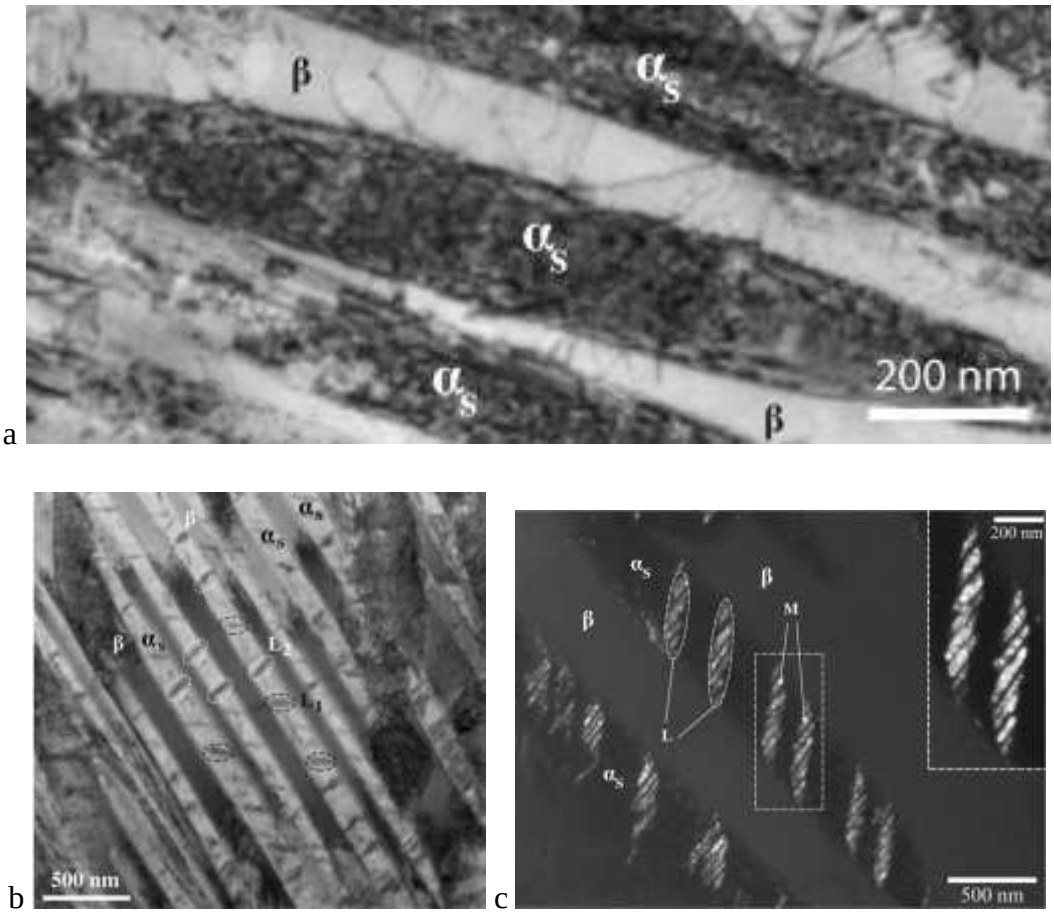


Figure 42 : Observations MET des lamelles de la matrice β-transformée (N.Escalé – CEMES - Toulouse) : dislocations confinées au sein des lamelles α_{wi} (a) et sous-structures au sein des lamelles (b) et (c).

Ces différentes échelles seront considérées dans la suite de l'étude pour analyser les mécanismes de déformation et d'endommagement et faire le lien avec les propriétés mécaniques macroscopiques.

Cette microstructure bimodale (matrice lamellaire et nodules) qui est celle utilisée aujourd'hui industriellement par Messier Bugatti Dowty a été obtenue à la suite de multiples étapes de déformation à chaud et de revenus (figure 10) à partir d'une billette. L'état métallurgique « billette » avant forgeage est présenté dans le paragraphe suivant.

b.Ti-5553 billette

Ce lot matière a également été fourni par Messier Bugatti Dowty. Il a été élaboré et mis en forme par VSMPO. Ce demi-produit est également soumis à des opérations thermomécaniques pour transformer le lingot de titane initial en billette. Pour cela, le lingot de départ subit des « passes » successives de déformation à chaud dans le domaine β et α+β (données confidentielles). La composition chimique de l'alliage de l'étude est donnée ci-dessous :

	Al	**Mo**	**V**	**Fe**	**Si**	**Zr**	**Cr**
Ti-5553 billette	4,95	5,16	5,16	0,36	0,035	0,001	2,72

Tableau 13 : Composition chimique ($\%_{massique}$) de l'alliage Ti-5553 « billette ».

De faibles écarts de composition sont notés entre les deux lots matière (forgé/billette). Ils restent cependant minimes. Ces deux lots matières proviennent en fait du même lingot de départ mais ils ont été prélevés à deux endroits différents sur la longueur du lingot.

Des analyses similaires à celles effectuées sur le Ti-5553 forgé ont été réalisées sur cet état. La Figure 43 ci-dessous montre la microstructure intragranulaire. On peut y reconnaitre une microstructure de type bimodal avec la présence de nodules α_p et d'une matrice β-transformée (matrice β et lamelles α_{wi} très fines).

Si les nodules sont d'une taille similaire à ceux présents dans l'état forgé, les lamelles dans la matrice sont quant à elles plus fines. Le tableau ci-dessous indique les tailles moyennes des différents constituants morphologiques.

Morphologie	Taux de phase	Dimensions caractéristiques (billette)	Dimensions caractéristiques (forgé)
Matrice β	40%	-	-
Nodules α_p	20%	$\varnothing_{moyen} \approx$ **5** µm	$\varnothing_{moyen} \approx 5$ µm
Lamelles α_{wi}	40%	Longueur ≈ **1** µm Largeur ≈ **150** nm	Longueur ≈ 2 µm Largeur ≈ 300 nm

Tableau 14 : Quantification des éléments microstructuraux dans l'alliage de Ti-5553 billette et forgé.

Les analyses cristallographiques EBSD confirment le respect des relations de Burgers entre la matrice et les nodules, d'une part, et la matrice et les lamelles, d'autre part.

Il faut cependant, une nouvelle fois, souligner que la taille de nos échantillons reste limitée par rapport aux dimensions de la billette et que par conséquent des données statistiques fiables sur la taille et la forme des grains β nécessiteraient une étude spécifique à conduire à très grande échelle.

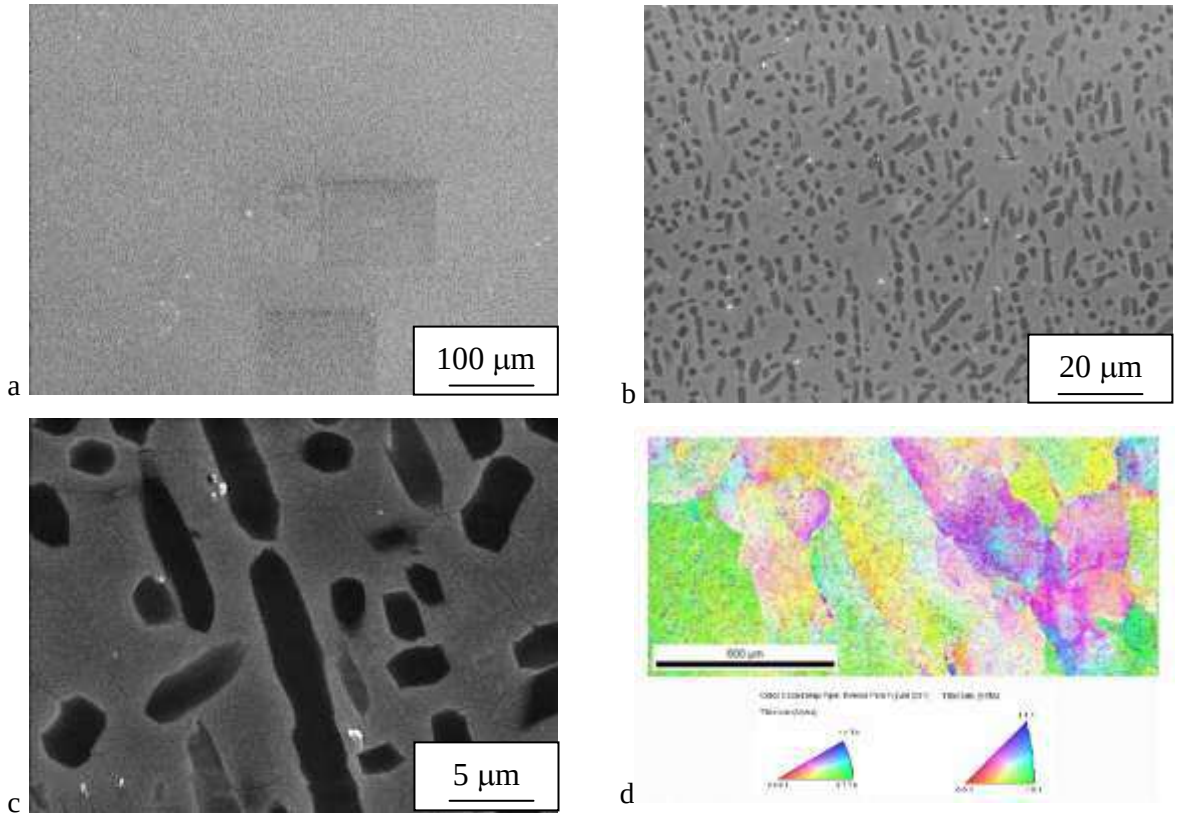


Figure 43 : Images MEB du Ti-5553 billette à différents grossissement (a (x200), b(x100) et c (x5000)) et cartographie EBSD (d).

L'état billette est donc assez similaire à l'état forgé. On y retrouve une structure bimodale (nodules α_p et lamelles α_{wi}) au sein de grains β (moins déformés). Les différences essentielles ne portent que sur la taille des lamelles α_{wi} (plus fines pour l'état billette).

3.Ti-17 billette

Le Ti-17 (ou Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) est un alliage plus ancien utilisé actuellement par différents motoristes pour la conception de pièces de moteurs (disques des compresseurs basses pressions et premiers étages de compresseurs haute pression). Une faible densité, une bonne résistance à la corrosion et ses bonnes propriétés mécaniques (en particulier sa résistance à la fatigue) expliquent ce choix de matériau. Plusieurs études ont déjà été publiées sur ce matériau en particulier en ce qui concerne les microstructures métallurgiques obtenues en fonction des traitements thermiques et thermomécaniques considérés [33, 35].

Le matériau Ti-17 a été fourni par Snecma dans son état billette. Cet état est obtenu par déformation à haute température dans le domaine α+β d'un lingot. La composition chimique est détaillée dans le tableau ci-dessous :

	Al	Mo	Zr	Sn	Cr	O	C	Fe
Ti-17 billette	5,10	3,99	2,10	2,00	3,94	0,1140	0,108	0,04

Tableau 15 : Composition chimique ($\%_{massique}$) de l'alliage Ti-17 billette.

Comme pour le Ti-5553, une analyse de la microstructure métallurgique a été réalisée (MEB et EBSD). La microstructure, présentée par la figure 44, est entièrement lamellaire. Les lamelles sont cependant nettement moins fines et plus longues que celles observées dans la matrice β-transformée du Ti-5553. Le tableau 16 présente les principales caractéristiques microstructurales en comparaison du Ti5553. Les analyses cristallographiques confirment le respect des relations de burgers entre les lamelles et la matrice et permettent de quantifier les taux de phase en présence (données présentées dans le tableau ci-dessous). Elles révèlent également que seul un nombre limité de variants apparaît au sein d'un même grains β.

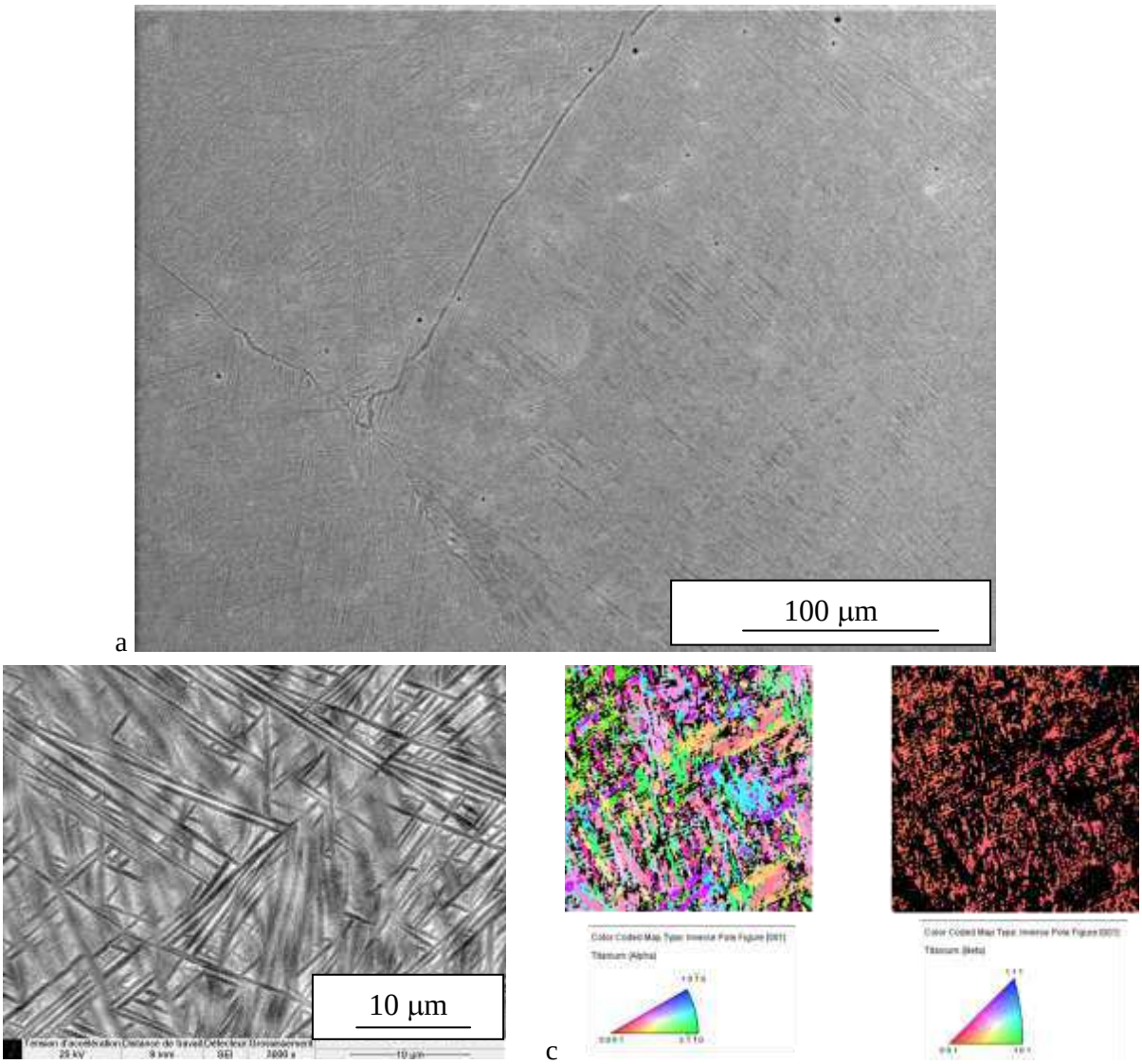


Figure 44 : Microstructure du Ti-17 billette : images MEB (a – joints de grains et précipitation intragranulaire (x300), b – lamelles α_{wi} (x3000)) et analyse EBSD des lamelles.

Des analyses cristallographiques conduites à plus grande échelle (sur le fût d'éprouvettes de micro-traction) ont permis d'évaluer la taille des grains β. Un exemple de cartographie est présenté par la figure 45. On retrouve la présence d'un léger gradient de couleur traduisant une faible désorientation locale au sein des grains. A l'image de ce qui a été montré pour la microstructure « billette » du Ti-5553, ce phénomène n'est pas accompagné

par la présence de sous-joints. La taille des grains β varie de façon significative de 250 µm à 1,3 mm. La distribution spatiale des gros grains et des plus petits est cependant relativement homogène. Ces cartographies ne fournissent cependant que des informations bidimensionnelles de la structure de l'alliage.

Morphologie	Taux de phase	Dimensions caractéristiques (Ti-17)	Dimensions caractéristiques (Ti-5553)
Ex-grains β	-	$\varnothing_{moyen} \approx$ **700** µm	$\varnothing_{moyen} \approx$ 800 µm
Matrice β	≈ 30%	-	-
Lamelles α_{wi}	≈ 70%	Longueur ≈ **5** à **50** µm Largeur ≈ **1** µm	Longueur ≈ 1 à 2 µm Largeur ≈ 150 à 300 nm

Tableau 16 : quantification des éléments microstructuraux du Ti-17 billette.

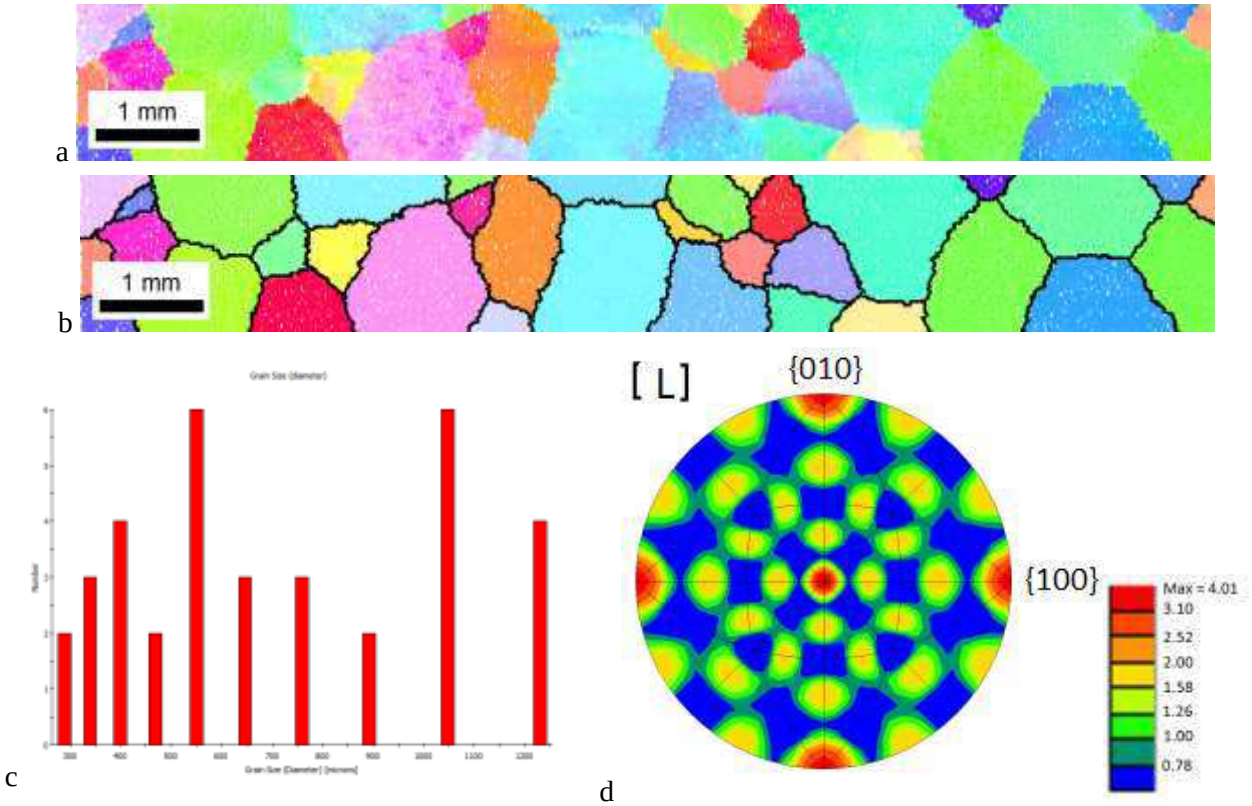


Figure 45 : Analyse EBSD sur Ti-17 billette : cartographies EBSD (a – cartographie originale et b – Cartographie des orientations moyennes à 3° près et joints de grains), distribution des tailles de grains (c) et analyse de texture (d).

L'analyse de texture effectuée sur la zone présentée par la figure 45 ne porte que sur 35 grains. A partir de cette base de données restreinte, une tendance à une texture de type <001> suivant la direction macroscopique longitudinale est constatée. Cependant, une telle information n'est encore une fois pas transposable assurément à l'échelle de la billette industrielle, des analyses sur des zones très étendues étant nécessaires pour aborder ces aspects sur un plan quantitatif.

Ce matériau est donc très homogène dans sa microstructure fine de précipitation, mais aussi sur le plan de la structure granulaire. Les grains β de grande taille sont en effet distribués de manière homogène contrairement au Ti5553 étudié pour lequel on constate un agencement complexe de gros et petits grains.

4.Ti-10-2-3 forgé

Le Ti-10-2-3 est le troisième et dernier matériau de l'étude. Il a été introduit dans le cadre de ce projet pour servir de point de comparaison au Ti-5553. Un lot de matière forgée a été fourni par Messier Bugatti Dowty. Sa composition chimique est donnée dans le tableau ci-dessous :

	V	Al	Fe	O	C
Ti-10-2-3 forgé	9,75	3,05	2,04	0,1090	0,0088

Tableau 17 : Composition chimique (% massique) du Ti-10-2-3 forgé.

La microstructure intragranulaire du Ti-10-2-3 a été observée par microscopie électronique (voir figure 46). Elle est très semblable à celle du Ti-5553. On retrouve une microstructure bimodale constituée de nodules de phase α de quelques micromètres de diamètre et une phase β-transformée formée de fines lamelles de phase α. Ces lamelles et nodules sont en relation de Burgers avec la phase β.

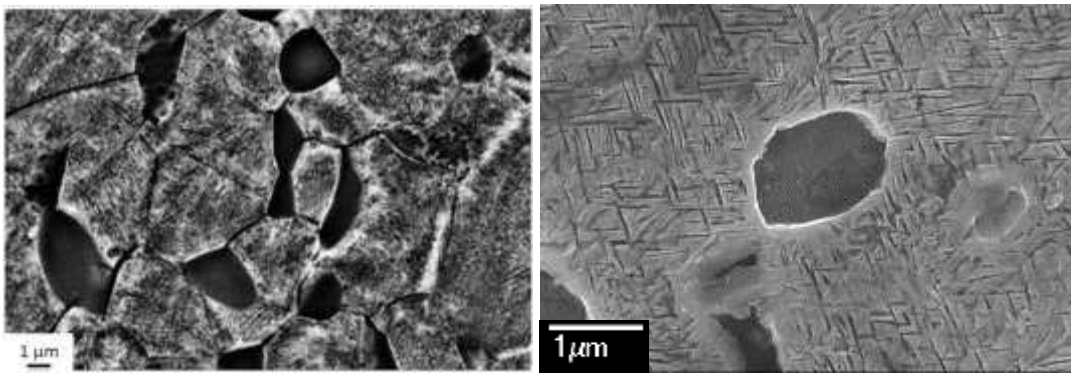


Figure 46 : microstructure du Ti-10-2-3 forgé (x5000 – échantillon attaqué par solution de Kroll).

La microstructure des grains β est elle aussi très marquée par l'histoire thermomécanique de la pièce. On retrouve ainsi une microstructure proche de celle du Ti-5553 forgé avec des grains allongés dans une direction préférentielle (direction de forgeage) et une hétérogénéité de taille de grains (ensembles de petits grains d'une centaine de micromètres de diamètre et gros grains quasi millimétriques).

La microstructure du Ti-10-2-3 forgé dont nous disposons est donc très proche de celle du Ti-5553 forgé, ce qui facilitera grandement les analyses comparatives de comportement mécanique.

5.Microstructures modèles

Pour enrichir l'analyse de l'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation et d'endommagement, il a été décidé de mener des études sur des microstructures dites « modèles ». L'objectif était de « simplifier » la microstructure par ajout/suppression/réorganisation des constituants microstructuraux afin de limiter par exemple le nombre de processus activés simultanément. Ces microstructures ont été réalisées par l'application de traitements thermiques spécifiques. Le choix des paramètres de traitement s'est fait sur la base des travaux d'A. Setefratti (SI2M – Nancy) qui a étudié 37 microstructures différentes. Quatre d'entre elles ont été retenues pour notre étude. La figure 47 présente un exemple de ces microstructures « modèles » pour l'un des trois alliages Ti5553, Ti10-2-3 et Ti17 de l'étude.

- Une microstructure 100% β-métastable (a) où aucun précipité n'est visible.
- Une microstructure lamellaire grossière (c) (long. ~ 100 μm ép. ~ 10 μm).
- Une microstructure nodulaire (b) (vu d'un nodule et absence de lamelles).
- Une microstructure lamellaire fine (d) (long. ~ 10 μm ép. ~ 100 nm).

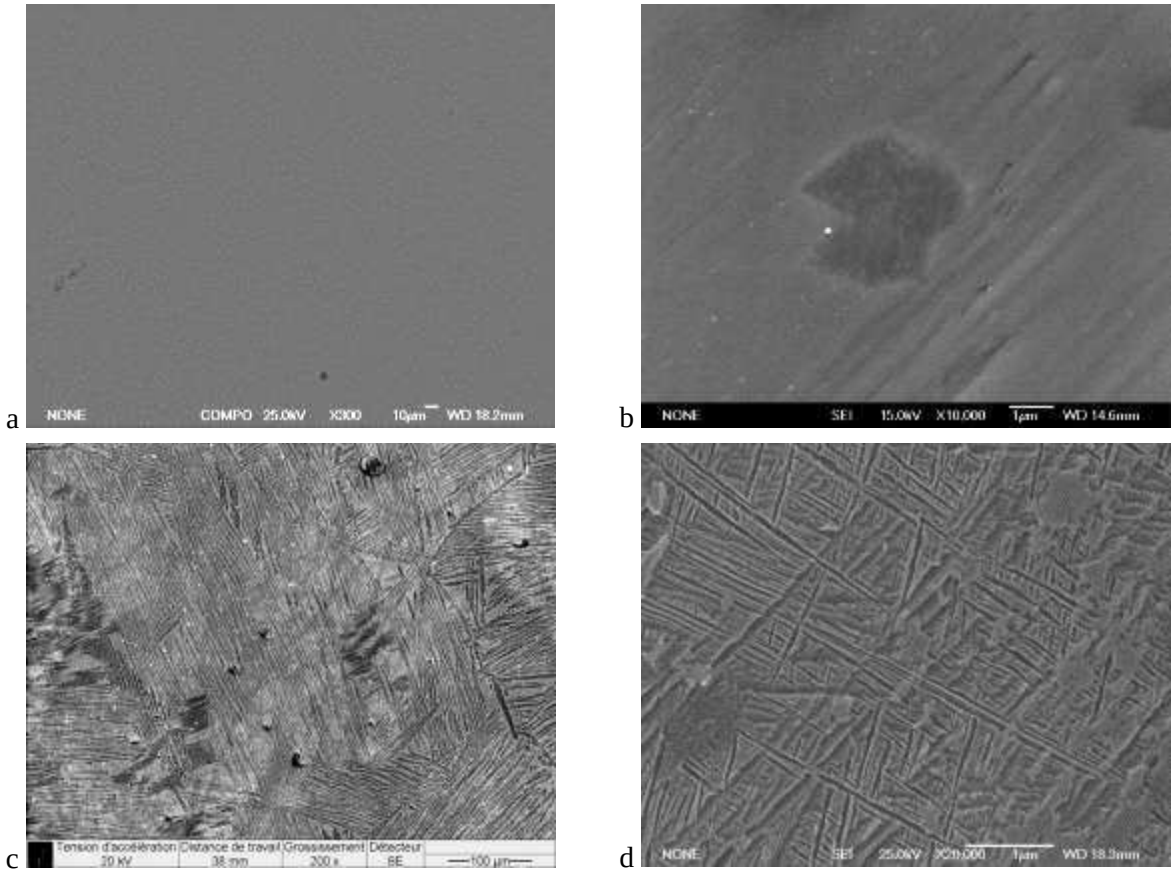


Figure 47 : Images MEB des microstructures modèles : Ti-5553 β-métastable (a), Ti-10-2-3 nodulaire (b), Ti-17 lamellaire grossier (c) et Ti-5553 lamellaire fin (d).

6.Synthèse

Le tableau 18 ci-dessous reprend la liste des matériaux et des microstructures étudiés dans le cadre de ce travail :

Matériau	Microstructure	Eléments microstructuraux	
Ti-5553	Billette	Nodules (∅ ≈ 5 µm) Lamelles (L ≈ 1 µm, e ≈ 150 nm) Matrice β (faibles rotations cristallines)	Microstructure modèle
	Forgé	Nodules (∅ ≈ 5 µm) Lamelles (L ≈ 2 µm, e ≈ 300 nm) Matrice β (sous-grains et rotation cristallines)	
	Lamellaire grossier	Lamelles (L ≈ 100 µm, e ≈ 10 µm) Matrice β	
	Lamellaire fin	Lamelles (L ≈ 10 µm, e ≈ 100 nm) Matrice β	
	nodulaire	Nodules (∅ ≈ 5 µm) Matrice β	
	β	Matrice β	
Ti-17	Billette	Lamelles (L ≈ 50 µm, e ≈ 1 µm) Matrice β (rotation dans la matrice)	Modèle
	Lamellaire grossier	Lamelles (L ≈ 200 µm, e ≈ 15 µm) Matrice β	
Ti-10-2-3	Forgé	Nodules (∅≈ 5 µm) Lamelles (L ≈ 2 µm, e ≈ 300 nm) Matrice β (sous-grains et rotation dans la matrice)	
	Nodulaire	Nodules (∅≈ 7 µm) Matrice β	Modèle
	Lamellaire fin	Lamelles (L ≈ 10 µm, e ≈ 100 nm) Matrice β	

Tableau 18 : Matériaux et microstructures employées au cours de l'étude.

Dans tous les cas, le respect des relations de Burgers a été vérifié par la réalisation de cartographies EBSD sans pour autant mener d'importantes analyses à l'échelle des grains comme présentées précédemment. La figure 48 ci-dessous illustre cet aspect pour l'échantillon de Ti-5553 à lamelles grossières.

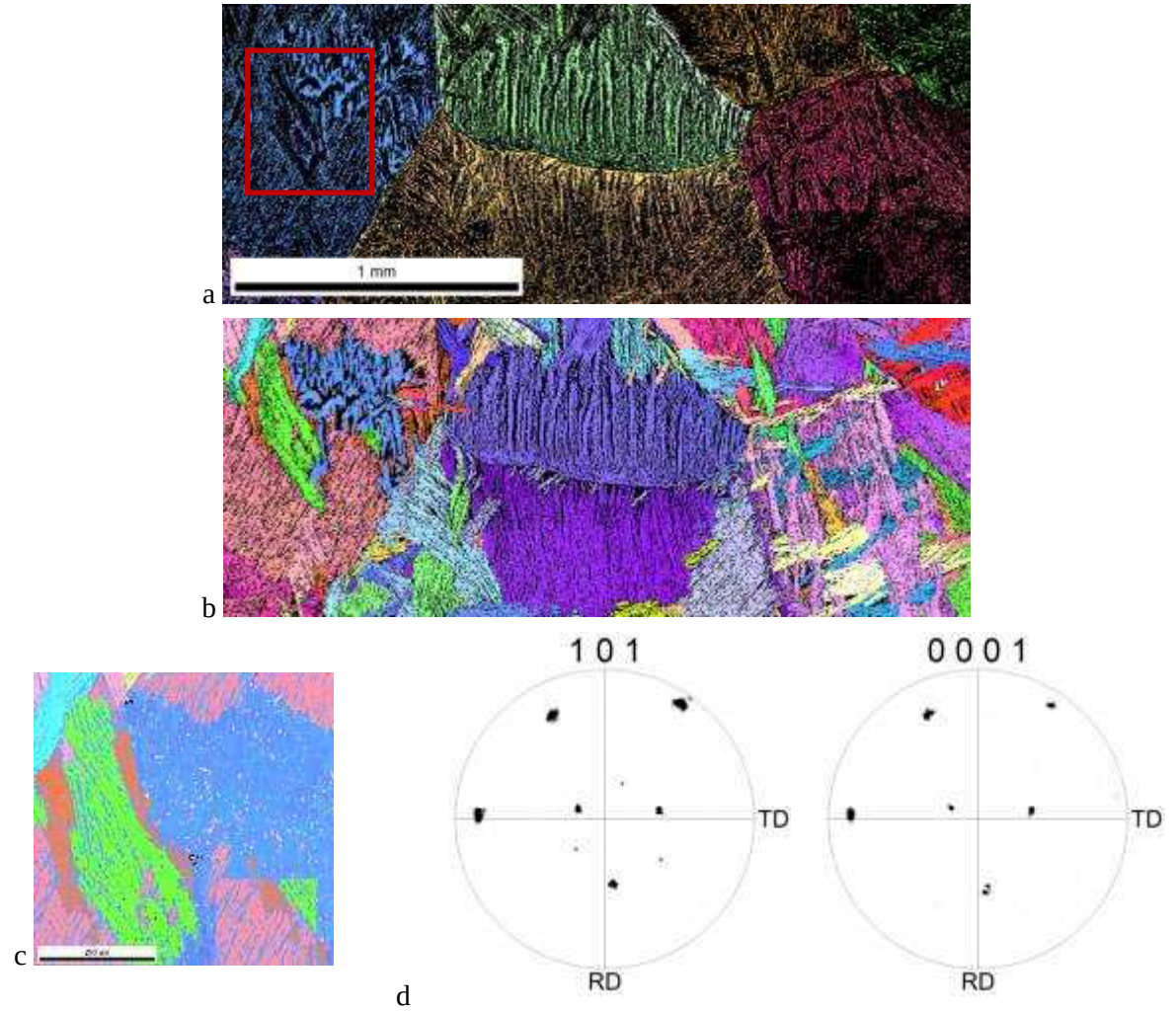


Figure 48: Analyses EBSD sur Ti-5553 lamellaire grossier : cartographie de la phase β (a) et α (b) et vérification des relations de Burgers (d) dans un des grains correspondance des pôles {101} de la phase β et des pôles {0001} de la phase α (c) extrait des données collectées (zone rectangle rouge de (a)).

Le chapitre suivant porte sur le comportement mécanique de ces matériaux / microstructures soumis à des sollicitations monotones (traction) et cycliques (fatigue).

Chapitre 3

Influence des microstructures métallurgiques sur le comportement mécanique sous chargement monotone et cyclique dans les alliages de titane β-métastable.

Chapitre 3 : Influence des microstructures métallurgiques sur le comportement mécanique sous chargement monotone et cyclique dans les alliages de titane β-métastable.

1.Introduction

Les propriétés mécaniques des alliages Ti-5553, Ti-10-2-3 et Ti-17 ont été étudiées pour les différents états métallurgiques sélectionnés et présentés dans le chapitre précédent. L'objectif est de comprendre l'influence des différents paramètres microstructuraux (nature, morphologie, dimensions des précipités, grains, …) sur le comportement mécanique local et d'en évaluer les avantages et inconvénients sur le plan des performances mécaniques des alliages.

Différents types d'essais mécaniques ont donc été réalisés dans cet esprit :

- Essais de traction uniaxiale : les échantillons sont soumis à une sollicitation monotone jusqu'à la rupture afin d'établir les propriétés mécaniques conventionnelles du matériau : E (module d'Young en GPa), σy (limite d'élasticité conventionnelle définie à 0,2% de déformation plastique), Rm (contrainte à rupture), A% (allongement à rupture du matériau en pourcentage). Ces essais sont menés à différentes vitesses de sollicitation.
- Essais de fatigue : les échantillons seront soumis à des cycles contrôlés en déformation totale. Ils permettent à la fois d'identifier le comportement cyclique du matériau (adoucissement, stabilisation, …) et de déterminer la durée de vie pour un niveau de chargement donné. Une classification des microstructures selon leur résistance à la fatigue (création et propagation de fissures) sera alors possible. Ces essais ont été réalisés à un rapport de charge de R=-1 et à la vitesse de déformation de 6.10^{-3} s^{-1}.
- Essais de fissuration : les échantillons pré-entaillés sont soumis à des cycles de chargement et une instrumentation adaptée permet le suivi de la progression en longueur de la fissure. Les courbes de type $\frac{da}{dN} - \Delta k$ obtenues permettent d'évaluer la vitesse de propagation de fissures longues. La résistance à la propagation des différentes microstructures pourra alors être comparée.

2.Méthodologie expérimentale

a.Essais de traction unixiale

Les essais de traction uniaxiale monotone ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques (le diamètre de la partie utile est de 6 mm), sous air à température ambiante (≈20°C) à l'aide d'une machine de traction / fatigue électromécanique Instron modèle 1362 (voir figure 49) équipée d'une cellule de force de 50 kN.

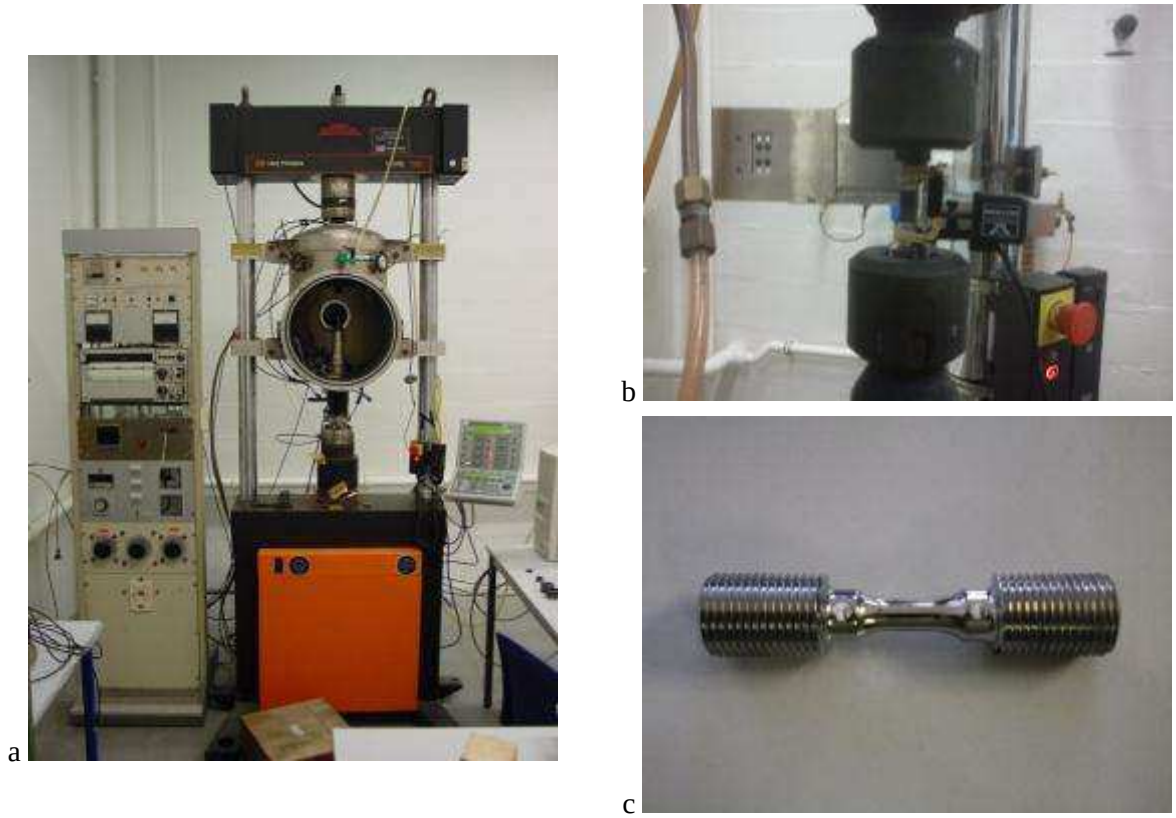


Figure 49 : dispositif expérimental : machine de traction / fatigue électromécanique Instron 1362 (a) et installation des échantillons cylindriques (c) sur la machine et dispositif de suivi extensométrique (b).

Ces essais sont réalisés conformément à la norme EN 10002-1. Un extensomètre à couteaux (Instron base 10mm) est fixé sur la partie utile de l'éprouvette. Afin de minimiser les risques de glissement des couteaux lors de l'essai, ceux-ci sont positionnés sur des plots de colle antidérapants placés sur la partie utile. La plupart des essais ont été réalisés avec une vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) de 10^{-4} s^{-1}. D'autres vitesses ont également été appliquées : 10^{-5} s^{-1}, 10^{-3} s^{-1}et 10^{-2} s^{-1}. Le contrôle de l'essai est assuré par le système d'asservissement de la machine à partir des mesures de déformation.

Les essais de traction seront ainsi réalisés jusqu'à la rupture de l'échantillon où jusqu'à la limite de déplacement de l'extensomètre qui correspond à une déformation de 10 % sur la partie utile (1 mm).

Les échantillons préparés pour les essais de traction ont été polis sur un tour avec des papiers SiC (du grade 320 au grade 4000) puis avec des sprays diamantés de 3 et 1 μm.

b.Essais de fatigue

Les essais de fatigue sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques identiques à celles employées lors des essais de traction (partie utile de 6 mm de diamètre), avec les équipements présentés précédemment et à température ambiante. Ils ont été réalisés conformément à la norme PCS-7400, document de référence du partenaire industriel (Messier Bugatti Dowty) relatif à la préparation d'échantillons et la réalisation d'essais de fatigue. Ce document technique préconise en particulier la réalisation d'essais de fatigue avec un asservissement en déformation totale imposée. Quatre niveaux de déformation ont été imposés : 0,55%, 0,7%, 0,8% et 1,5%. La vitesse de sollicitation a été fixée à $\dot{\varepsilon}=6.10^{-3}$ s^{-1} sur les différents essais en adaptant la fréquence de 0,1 Hz à 0,277 Hz et le rapport de chargement était de $R_\varepsilon=-1$.

Comme pour les essais de traction, les échantillons ont été préalablement polis (papier SiC du grade 320 au grade 4000 puis à l'aide de sprays diamantés 3 et 1 μm). L'extensomètre utilisé pour évaluer les déformations et à partir duquel l'asservissement de la machine est réalisé est positionné sur des plots de colle. Cela permet d'éviter le glissement des lames et de limiter le risque d'amorçage précoce de fissure sous le contact des couteaux. Contrairement aux essais de traction, les couteaux reposent sur les épaulements de part et d'autre de la partie utile afin de ne pas influencer le résultat de l'essai (figure 49.b et c). Un étalonnage a été réalisé pour établir la correspondance entre les déplacements mesurés entre un extensomètre sur la partie utile (base 10 mm) et sur les épaulements (base 25 mm). Il est alors possible de contrôler l'essai avec un extensomètre positionné hors de la partie utile pour obtenir le niveau de déformation voulu sur cette dernière. Tout amorçage de fissure précoce sous les contacts de l'extensomètre est alors évité.

Les enregistrements réalisés tout au long des essais permettent de suivre l'évolution des boucles d'hystérésis ainsi que les contraintes maximales et minimales. Pour des raisons de confidentialité industrielle, certaines de ces données de comportement cyclique ainsi que la durée de vie ne sont pas présentées. L'utilisation de résultats normés permet néanmoins de présenter des analyses comparatives entre les différents matériaux.

c.Essais de propagation de fissure

Les essais de propagation de fissure sont réalisés sur des éprouvettes de type CT-50 (figure 50). Les essais ont été réalisés sous air, à température ambiante (≈20°C), avec un rapport de charge R=0,1, une fréquence de 20Hz et un ΔK initial de 8MPa √m.

a

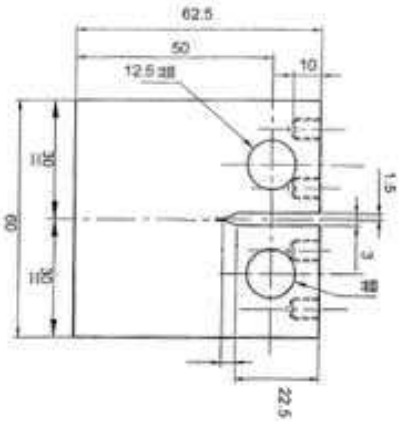
b 

Figure 50 : Machine de fissuration (a) et schéma des éprouvette CT 50 (b).

Le suivi de propagation de fissure est assuré par la mesure de la résistivité de l'éprouvette tout au long de l'essai. L'usinage de la tranche des échantillons se révélant délicat, les fils nécessaires au suivi de résistivité sont soudés directement sur l'éprouvette.

Un essai de calibration a été mené avec suivi optique de l'avancée de la fissure. Une courbe étalon a été obtenue reliant la longueur de fissure à la résistivité de l'éprouvette (préalablement polie aux papiers SiC et sprays 3 et 1 μm).

Les essais de fissuration sont réalisés sur le Ti-5553 exclusivement. Différentes microstructures (forgée, 100% β, nodulaire, lamellaire grossière et lamellaire fine) ont été testées. Les vitesses de propagation de fissures longues associées à ces différentes microstructures pourront être comparées par le tracé des courbes conventionnelles de type $\frac{da}{dN} - \Delta k$.

3.Relations microstructures / propriétés mécaniques sous sollicitation monotone uniaxiale

a.Comportement mécanique des alliages étudiés (structures « industrielles ») sous sollicitation monotone

Les résultats des essais de traction présentés ci-après vont permettre de comparer les performances des différentes microstructures qu'elles correspondent à des états industriels ou à des états « modèles » (tableau 18).

La figure 51 présente les courbes de traction pour les microstructures industrielles pour des vitesses de déformation comprises entre 10^{-2} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1} et les caractéristiques conventionnelles tirées de ces courbes sont répertoriées dans le tableau 19

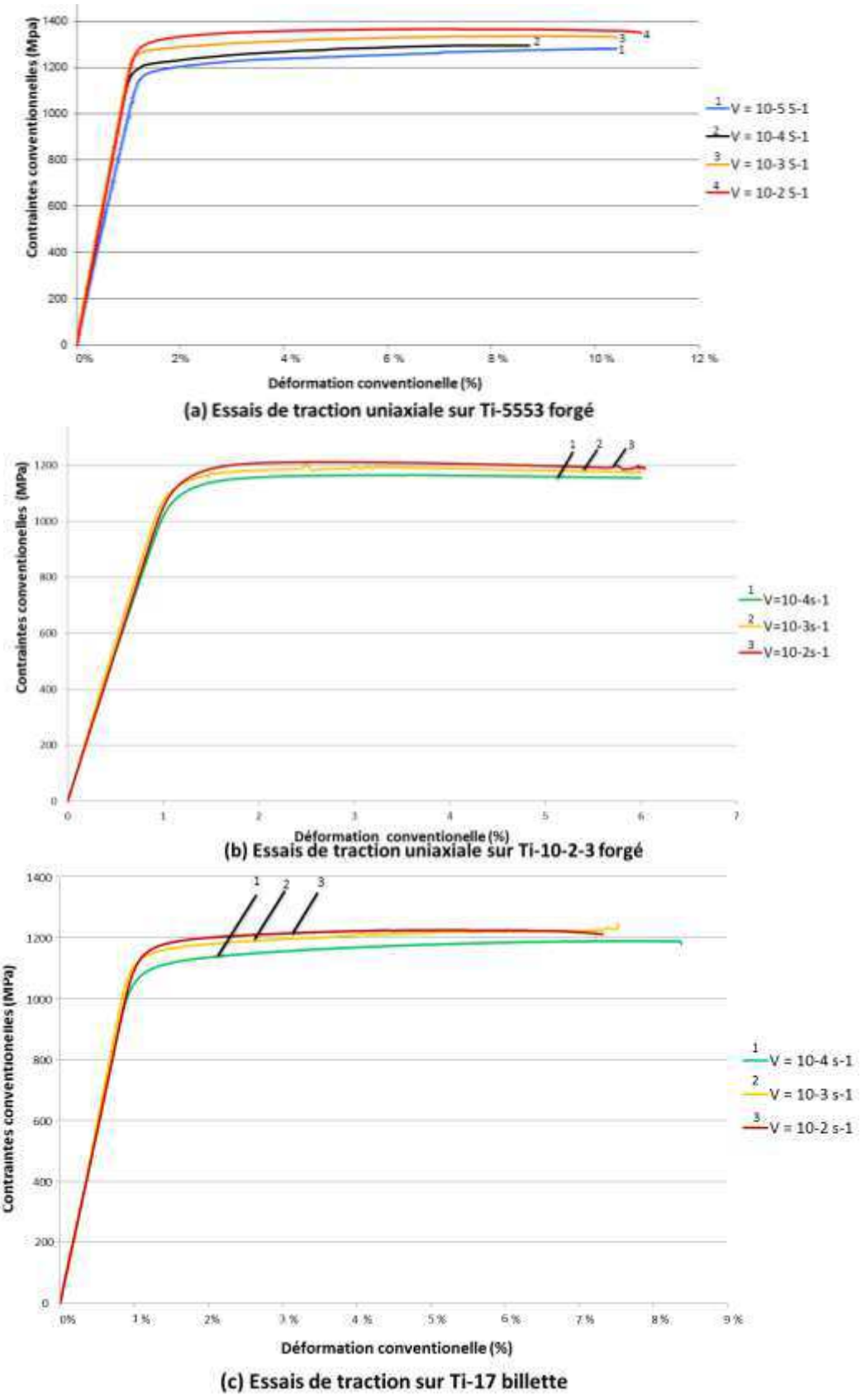


Figure 51 : Essais de traction uniaxiale sur les états industriels (a – Ti-5553 forgé, b – Ti-10-2-3 forgé, c – Ti-17 billette) à différentes vitesses de sollicitation, 20°C, sous air.

Dans tous les cas, la transition entre les domaines plastique et élastique est rapide et l'écrouissage est faible. La rupture est systématiquement brutale sans phase préalable d'adoucissement progressif. Aucune striction n'est constatée. Le domaine élastique est caractérisé par deux grandeurs : le module d'Young E et la limite conventionnelle d'élasticité σy. Les différents matériaux présentent un module d'Young similaire et cohérent avec les valeurs usuellement indiquées dans la littérature (114 GPa en moyenne). On peut noter dans le cas du Ti-5553 une faible variation de module selon la vitesse de sollicitation pouvant indiquer une légère viscoélasticité. Il conviendrait toutefois de multiplier les essais pour s'assurer de cet effet ce qui n'a pas été une priorité dans le cadre de ce travail.

matériau	vitesse de déformation				E(GPa)	Re0,2%(MPa)	Rm(MPa)	A%
	1,00E-05	1,00E-04	1,00E-03	1,00E-02				
Ti-5553	x				97,5	1180	1414	9,1
		x			107,2	1197	1423	7,5
			x		118,4	1285	1465	9,3
				x	117,2	1309	1365	10,9
Ti-10-2-3	x				105	1075	1130	7
		x			107,8	1103	1155	6
			x		103,1	1150	1175	6
				x	107,8	1150	1198	6
Ti-17	x				114,5	1084	1179	8
		x			115,8	1091	1182	7,5
			x		117,7	1141	1246	8
				x	116	1156	1224	7,8

Tableau 19: Propriétés des matériaux pour différentes vitesses de sollicitations des alliages à l'état industriel.

Concernant la limite d'élasticité deux points se dégagent. D'une part sa valeur est d'autant plus élevée que la vitesse de déformation est grande et ceci pour chaque alliage. L'effet est significatif et atteint environ 100 MPa pour trois décades de vitesses de déformation. Ce point est en accord avec les éléments de littérature déjà mentionnés au chapitre 1. D'autre part, pour une même vitesse de déformation, les valeurs atteintes diffèrent d'un alliage à l'autre. Il faut garder à l'esprit que la microstructure associée à ces « états industriels » est assez différente. Les comparaisons entre alliages sont reportées plus loin en considérant également les microstructures modèles. Cependant, on notera ici que les résultats obtenus sur le Ti-10-2-3 forgé sont plus faibles que les résultats obtenus couramment par les partenaires industriels. Ceci peut être lié à un traitement thermique différent.

Le domaine plastique de ces courbes est également caractérisé par la contrainte à rupture (UTS) et l'allongement à rupture (A%). À l'instar de la limite d'élasticité, la contrainte à rupture est elle aussi dépendante de la vitesse de sollicitation. Elle est d'autant plus élevée que la vitesse est grande. Ces effets sont du même ordre pour le domaine de vitesse étudié que pour la limite d'élasticité. L'allongement à rupture est quant à lui uniquement dépendant de la microstructure.

Ces alliages de titane, étudiés ici dans des états industriels, présentent donc un comportement avec une limite d'élasticité élevée mais un écrouissage faible et une ductilité limitée bien que suffisante pour les applications industrielles concernées.

b.Influence des microstructures sur les propriétés mécaniques

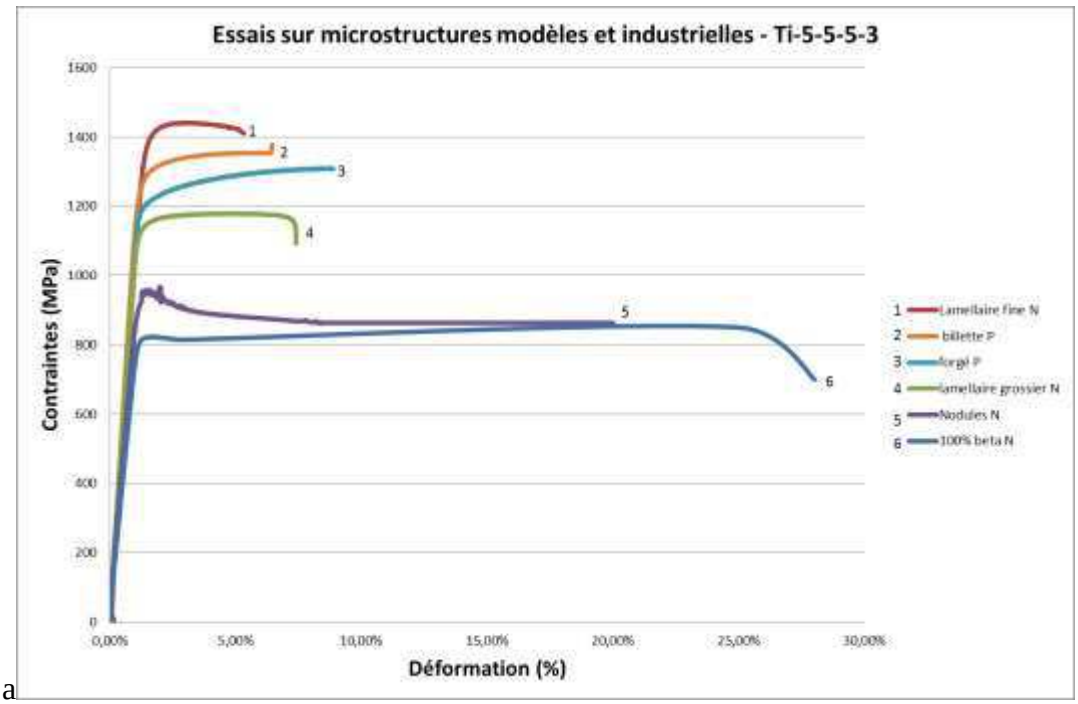
Pour mieux comprendre l'influence des microstructures et en particulier évaluer le rôle des aspects morphologiques (lamelles, nodules, taille, …) sur le niveau des propriétés mécaniques atteint, il a été fait appel à des microstructures modèles définies dans le chapitre précédent. La figure 52.a présente les résultats d'essais de traction pour l'alliage Ti-5553 pour des microstructures choisies et présentées dans le tableau 18 du chapitre 2. Ces données intègrent une sélection de celles établies par A. Setefratti (Institut Jean Lamour – Nancy) à partir des 34 microstructures « modèles » qu'il a étudiées. La figure 52.b présente, quant à elle, des essais réalisés sur certaines de ces mêmes microstructures à partir d'échantillons de taille plus réduite.

L'analyse de l'ensemble de ces résultats permet de proposer un classement des microstructures en fonction de leurs propriétés mécaniques. L'état « 6 » qui correspond à un état 100% β-métastable présente des propriétés mécaniques assez faibles ($Re_{0,2}$ ≈ 800MPa, UTS ≈820MPa) mais s'accompagne d'une ductilité importante avec un allongement à rupture de presque 30 %.

En considérant cet état comme « point de départ », on s'aperçoit que toute précipitation de phase α vient améliorer les propriétés mécaniques ($Re_{0,2}$ et Rm) de l'alliage tout en dégradant en même temps sa ductilité (A%).

Ce rôle durcissant dépend de la morphologie de la phase précipitante. En effet, si l'on compare les microstructures purement nodulaires et les microstructures entièrement lamellaires, il apparaît que ces dernières (même grossières) conduisent à des propriétés mécaniques plus élevées ($Re_{0,2}$ ≈ 1150 MPa) que pour les microstructures nodulaires ($Re_{0,2}$ ≈ 900 MPa). Cependant, cette plus forte augmentation des propriétés mécaniques s'accompagne d'une plus forte réduction de la ductilité qui chute à moins de 10 %. La microstructure nodulaire conserve quant à elle un excellent niveau de ductilité avec un allongement à rupture de près de 25 %. La même sensibilité des propriétés mécaniques aux microstructures générées est relevée pour le Ti-17 et le Ti-10-2-3 (forgé et nodulaire) comme le montrent les résultats figure 53.

a



b

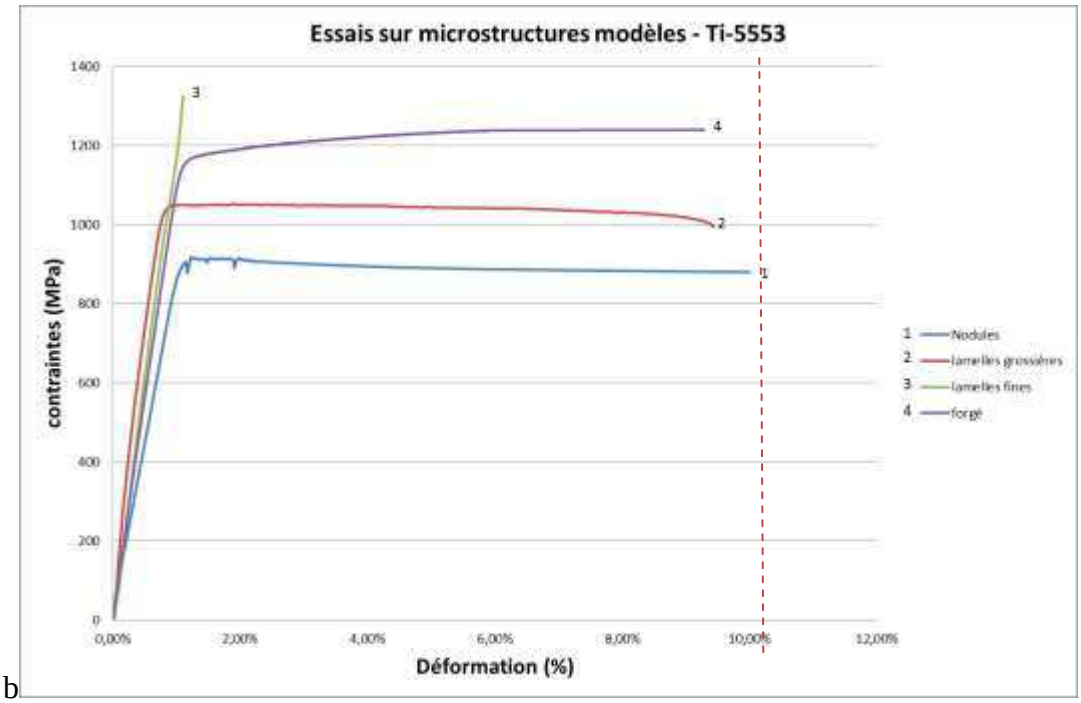


Figure 52 : (a) Essais de traction sur microstructures modèles (réalisés par A. Setefratti à l'IJL – noté N) et industrielles (réalisés par T. Duval à P' – noté P) sur éprouvettes cylindriques (∅ 6mm) et (b) essais de traction sur microstructures modèles et industrielles Ti-5553 sur micro-éprouvettes (limite de l'extensomètre à 10%).

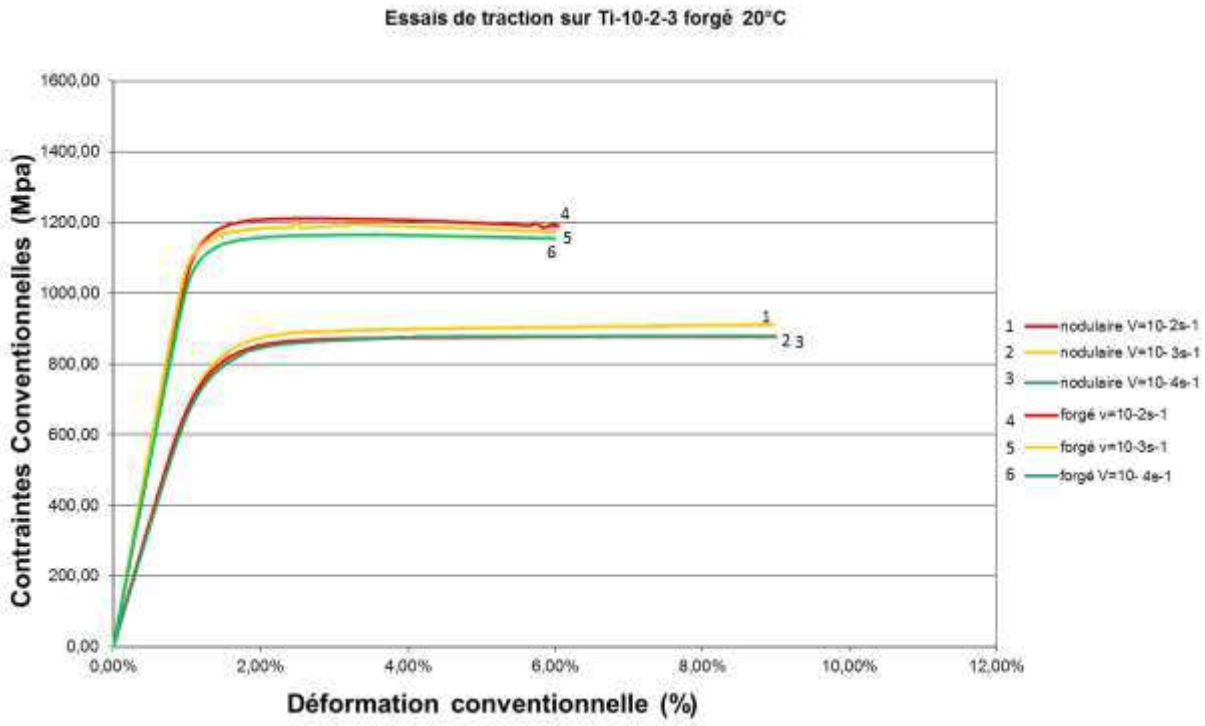


Figure 53 : Résultats de traction sur Ti-10-2-3 (forgé et nodulaire).

Les performances des microstructures lamellaires sont dépendantes de la taille des lamelles en présence. Ainsi, plus les lamelles seront fines (et également enchevêtrées) plus les propriétés mécaniques seront élevées. La contrepartie est une ductilité nettement plus faible. Dans certains cas extrêmes pour lesquels la microstructure est particulièrement fine, la rupture peut être brutale sans qu'aucune plasticité ne soit relevée (figure 52.b).

Il est donc possible d'imaginer pouvoir adapter la configuration des lamelles (morphologie, taille) pour atteindre le bon compromis entre caractéristiques mécaniques ($Re_{0,2}$ et UTS) et ductilité en vue d'une application donnée. L'ajout de nodules à une microstructure lamellaires constitue de ce point de vue une alternative intéressante.

De manière générale, les échantillons de faible taille (micro-éprouvette) présentent un certain manque de ductilité par rapport à des échantillons plus massifs pour les mêmes microstructures. Il reste cependant difficile de faire la part des choses entre des effets de taille et l'effet de leur géométrie (arêtes vives).

Enfin, le sens de prélèvement des échantillons influe également sur la ductilité. Des essais de traction sur des échantillons prélevés dans le sens radial de la matière conduisent une plus grande dispersion dans l'allongement à rupture ($4<A\%<8$) comme le montre la figure ci-dessous.

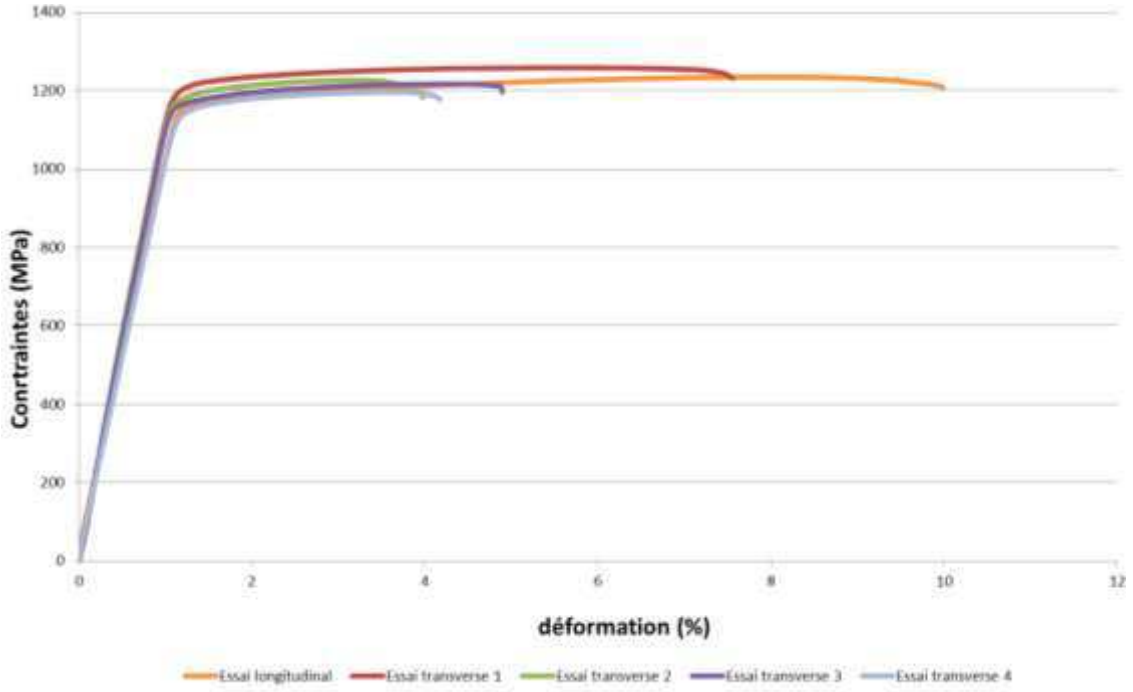


Figure 54 : essais de traction sur échantillons de Ti-5553 forgé prélevés dans le sens transvers et longitudinal (vitesse de traction : $10^{-4}s^{-1}$).

Ces deux points laissent supposer que la microstructure métallurgique devra également être considérée à une échelle plus macroscopique pour rendre compte d'effets de taille de grains et/ou de texture. Ces aspects seront abordés par la suite dans le manuscrit.

L'ensemble de ces résultats est en accord avec les différents travaux déjà disponibles dans la littérature [12, 30, 39, 40]. Ils viennent renforcer la « classification » déjà proposée dans le chapitre 1. Cependant, si les propriétés mécaniques des alliages β-métastable ont une dépendance à la microstructure de la phase α similaire aux alliages de titane conventionnels, la phase β a également une influence marquée comme le souligne Lutjering [12]. Le caractère anisotrope de cette phase conduit notamment à une forte sensibilité aux effets de textures. Par exemple, dans le cas d'un fibrage des grains β (cas des billettes initiales et des tiges forgées utilisées par Messier Bugatti Dowty) les propriétés mécaniques dépendront de la direction de sollicitation considérée. Pour les alliages ne retenant que peu de phase β à la température ambiante comme le Ti 64 ou le Ti-6242, cette influence du fibrage des grains β peut se matérialiser au travers des textures de la phase α qui apparaissent et renforcent les effets d'anisotropie de cette phase. Le coefficient RA, produit de la résistance mécanique (R_m) et de l'allongement à rupture (A%) peut chuter drastiquement en fonction de l'angle de sollicitation par rapport à la direction principale du fibrage. Dans le cas où la valeur de R_m évolue peu en fonction des échantillons, c'est l'allongement à rupture qui est principalement affecté.

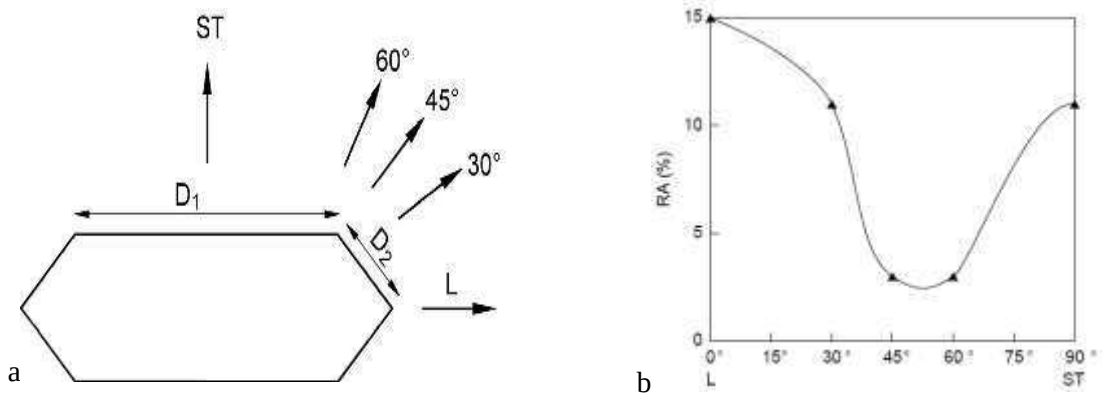


Figure 55 : Modélisation d'un ex-grain β et des directions de sollicitation (a) et évolution du rapport RA(%) en fonction de la direction de sollicitation (b) [12].

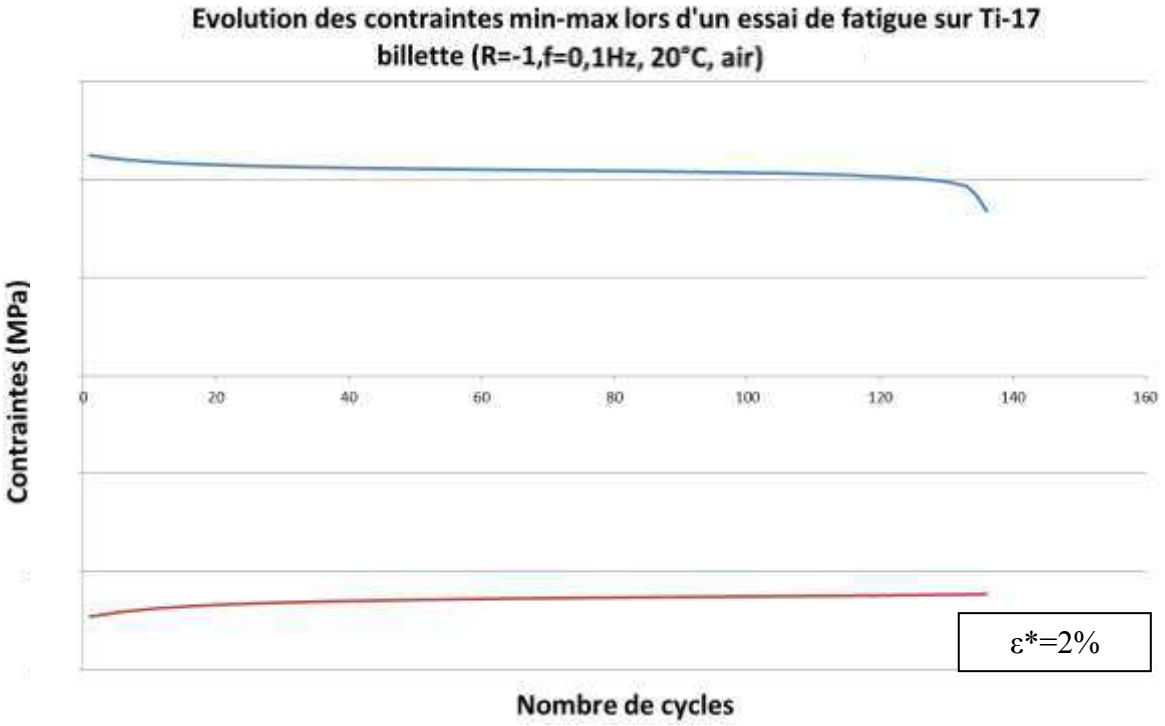
La sensibilité des propriétés mécaniques macroscopiques aux configurations de la phase β sera d'autant plus importante à considérer dans notre étude que la microstructure des grains β y est hétérogène avec notamment des amas de quelques gros grains. Dans le cas de micro-éprouvettes un seul et unique grain pourra alors être présent dans l'épaisseur. Ceci peut générer des comportements mécaniques bien différents d'une éprouvette à l'autre.

4.Relations microstructures / propriétés mécaniques sous sollicitations cycliques.

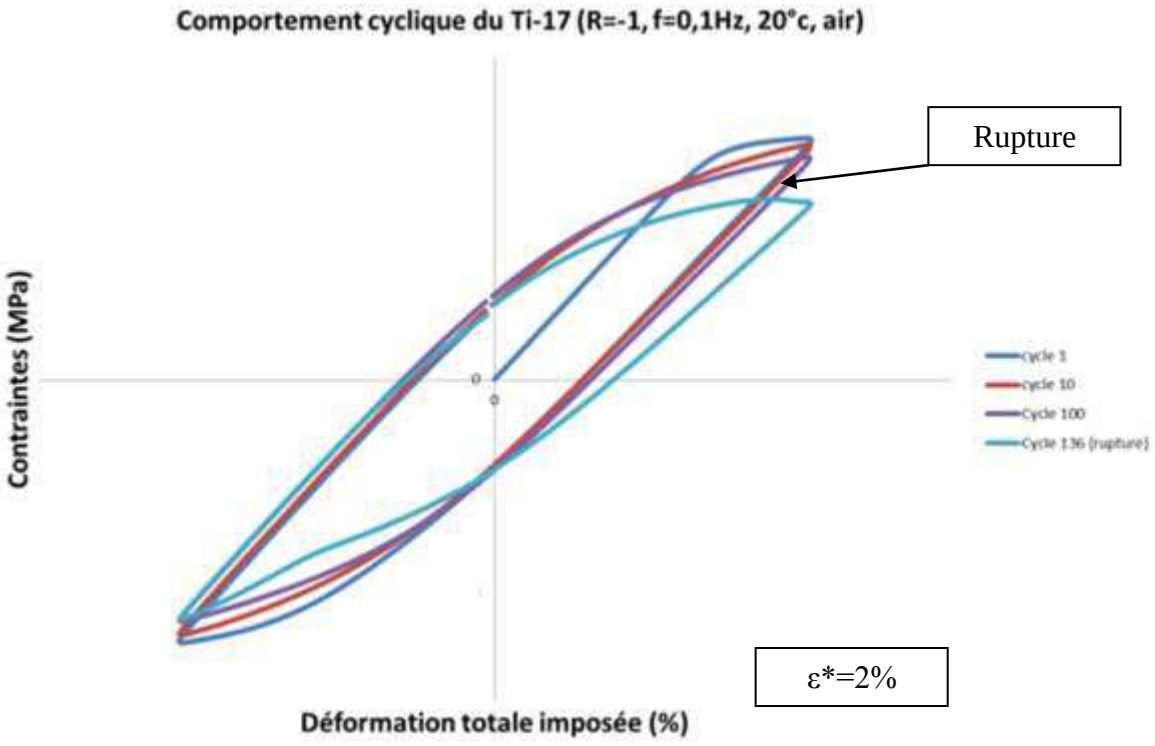
a.Comportement mécanique des alliages étudiés sous sollicitations cycliques.

Le comportement mécanique cyclique est assez similaire pour les différentes nuances. La figure 56.a illustre ce point pour le Ti-17 dans son état billette. Dans ce cas, pour un fort niveau de déformation imposée, on observe un adoucissement rapide dans les premiers cycles de l'essai, puis une stabilisation des contraintes maximales et minimales. Pour des niveaux de déformation plus faibles, un léger durcissement du matériau peut éventuellement apparaître suivi d'une stabilisation. Enfin, la rupture intervient dans tous les cas extrêmement rapidement (quelques dizaines de cycles). La chute de contrainte qui peut lui être associée n'est généralement détectable macroscopiquement que sur quelques dizaines de cycles.

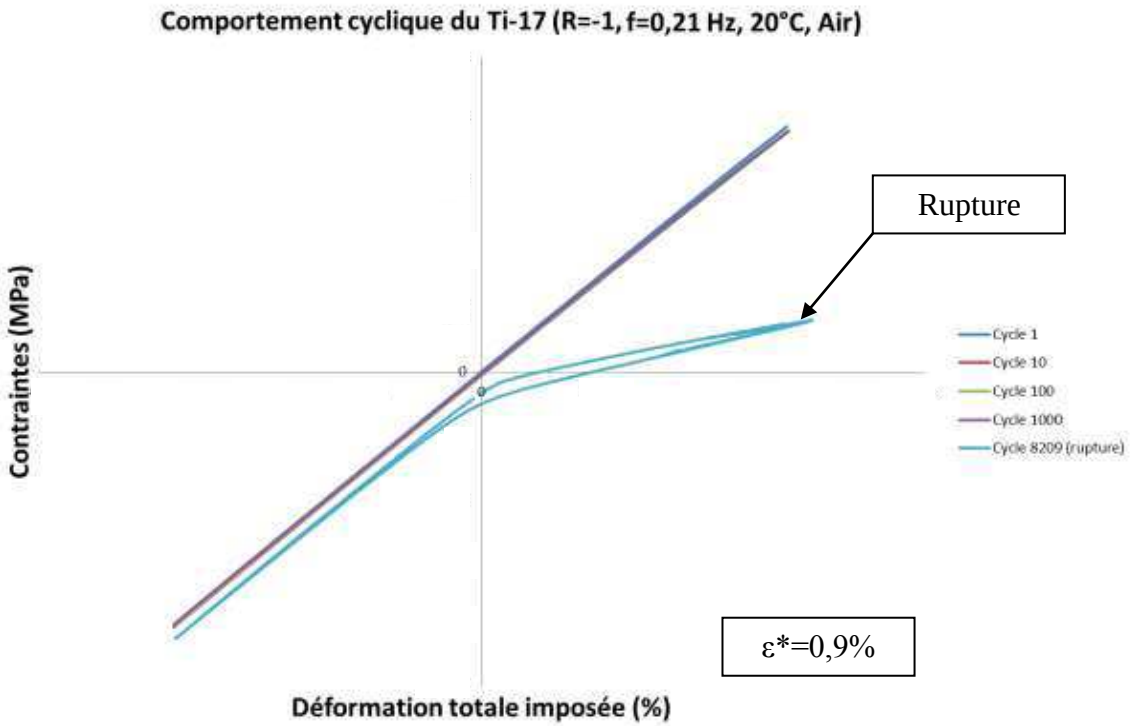
Les différents niveaux de déformation qui ont été testés correspondent essentiellement aux domaines de l'endurance et de l'endurance limitée pour lesquels le matériau reste macroscopiquement élastique. Quelques essais ont également été réalisés à de plus fort niveaux de déformation pour lesquels une part plastique apparaît.


Evolution des contraintes min-max lors d'un essai de fatigue sur Ti-17
billette (R=-1,f=0,1Hz, 20°C, air)
Contraintes (MPa)
0
20
40
60
80
100
120
140
160
ε*=2%
Nombre de cycles

a


Comportement cyclique du Ti-17 (R=-1, f=0,1Hz, 20°c, air)
Rupture
Contraintes (MPa)
0
0
cycle 1
cycle 10
Cycle 100
Cycle 136 (rupture)
ε*=2%
Déformation totale imposée (%)

b



c

Figure 56 : évolution des contraintes maximales et minimales lors d'un essai de fatigue sur Ti-17 billette (a). Allures des boucles d'hystérésis dans le domaine de la fatigue oligocyclique (b) et dans le domaine élastique proche de la limite d'élasticité (c).

On peut observer, figure 56.b, les boucles d'hystérésis ouvertes correspondant à une éprouvette de Ti-17 billette testée à ε*=2% (ε* est une donnée modifiée pour des raisons de confidentialité) de déformation totale imposée. Dès le premier cycle l'échantillon entre dans le domaine plastique. L'évolution des boucles montre un adoucissement cyclique progressif suivi d'une stabilisation jusqu'à la rupture finale de l'échantillon. La figure 56.c présente la même information pour un niveau de déformation totale plus faible. Dans ce cas les boucles d'hystérésis restent fermées et n'évoluent guère.

Les résultats des essais mécaniques présentés ci-après vont permettre de comparer les performances des différents alliages et microstructures (états industriels et microstructures modèles) et de mettre en avant l'influence de certains éléments microstructuraux sur la résistance en fatigue.

b.Comparaisons des états industriels Ti-5553, Ti-17 et Ti-10-2-3

La première partie des essais de fatigue réalisés a concerné les microstructures dans l'état de réception : Ti-5553 forgé et billette, Ti-10-2-3 forgé et Ti-17 billette. Les résultats obtenus, notamment en termes de durée de vie, sont cohérents avec ceux transmis par les partenaires industriels de l'étude pour les matériaux / structures pour lesquels les bases de données existent. Il faut en effet souligner qu'aucune campagne d'essais de fatigue n'avait été

réalisée à notre connaissance sur les états billettes notamment. La courbe ci-dessous montre les résultats initiaux pour les différentes microstructures industrielles.

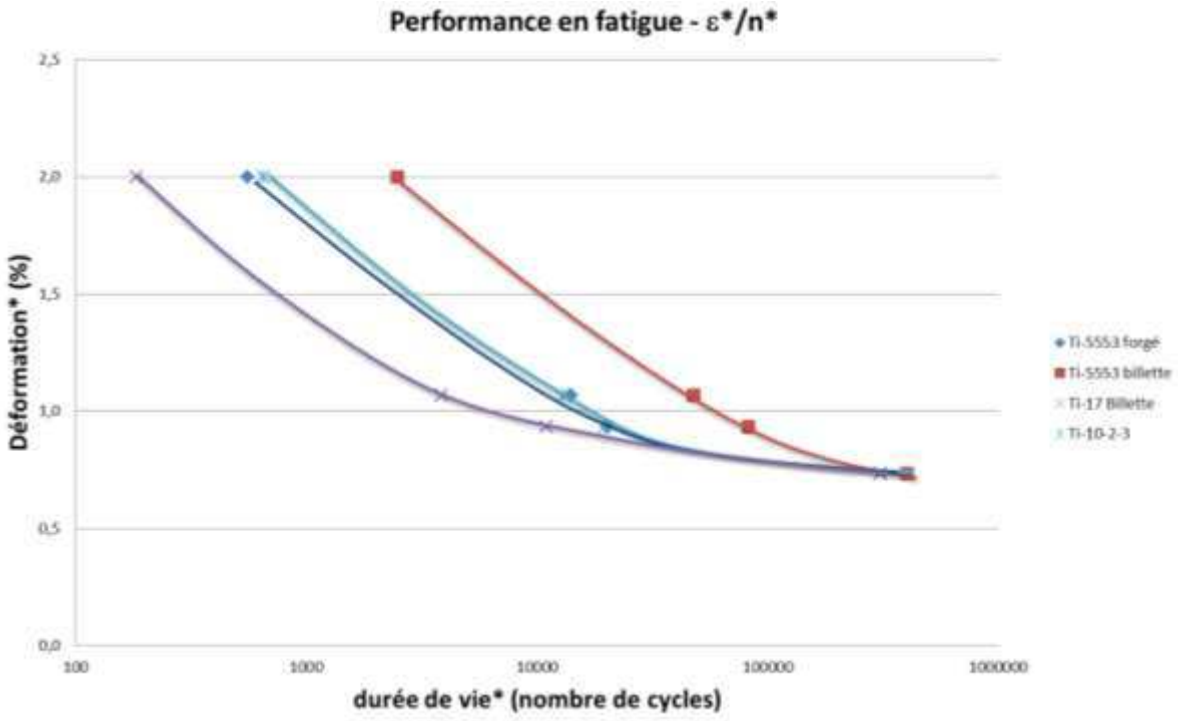


Figure 57 : performance en fatigue des alliages de titane à l'état de réception. Essais en déformation contrôlée à R=-1, T=20°C et v=6.10^{-3}s^{-1}(*données modifiées)

Sur ces quatre différentes configurations matériaux / structures, trois niveaux de performances apparaissent. Le ti-5553 à l'état billette est l'alliage qui présente la meilleure durée de vie. Ensuite, viennent le Ti-5553 forgé et le Ti-10-2-3 forgé qui semblent avoir une résistance similaire. Enfin, le Ti-17 à l'état billette présente les durées de vie les plus faibles de ce comparatif. Cette comparaison directe n'a pas pour objectif de « classer » les matériaux. D'une part ces quelques données ne concernent qu'un seul type d'essais de fatigue et les trois matériaux ont une chimie extrêmement différente. De plus, le Ti-17 n'a pas été conçu pour le même type d'application que les alliages Ti-10-2-3 et Ti-5553.

L'analyse qui suit se focalise sur le rôle de la microstructure en reprenant les éléments issus de la bibliographie (chapitre 1.4.b). Comme décrit par Hall [43] la microstructure lamellaire du Ti-17 présente une résistance à la rupture plus faible que les microstructures bimodales. En effet, dans la microstructure lamellaire du Ti-17, les fissures s'amorcent aux interfaces lamelles / matrice. Cette microstructure présentant de très longues aiguilles, les fissures générées aux interfaces sont tout de suite « longues » ce qui est défavorable vis-à-vis de la durée de vie.

Les microstructures très proches des alliages Ti-5553 et Ti-10-2-3 forgés conduisent à une résistance à la fatigue similaire. La chimie semble alors influencer le résultat. Il faut

cependant garder à l'esprit que les performances en fatigue de ces deux alliages / structures seraient certainement différentes si l'essai se faisait en contraintes imposées. La figure 57 montre en effet que la réponse mécanique du Ti-10-2-3 est en retrait par rapport à celle du Ti-5553 forgé au sens des niveaux de contraintes atteints pour un même niveau de déformation imposée.

Enfin, l'alliage de Ti-5553 présente une meilleure résistance à la fatigue dans l'état billette que dans l'état forgé. Ici la chimie n'intervient pas, cela traduit uniquement l'influence de la microstructure et plus particulièrement la microstructure lamellaire. Comme cela a été précisé au chapitre 2.2.b, la différence majeure entre les microstructures billette et forgée du Ti-5553 est l'existence d'une matrice β-transformée incorporant des lamelles sensiblement plus fines dans l'état billette que dans l'état forgé. Or Hall [43] précise que plus les microstructures sont fines, plus elles sont résistantes à la fatigue.

Sur tous les essais réalisés dans cette première campagne, une fissure principale et des fissures secondaires se sont développées à la surface des parties utiles des éprouvettes. La figure ci-dessus montre un faciès de rupture typique pour une éprouvette de Ti-5553 forgé. On peut y remarquer l'amorce de la fissure principale depuis la surface (figure 58.b) mais également de plusieurs fissures secondaires (figure 58.c). Aucun élément microstructural particulier n'a pu être identifié au niveau de l'amorçage de la fissure principale.

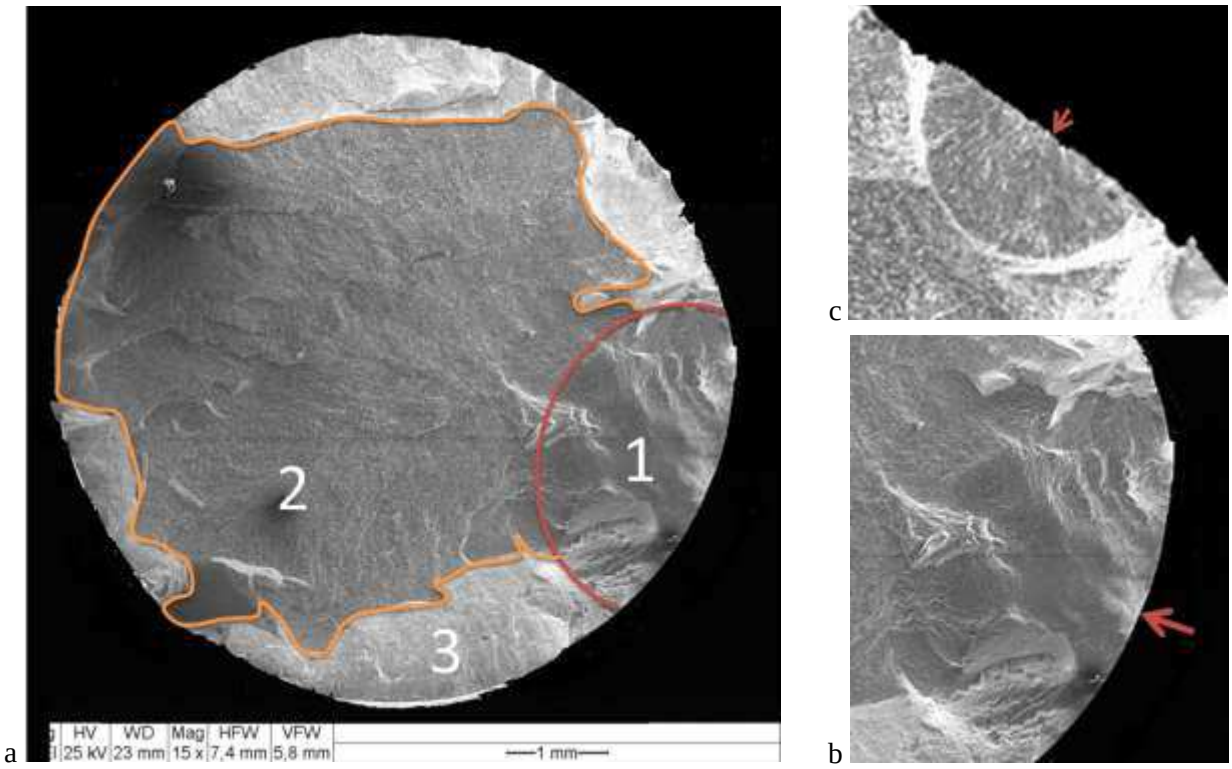


Figure 58 : Faciès de rupture d'une éprouvette Ti-5553 forgé après essai de fatigue à ε*=0,7% : Faciès complet (a) avec la zone de fissuration principale (1) la rupture finale (2) et le flanc des éprouvettes présentant des faciès inclinés (3), amorce de fissure principale (b) et fissure secondaire (c).

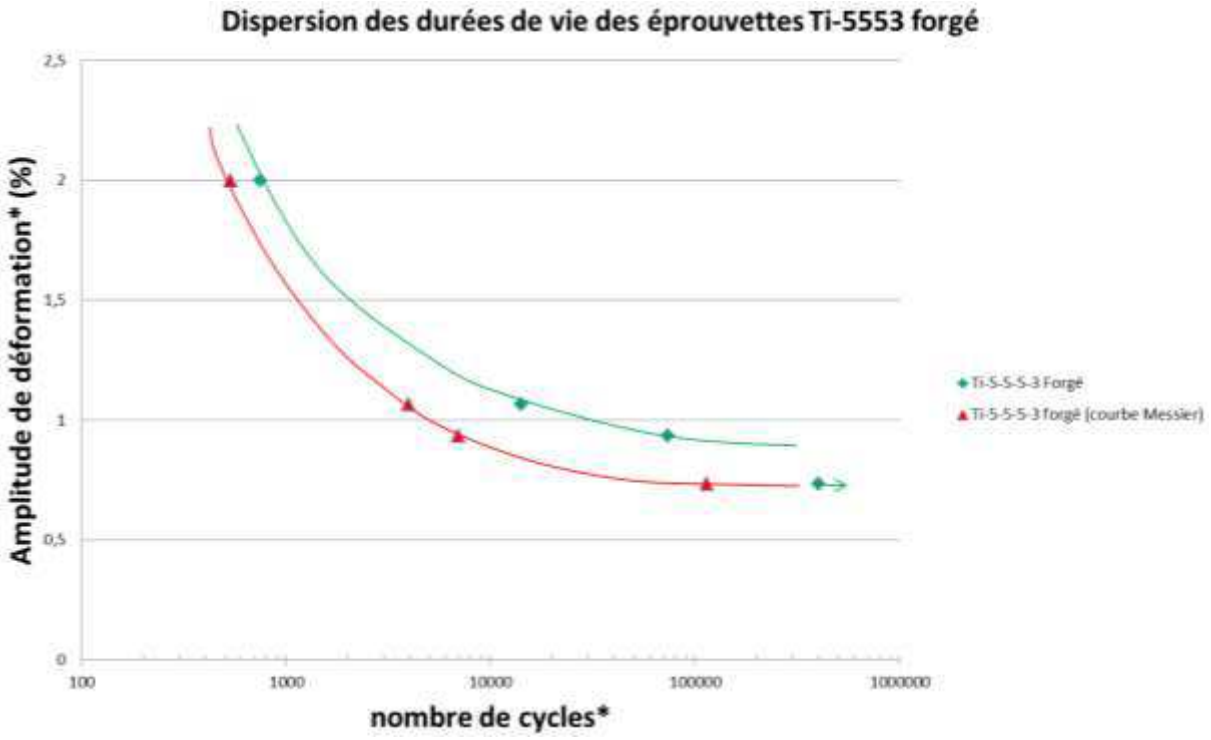


Figure 59 : dispersion des durées de vie (données modifiées).

La figure 59 présente les durées de vie obtenues pour la campagne d'essais de fatigue pour l'alliage Ti-5553 forgé. Les deux tracés correspondant aux durées de vie maximales et minimales obtenues qui sont présentées montrent que les durées de vie ne varient finalement qu'environ du simple au double pour un même niveau de contrainte. Cette dispersion est donc limitée en comparaison de ce qui a été mentionné par d'autres auteurs [39, 76]. Par exemple, dans une étude menée par Boeing sur l'utilisation du Ti-5553 pour le train d'atterrissage du 777, des campagnes d'essais sur échantillons entaillés ont mis en avant une dispersion pouvant atteindre un facteur 20 [3, 39]. Il conviendrait de multiplier les essais conventionnels pour évaluer le degré de dispersion de durée de vie de cet alliage. Une dispersion des durées de vie du même type a également été relevée lors des essais sur Ti-5553 et Ti-17 dans l'état billette et sur Ti-10-2-3 forgé. Le tableau 20 donne des indications sur ce point (les courbes complètes ne sont pas reportées ici pour des raisons de confidentialité).

Nuance	Ti-5553 billette		Ti-10-2-3 forgé		Ti-17 billette	
Déformation	DDV max	DDV min	DDV max	DDV min	DDV max	DDV min
0,7	400000+	102727	400000+	115361	400000+	308041
0,9	82581	25813	18111	11028	10948	10945
1	20961	7692	15556	2373	3865	1576
2	653	537	781	355	352	184

Tableau 20 : durées de vie minimale et maximale obtenues lors des essais de fatigue sur les états industriels (données modifiées).

c.Influence des microstructures sur les performances en fatigue.

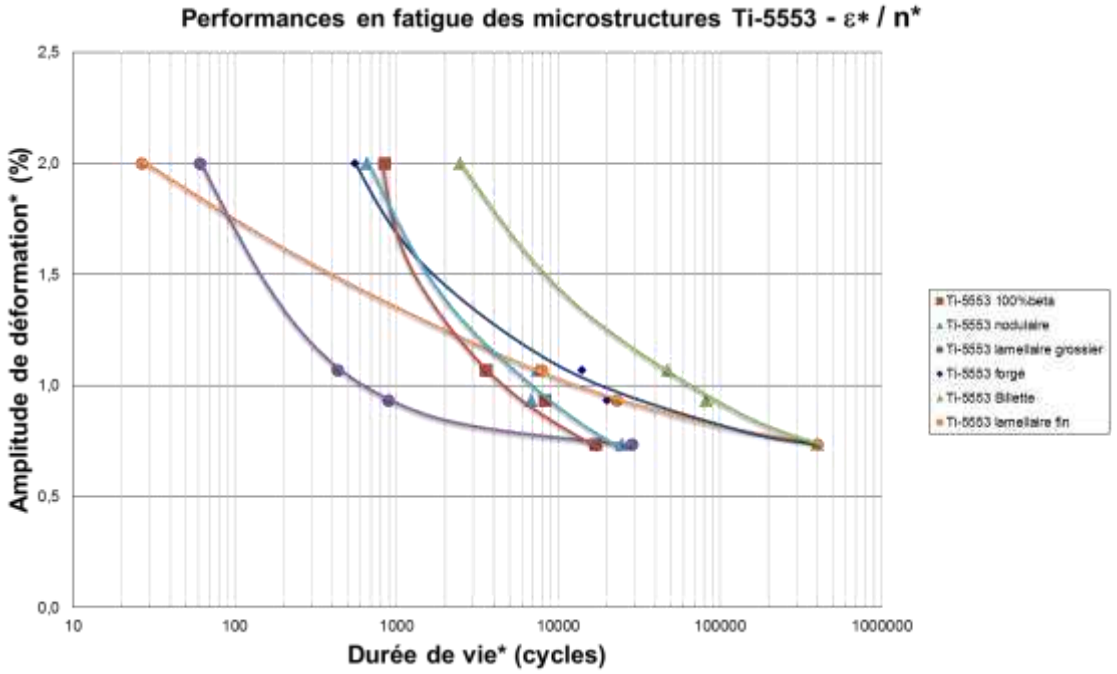
La seconde partie des essais de fatigue a été réalisée sur des échantillons dont la microstructure a été modifiée par l'application de traitements thermiques. Ainsi, des échantillons de Ti-5553 dont les microstructures sont 100% β, nodulaires, lamellaires « grossières » et lamellaires « fines » ont été préparés et testés dans les mêmes conditions que les microstructures « industrielles ».

La figure 60 ci-dessous donne l'ensemble des résultats des essais de fatigue pour les microstructures industrielles et pour les microstructures « modèles » du Ti-5553 ainsi que pour des microstructures lamellaires du Ti-17 dont les microstructures de type bimodale n'ont pas été étudiées en fatigue. Les mêmes niveaux de déformation totale ont été imposés aux microstructures modèles bien que dans certains cas leurs performances mécaniques (traction monotone) soient bien moindres.

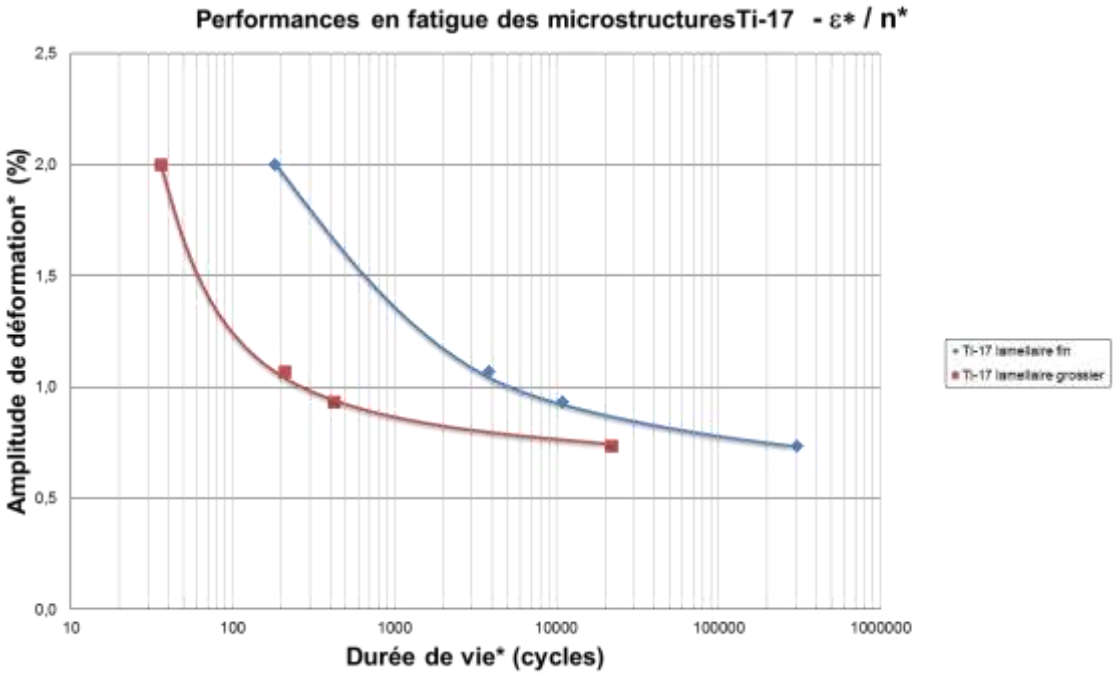
Comme cela pouvait être attendu, ce sont les microstructures « industrielles » bimodales qui sont les plus résistantes en fatigue. Concernant les microstructures lamellaires, conformément à ce qu'annonce Hall [43], c'est précisément celles dont les lamelles sont les plus fines qui présentent les performances en fatigue les plus élevées.

Inversement, la microstructure lamellaire « grossière » présente la résistance à la fatigue la plus faible de ce comparatif. Ce résultat est également obtenu pour les échantillons de Ti-17 à microstructure lamellaire grossière et fine (figure 60.b). Ce comportement traduit ici une bonne résistance à l'amorçage de fissure des fines microstructures. En effet, les interfaces lamelles/matrices sont les principaux sites d'amorçage de fissures. Dans ces structures, plus les lamelles sont grossières et longues, plus la fissure aura une taille initiale importante facilitant ainsi la transition vers sa propagation rapide. La figure ci-dessous montre un exemple de fissure apparue rapidement le long de grandes lamelles ou des colonies de lamelles dans le Ti-17 à microstructure lamellaire grossière. Les fissures ainsi amorcées mesurent déjà plusieurs centaines de microns avant de se propager.

Les microstructures nodulaires et 100% β ont quant à elles des performances en fatigue similaires. L'introduction des nodules semble ne pas jouer un rôle défavorable sur les performances en fatigue.



a



b

Figure 60 : Essais de fatigue sur états métallurgiques industriels et sur microstructures modèles du Ti-5553 (a) et Ti-17 (b). Durée de vie en fonction de l'amplitude de déformation totale imposée lors de l'essai (*données modifiées).

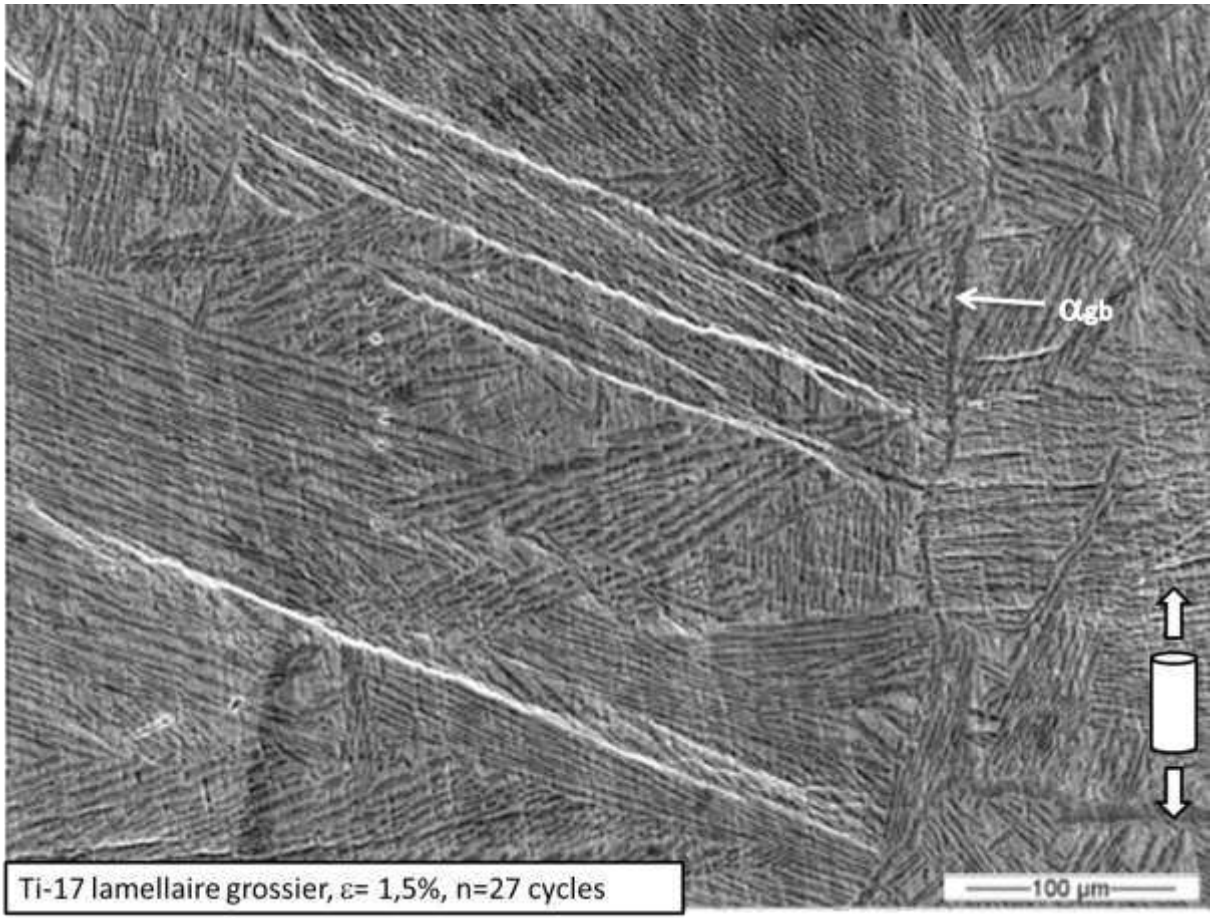


Figure 61 : amorçage de fissures sur éprouvette de fatigue de Ti-17 (microstructure lamellaire grossière).

Il peut paraître surprenant qu'une microstructure lamellaire dont on sait que les propriétés mécaniques conventionnelles établies en traction monotone sont plus élevées que les microstructures nodulaires ou 100% β-métastable conduisent à des performances en fatigue moins bonnes. La longueur initiale des fissures qui peuvent se former est une première raison comme cela vient d'être évoqué. Il faut cependant également considérer le point suivant : Contrairement aux microstructures nodulaire et purement β-métastable, le traitement thermique appliqué aux échantillons pour obtenir des microstructures lamellaires grossières conduit bien souvent également à la création de liserés de phase α_{gb} aux joints de grains. Ces éléments (identifiés figure 61 et figure 62) sont connus pour leur rôle extrêmement néfaste vis à vis de la résistance en fatigue. Il reste parfois quelques structures en « colliers » (nodules α_p relié par un fin liseré de phase α_{gb}) aux joints de grains dans les microstructures nodulaires mais suffisamment discontinues pour que les conséquences en termes d'amorçage de fissure et de propagation ne soient pas sévères.

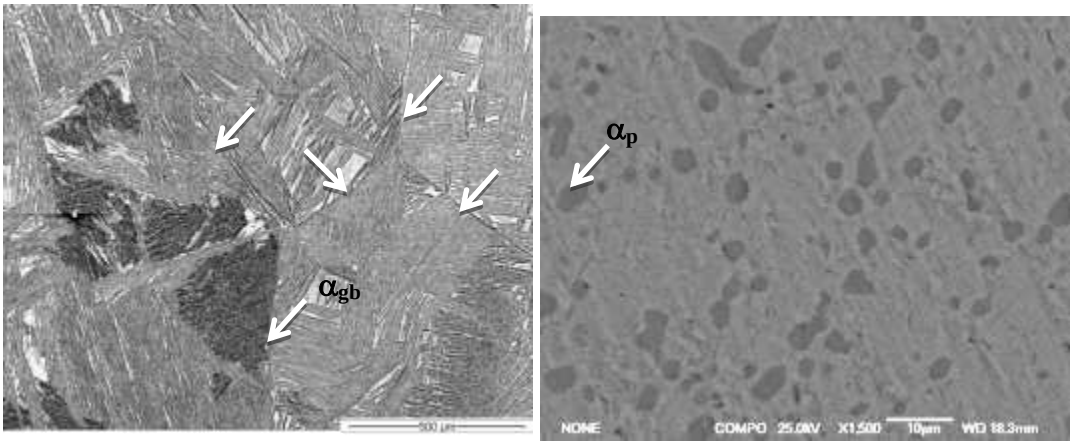


Figure 62 : phase αgb dans la microstructure lamellaire grossière du Ti-5553 et « résidus » de microstructure en colliers dans les alliages nodulaires.

Ces comparaisons se révèleraient incomplètes si l'on ne considérait pas les performances mécaniques de chaque microstructure. Bien que les niveaux de déformation imposés soient identiques pour chaque série d'essais, les contraintes atteintes tout au long des essais par les différents échantillons varient de façon importante avec les différentes microstructures.

La figure 63 présente les durées de vie obtenues expérimentalement pour les différentes microstructures en fonction de la contrainte à mi-durée de vie.

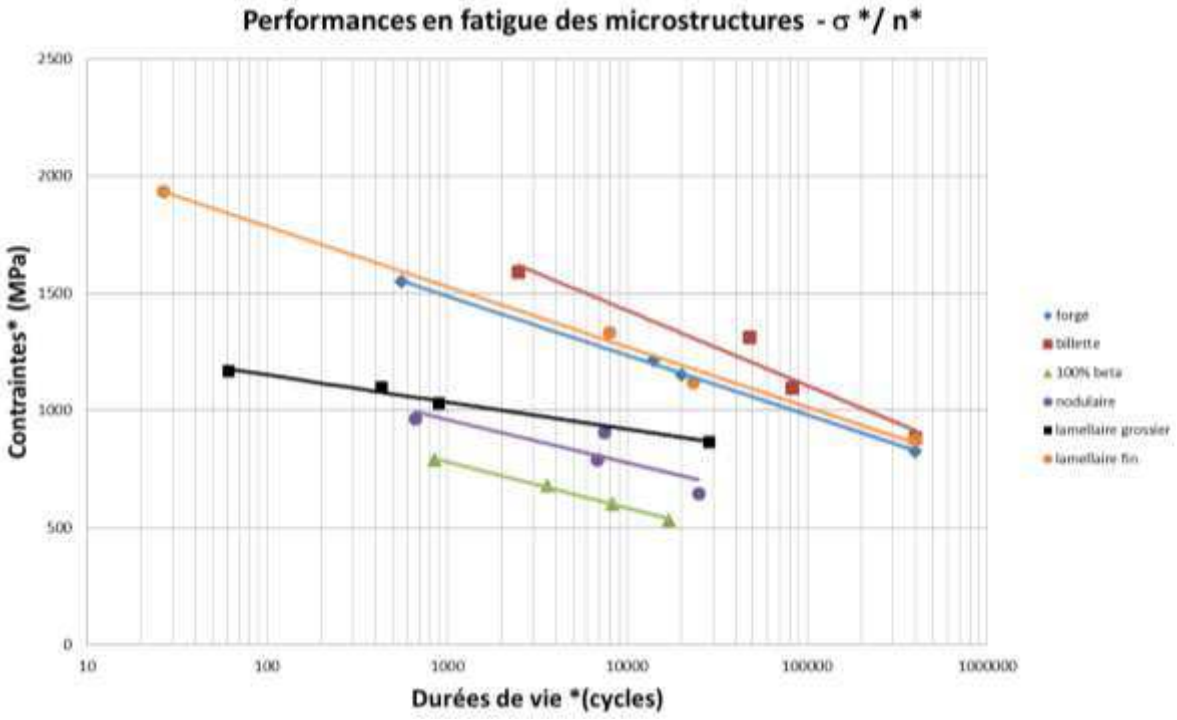


Figure 63 : Performances des microstructures modèles et industrielles en fatigue. Durée de vie en fonction des contraintes moyennes mesurées lors des essais à déformation totale imposée (*données modifiées).

Cette représentation des données permet une nouvelle classification des microstructures. Les alliages à structure bimodale, que l'on considère l'état billette ou forgé, sont largement supérieurs aux microstructures modèles nodulaires ou lamellaires au sens où ce sont elles qui conduisent au meilleur compromis entre niveau de contrainte et durée de vie. L'état billette est encore une fois légèrement plus performant que l'état forgé grâce à la microstructure lamellaire plus fine.

Les alliages aux plus faibles propriétés mécaniques dont les microstructures sont nodulaires ou 100% β présentent une plage de durée de vie similaire aux autres matériaux / structures. Cependant, les contraintes associées restent très faibles ce qui ne permettrait pas de les envisager pour le dimensionnement de la plupart des composants.

Les différentes configurations matériaux / microstructures viennent d'être comparées en termes de durée de vie. Dans le domaine de fatigue exploré, il est généralement admis que la résistance des alliages de titane est surtout associée à la résistance à l'amorçage des fissures. Or identifier les premiers stades d'amorçage est une tâche toujours difficile, les fissures étant très peu nombreuses et de petite taille. Une façon d'aborder ce point consiste à évaluer le nombre de cycles à l'amorçage par différence entre la durée de vie et le nombre de cycles nécessaires à la propagation d'une fissure longue. Cette approche nécessite alors la réalisation d'essais de fissuration

5.Résistance à la propagation de fissures des alliages étudiés.

Des essais de fissuration ont été réalisés selon le protocole défini précédemment (chapitre 3) sur des échantillons de Ti-5553 aux états forgé, 100% β-métastable, avec une microstructure lamellaire grossière et une microstructure lamellaire fine. Les résultats présentés ci-dessous (figure 64) correspondent aux courbes de fissuration $\frac{da}{dN} - \Delta k$ pour chacune de ces microstructures.

L'état métallurgique 100 % β présente clairement la plus grande résistance à la propagation de fissure. Il faut de plus signaler la grande résistance à l'initiation de la propagation de fissure à partir de l'entaille mécanique (étape de préfissuration). Cette résistance globale à la fissuration est principalement due à la grande ductilité associée à cette microstructure qui permet de générer des zones plastiques étendues en fond de fissure ralentissant ainsi la propagation.

Les microstructures lamellaires se caractérisent par une plus faible résistance à la propagation qui est en plus dépendante de la taille des lamelles. Plus les lamelles sont fines, plus la résistance à la propagation chute. Cela est une nouvelle fois lié à la ductilité des alliages et à la trop grand fragilité des microstructures lamellaires fines qui ne peuvent accommoder la déformation et donc rompent extrêmement rapidement.

L'état forgé, par l'introduction de nodules et donc d'une certaine capacité en termes de ductilité, améliore la résistance à la propagation de la microstructure lamellaire fine. Les sous-structures de déformation introduites dans l'état forgé par les opérations thermomécaniques de mise en forme peuvent également jouer un rôle d'obstacle à la propagation de fissure (désorientation locale des mailles cristallines et interfaces).

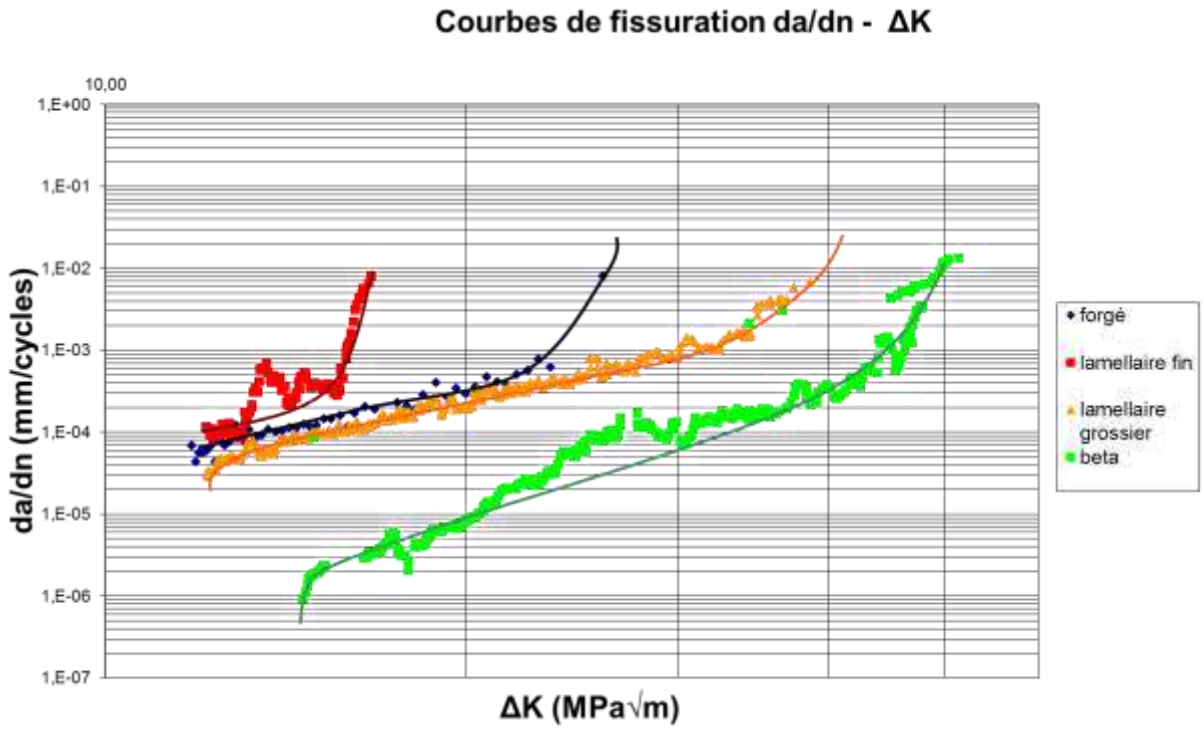


Figure 64 : courbes de propagation de fissure dans les différentes microstructures de l'alliage de titane Ti-5553 à l'état forgé, 100%β, lamellaire fin (a_{wif}) et grossier (a_{wig})

La microstructure forgée semble ici aussi être un excellent compromis entre les différents états métallurgiques car elle conduit à une meilleure résistance à la propagation de fissure que les microstructures lamellaires les plus performantes du point de vue des propriétés mécaniques tout en conservant un haut niveau de caractéristique mécanique.

Les paramètres de la loi de Paris identifiés à partir de ces courbes sont restitués dans le tableau suivant :

$$\frac{da}{dN} = C[\Delta k]^m$$

Équation 5: Loi de Paris (où 2<m<8 pour les alliages métalliques)

Etat métallurgique	C	m
100 % β-métastable	1.10^{-11}	5,41
α_{wi} grossier	9.10^{-9}	3,39
forgé	2.10^{-8}	3,23
α_{wi} fin	8.10^{-11}	5,69

Tableau 21 : Coefficient de la loi de Paris pour chacun des états métallurgiques de l'alliage de Ti-5553.

Le « classement » des microstructures que l'on serait amené à faire à partir de ces résultats de fissuration (propagation de fissures longues) est différent de celui détaillé auparavant pour la fatigue oligocyclique et les problématiques d'amorçage de microfissures. La « meilleure » microstructure, ou plutôt le meilleur compromis entre les différentes propriétés évoquées, dépend du composant envisagé et donc des critères de dimensionnement associés.

6.Synthèse de l'influence des microstructures sur les propriétés mécaniques macroscopiques dans les alliages de titane β-métastable.

Le comportement macroscopique des trois alliages de titane β-métastable étudiés dans ce travail a été caractérisé en traction monotone et en fatigue. Différents états métallurgiques « industriels » et « modèles » ont été considérés pour aider à mieux comprendre l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le niveau de propriétés mécaniques atteint et la durabilité en fatigue.

Selon les états considérés, la microstructure intragranulaire est constituée de deux types d'éléments : les nodules de phase α (α_p) et la matrice β-transformée (constituée de matrice β dans laquelle se développent des lamelles α (α_{wi})). Les distributions spatiale et en taille de ces éléments diffèrent d'un cas à l'autre.

Aux joints de grains, on retiendra l'existence de deux principaux types de microstructure : les joints de grains sous la forme d'un liseré α (α_{gb}) et les colliers de nodules α (α_p). Ces morphologies n'influent pas ou peu sur le niveau de propriétés mécaniques ($Re_{0,2}$, R_m). Elles ont par contre un rôle néfaste marqué sur les processus d'endommagement : un liseré continu de phase α_{gb} favorise significativement l'amorçage et la propagation de fissures alors qu'une structure de type « collier de nodules » est moins pénalisante.

Nous avons choisis la microstructure modèle 100% β-métastable comme point de référence pour notre étude. Cet état microstructural présente sans surprise les propriétés mécaniques ($Re_{0,2}$, Rm) les plus faibles du panel mais une ductilité très importante (~30%). En fatigue, les contraintes maximales atteintes sont, en toute logique, également faibles (figure 63) pour les niveaux de déformation totale imposée choisis. Cependant, la très grande ductilité associée à cette microstructure favorise le cumul de déformation plastique cycle

après cycle sans que des fissures ne se forment trop rapidement. La durée de vie obtenue est alors comparable à celle des autres alliages (figure 60).

Pour toutes les autres microstructures, le développement de lamelles et/ou de nodules de phases α aboutit au durcissement du matériau et à la réduction de sa ductilité :

- La structure entièrement « nodulaire » présente des performances mécaniques légèrement supérieures à celles de la structure 100% β. En fatigue, les durées de vie sont similaires pour un niveau de contrainte atteint supérieur d'environ 150 MPa. Bien que l'effet soit significatif, les niveaux de contraintes restent trop bas pour envisager une quelconque application sur pièce haute résistance. Le traitement thermique appliqué depuis l'état forgé pour obtenir cette microstructure a maintenu le taux de phase nodulaire déjà présent à l'origine (de 20 à 25 %). Une fraction plus importante de nodules pourrait éventuellement améliorer encore les propriétés mécaniques. Des traitements thermiques adaptés permettraient d'obtenir cela. Il est cependant probable que l'on ne puisse atteindre des niveaux de propriétés analogues aux structures lamellaires ou bimodales.
- À l'opposé, la morphologie entièrement β-transformée est la plus intéressante pour l'amélioration des propriétés mécaniques en traction comme en fatigue. La taille des lamelles α_{wi} se développant au sein de la matrice β va gouverner l'augmentation des propriétés mécaniques ainsi que la réduction de la ductilité. Plus la microstructure est fine, plus la limite d'élasticité et la limite à rupture sont élevées. La contrepartie est alors une ductilité réduite voire très faible. Ces microstructures ont un comportement en fatigue ne permettant pas leur utilisation pour des pièces de sécurité. En effet, la rupture lors des essais pratiqués est intervenue très rapidement (une dizaine de cycle maximum) et la sensibilité à l'augmentation du niveau de déformation est très importante laissant présager le pire sur une pièce dans le cas d'une surcharge.
- Les microstructures bimodales permettent d'atteindre des performances mécaniques en traction élevées et du même ordre que celles caractérisant les microstructures lamellaires fines. La présence de nodules engendre un gain en ductilité significatif ce qui favorise également une très bonne tenue en fatigue. Ce sont ces microstructures qui présentent de très loin les meilleures durées de vie pour un niveau de contrainte donnée (figure 63). Pour ces états, c'est une fois de plus la taille des lamelles de la matrice β-transformée qui va gouverner les propriétés mécaniques de l'alliage. La réduction de durée de vie de l'état forgé par rapport à l'état billette reste cependant limitée.

Pour mieux comprendre comment ces microstructures influencent à ce point les propriétés mécaniques macroscopiques, il convient d'étudier les mécanismes de déformation. Une telle analyse est présentée dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Influence des microstructures sur les mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable.

Chapitre 4 : Influence des microstructures sur les mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable.

1.Introduction

Le chapitre 3 a permis d'évaluer l'influence de l'état métallurgique des alliages β-métastable considérés dans cette étude sur leurs propriétés mécaniques macroscopiques et de proposer une hiérarchie de ces microstructures en fonction de leurs performances en traction et en fatigue. Cette analyse s'est appuyée sur les effets plus ou moins détaillés dans la littérature des diverses configurations combinant structures lamellaires et/ou nodulaires. Comprendre plus précisément ces effets nécessite, notamment, l'analyse des mécanismes élémentaires de déformation plastique qui agissent lors de sollicitations monotones et/ou cycliques. Des études peuvent être réalisées pour cela à différentes échelles en s'appuyant sur l'utilisation de différents moyens expérimentaux. Les techniques de microscopie optique, électronique à balayage ou encore électronique en transmission sont plus ou moins adaptées pour suivre les mécanismes de déformation de l'échelle macroscopique (déformation des grains) à l'échelle des défauts cristallins (mouvement des dislocations).

Le comportement plastique est particulièrement sensible aux obstacles métallurgiques (précipités, lamelles, interfaces, …) aptes à retarder voire empêcher le mouvement des dislocations. Dans le cas extrême correspondant à nos microstructures 100% β-métastable, les dislocations ne rencontrent que peu d'obstacles. Il en résulte un comportement mécanique très ductile et de faibles propriétés mécaniques ($\sigma_{0,2}$, UTS).

Pour toutes les autres microstructures que nous avons étudiées, quelles que soient les distributions monomodales ou multimodales des précipités α, quelles que soient leur taille et forme, les propriétés mécaniques ($\sigma_{0,2}$, UTS) sont plus élevées et la ductilité plus faible.

Trois échelles doivent être considérées alors pour l'analyse des mécanismes de déformation dans les microstructures référencées au cours de l'étude (chapitre 2) : les grains β, les nodules α et la matrice β-transformée. Les moyens d'analyse les plus adaptés à ces trois échelles diffèrent. Le suivi des processus de déformation à l'échelle des grains β de grandes tailles se fera plutôt par microscopie optique alors qu'à l'échelle des nodules, le MEB sera plus adapté. L'échelle la plus fine des lamelles au sein de la matrice nécessite l'utilisation d'un MET. Cette dernière partie a été prise en charge dans le cadre du projet PROMITI par N. Escale (CEMES – Toulouse) lors de ses travaux de thèse. Aux analyses « classiques » des structures de dislocations, il ajoute des expériences de déformation *in-situ* sous MET très utiles pour mieux comprendre la mobilité de ces dislocations face aux obstacles microscopiques de toutes natures. Il sera fait appel dans la suite du manuscrit à certains des résultats qu'il a établi pour alimenter la discussion.

Dans le cadre de notre étude, nous nous intéresserons finalement aux deux premières échelles : l'échelle des nodules pour laquelle les mécanismes de déformation élémentaires correspondent aux bandes de glissement et celle plus macroscopique pour laquelle les différences de comportement de grain β à grain β seront étudiées.

À l'instar de ce qui a été réalisé à l'échelle des dislocations par N.Escalé, des analyses après décharge et *in situ* sous charge ont été réalisées. Elles correspondent à :

- Des essais interrompus à différents niveaux de déformation avec des observations (optique et MEB) après décharge afin d'identifier les différents processus (système de glissement, …) de déformation plastique.
- Des essais de traction monotone réalisés *in situ* dans l'enceinte d'un MEB afin de pouvoir suivre « en temps réel » l'apparition et la propagation de différentes bandes de glissement précédemment identifiées.
- Des essais de fatigue interrompus à différents nombres de cycles avec suivi des processus d'endommagement en surface.

2.Moyens techniques et approches expérimentales dédiés à l'analyse des mécanismes de déformation.

L'observation « post mortem », ou plus précisément après décharge mécanique, est le moyen le plus courant d'analyse des états de déformation et/ou d'endommagement. Les échantillons sont alors étudiés après un nombre de cycles donnés, après qu'une déformation plastique d'une certaine amplitude soit atteinte ou bien encore à rupture.

La pratique des essais *in situ* sous MEB, moins courante, est une méthode employée depuis plusieurs années au Département de Physique et de Mécanique des Matériaux de l'ENSMA (Poitiers) pour suivre l'évolution des états de déformation et d'endommagement directement sous charge.

La démarche expérimentale pour les différents types d'essais est décrite dans les paragraphes suivants.

3.Essais de traction interrompus à différents stades de déformation.

La première étape de caractérisation des mécanismes de déformation devait permettre la mise en évidence des processus à étudier, la détermination d'une (des) échelle(s) pertinente(s) à (aux) laquelle (auxquelles) il fallait focaliser les analyses et ceci dans un domaine d'amplitude de déformation globalement compatible avec des sollicitations de type fatigue. Pour cela de multiples essais de traction « interrompus » ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques et des micro-éprouvettes. Le taux de déformation plastique correspondant à ces essais a été préalablement choisi. Les valeurs suivantes (0,2%, 0,5%, 0,8%, 1% et 2%) ont été imposées.

Parmi ces essais, ceux réalisés sur les micro-éprouvettes (figure 65) permettent dans le même temps des calibrations et étalonnages nécessaires à la réalisation des essais *in situ* dans la chambre du MEB. En effet, afin notamment de laisser le libre accès à l'observation de la surface utile, les éprouvettes sollicitées dans l'enceinte du MEB ne sont pas instrumentées avec un extensomètre. Il faut alors piloter les essais en ne disposant que des informations fournies par la cellule de charge et le déplacement des mors (mesuré par un capteur de déplacement de type LVDT) de la machine.

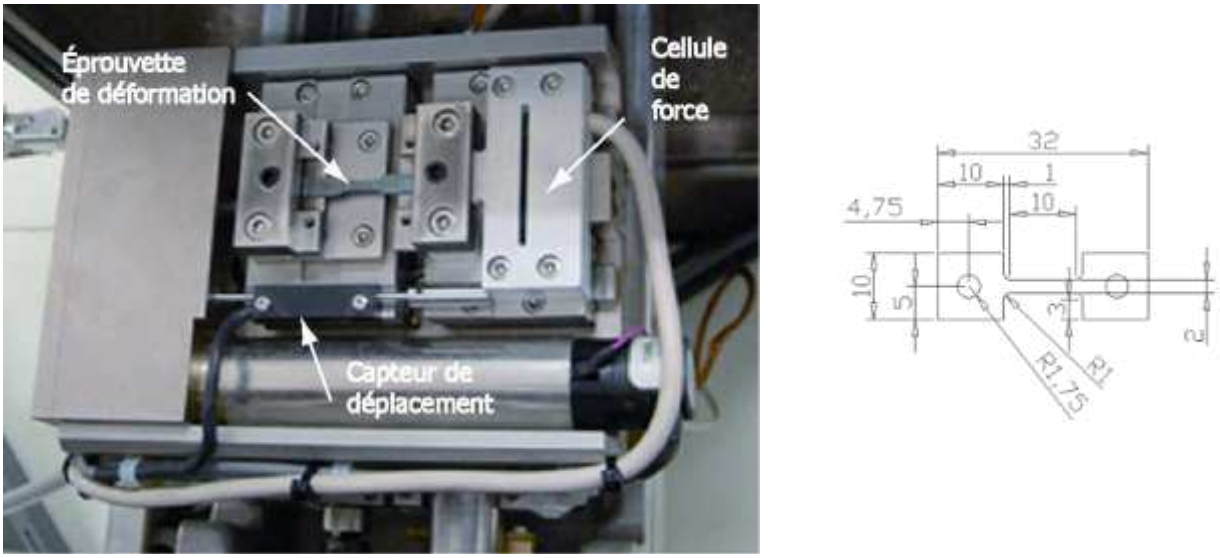


Figure 65 : Micromachine de traction et schéma d'une micro-éprouvette de traction.

L'analyse des mécanismes de déformation est sur le principe d'autant plus aisée que les éprouvettes utilisées présentent de grandes surfaces planes. Elles doivent cependant être de dimensions réduites pour être compatibles avec les dimensions de la machine de traction et ses capacités en charge (maximum 5kN) que l'on place dans l'enceinte du MEB (présentée figure 65). Les éprouvettes utilisées sont conçues spécifiquement pour les essais de traction *in situ* (32 mm de longueur dont 10 mm de partie utile pour une largeur de 2 mm), fines (1 mm d'épaisseur) et dotées d'une large surface d'observation (section rectangulaire).

Les essais interrompus à déformation imposée sont réalisés *ex situ* sur banc d'essais conventionnel avec un extensomètre à couteaux fixé sur la partie utile de l'éprouvette. Des marqueurs physiques sont également apposés en face arrière de l'éprouvette permettant un contrôle par mesure optique du taux de déformation plastique à la fin de l'essai.

Une fois les essais réalisés, les échantillons sont observés sous loupe binoculaire à fort grossissement, sous microscope optique et également sous MEB pour identifier les processus de déformation activés à différentes échelles. Certains échantillons sont également déformés dans les mêmes conditions puis transmis pour les analyses MET réalisées au CEMES par N. Escalé [62].

a.Essais de traction in situ dans le MEB.

Rechercher les éléments microstructuraux où les processus de plasticité apparaissent en premier lieu était une priorité. Pour ce faire des essais de traction *in situ* sous MEB permettant de suivre en « temps réel », sous charge, et à une échelle microscopique l'évolution de l'état de déformation des éprouvettes ont été mis en place.

Le principe même du fonctionnement de l'imagerie électronique à balayage ne permet pas une acquisition continue suffisamment rapide pour un suivi permanent et complet de l'essai. La réalisation de l'essai par arrêts successifs conduit cependant à une bonne description des phénomènes plastiques dans le temps. En effet, lors des essais, des phénomènes de relaxation peuvent intervenir et sont enregistrés sur la courbe des efforts. Cependant, une stabilisation à un régime stationnaire s'opère rapidement et aucun phénomène ne perturbe l'observation. Plus les observations seront rapprochées et plus le suivi s'apparente à un suivi continu.

Lors de l'essai, seul le déplacement des mors et la force exercée peuvent être contrôlés. Une déformation croissante sera appliquée à l'échantillon jusqu'à l'obtention du niveau de force (ou de contraintes) souhaité. En marquant un palier (arrêt du déplacement des mors), l'acquisition d'une image MEB devient possible. Il suffit alors de capturer une image sur les différentes zones d'intérêt avant d'appliquer un incrément de charge (reprise du déplacement des mors). En multipliant ces étapes, on constitue alors une collection d'images pour les différentes zones qui permettra par la suite d'analyser les phénomènes dans le temps en fonction du niveau de contrainte appliquée à l'éprouvette et du niveau de déformation atteint. La réalisation d'un « film » est même possible par l'assemblage de ces images.

Ce type d'essais et de procédure a été largement éprouvé ces dernières années au Département de Physique et Mécanique des Matériaux de l'institut P' pour différentes classes d'alliages (aciers inoxydables, superalliages base nickel, alliages de titane, …) [77]. Concernant les alliages de titane, des études portant notamment sur le Ti-64 et le Ti-6242 [49] ont permis de caractériser l'apparition et le développement de la plasticité en particulier à l'échelle des nodules de la phase α primaire. Ces résultats serviront de base de comparaison à ceux que nous avons obtenus sur les alliages β-métastable.

L'analyse de l'ensemble des images obtenues aux différentes étapes de l'essai couplée à l'acquisition des données cristallographiques par EBSD permet en outre une caractérisation plus complète des processus de déformation. En particulier la nature des systèmes de glissement activés peut être identifiée comme cela a déjà été fait pour le Ti-64 (figure 66).

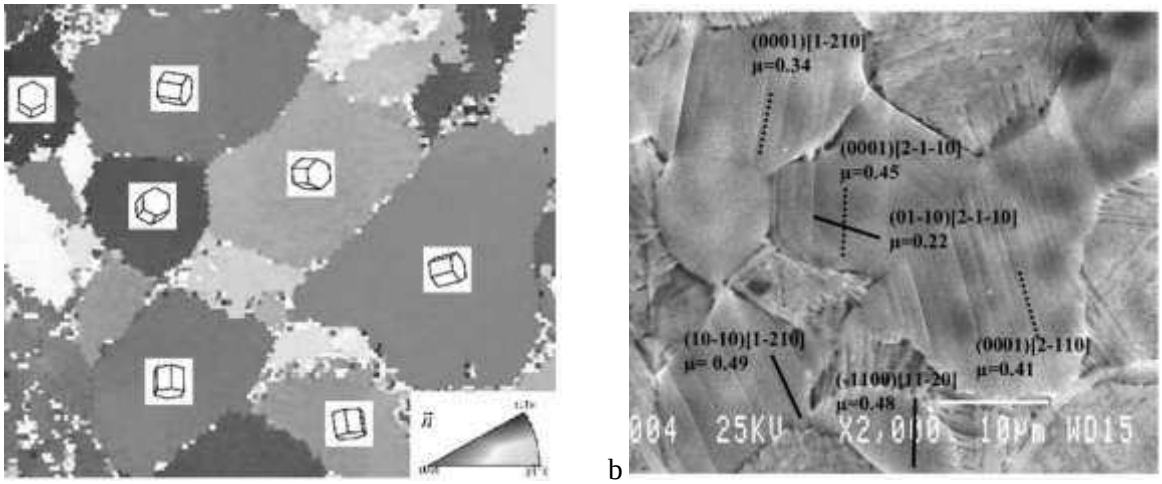


Figure 66 : cartographie EBSD (a) et identification des systèmes de glissement activés (b) [52].

b.Essais de fatigue interrompus.

La caractérisation des processus de déformation et d'endommagement en fatigue est souvent fondée sur l'observation notamment au MEB du fût des éprouvettes, à rupture comme à différents stades de la durée de vie. L'utilisation d'éprouvettes cylindriques à méplats permet en outre d'associer des informations cristallographiques à partir de cartographies EBSD.

La densité surfacique de fissures dans les alliages de titane étant généralement faible, voire très faible, il a également été décidé d'utiliser des éprouvettes à section carrée (figure 67) afin d'augmenter considérablement les surfaces planes permettant l'analyse conjointe par EBSD et imagerie conventionnelle [49].

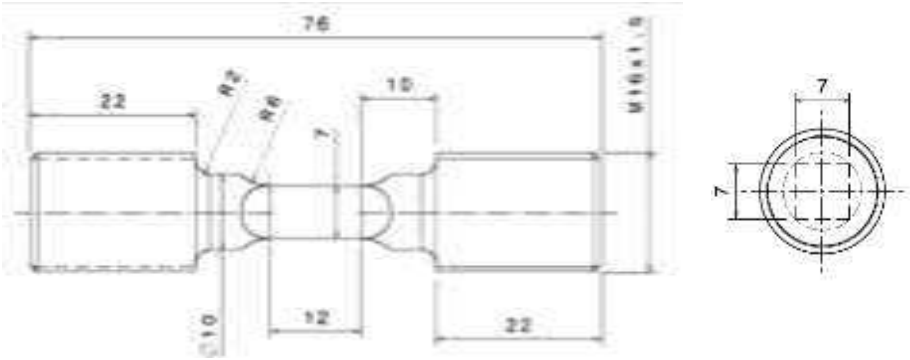


Figure 67 : Schéma des éprouvettes à section carrée utilisées pour la fatigue interrompue.

Les essais ont été réalisés à 20°C sous air. Le niveau de déformation totale choisi pour ces essais est de ε^*_t=0,9 % correspondant à une déformation macroscopique « purement » élastique associée à un niveau élevé de contrainte uniaxiale. Grâce aux données précédentes établies à partir des essais conduits jusqu'à rupture, la durée de vie peut être estimée et des arrêts programmés. Bien que peu d'études le montrent, la durée de vie en fatigue des alliages de titane est généralement partitionnée de la façon suivante : 80% à 90% de la durée de vie

correspond à la phase d'amorçage de fissures et 10 à 20% à leur propagation. Les arrêts ont donc été programmés à 25, 50, 60, 70 et 75 % de la durée de vie estimée.

L'utilisation d'éprouvettes à section carrée permet alors de réaliser des observations sur les quatre larges surfaces disponibles et également, grâce à une préparation adaptée, de collecter par EBSD des données cristallographiques dans les zones d'intérêt. L'identification des mécanismes de déformation, voire d'endommagement, devient alors possible.

De la même façon que pour les essais de traction *in situ*, un montage des images réalisées à chaque arrêt peut permettre la reconstitution de séquences intégrant amorçage et propagation des fissures. On peut ainsi identifier les premiers stades d'amorçage des fissures et analyser le site initial de l'amorçage de la fissure.

4.Identification des mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable.

Avant de réaliser des expériences *in situ* en chambre MEB ou avec un suivi optique, de multiples analyses se doivent d'être réalisées à partir d'expériences conduites *ex situ* afin de cibler et réaliser au mieux les essais et analyses à développer *in situ*, plus délicats et très consommateurs en temps.

a.Essais de déformation ex situ : calibration et courbes étalon.

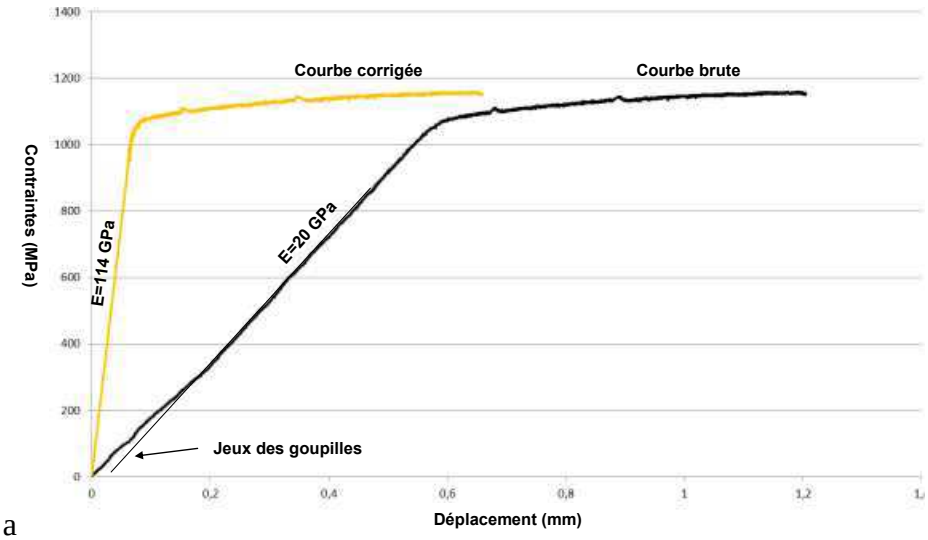
La micromachine de traction présentée précédemment et utilisée pour les essais *in situ* est, de par sa conception, particulièrement « souple ». Cela affecte directement les courbes force / déplacement que l'on acquiert et impose de mettre en place une procédure adaptée de correction des effets élastiques dûs au montage.

Le premier graphique proposé ci-dessous (figure 68.a) présente les données expérimentales telles qu'elles sont collectées lors d'un essai de traction qu'il soit réalisé *ex situ ou in situ*. À noter qu'ici c'est directement la contrainte (force rapportée à la section initiale) qui est reportée, les corrections à réaliser ne concernant que les aspects relatifs au calcul de la déformation de la partie utile de l'éprouvette à partir des déplacements mesurés entre mors. Le module d'Young calculé à partir de cette courbe en considérant la longueur utile de l'éprouvette à 10 mm est de l'ordre de 20 GPa. Ce résultat brut montre combien la souplesse de l'ensemble du montage (mors, ligne, machine) influence les résultats (module E du titane de 100 à 120 GPa).

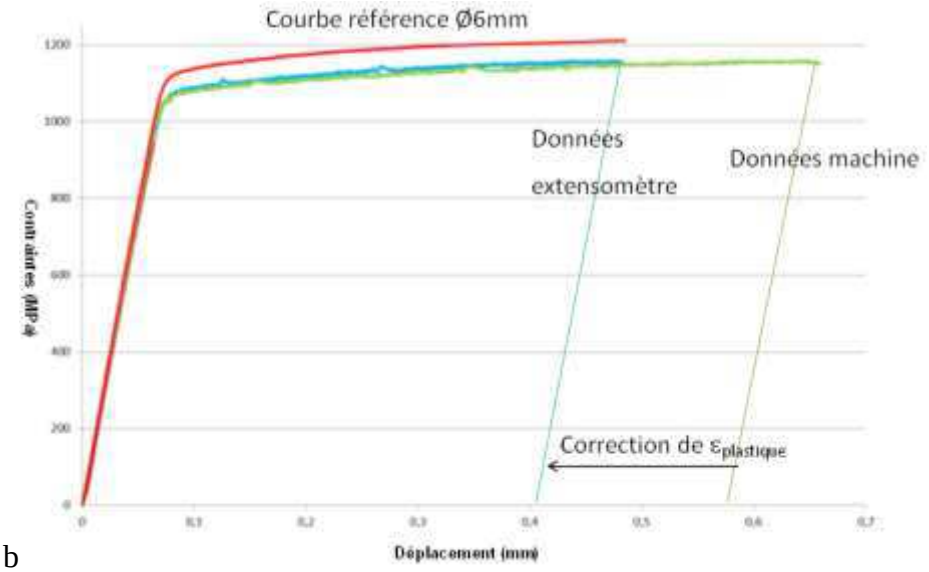
Pour remédier à cela, les données sont numériquement corrigées. La déformation « apparente » mesurée est la somme des déformations (élastique puis plastique) de la partie utile de l'éprouvette, de la déformation élastique des têtes de l'éprouvette et dans l'ensemble du montage entre les mors de la machine. On soustrait alors la déformation apparente élastique (prise en compte du module d'Young apparent ~20 GPa) que l'on remplace par la

suite par une déformation élastique prenant en compte un module de 114 GPa conformément aux résultats usuels dans la littérature et aux essais mécaniques décrits dans le chapitre 3.

Une seconde correction est apportée pour prendre en compte le « pied » de courbe dont le caractère variable d'un essai à l'autre est relatif aux jeux mécaniques entre les têtes de l'éprouvette et les deux goupilles. Un décalage du zéro de déformation est introduit en calculant une « pente élastique » dans le domaine 400~800 MPa pour lesquels les jeux sont totalement compensés et la plasticité non encore active. À noter que ces différentes procédures ont été largement validées par des mesures effectuées sur le même montage avec des éprouvettes en titane sur lesquelles des jauges de déformation avaient été ajoutées. La courbe ainsi corrigée est reportée sur la figure 70.a.



a



b

Figure 68 : Courbe de traction et correction des données machine (déplacement des mors) par prise en compte de l'élasticité de la machine et du montage (a) et comparaison des résultats corrigés, des résultats de l'extensomètre placé sur l'éprouvette et d'une courbe de traction de référence obtenue lors d'un essai de traction monotone sur une éprouvette ∅6 mm (b).

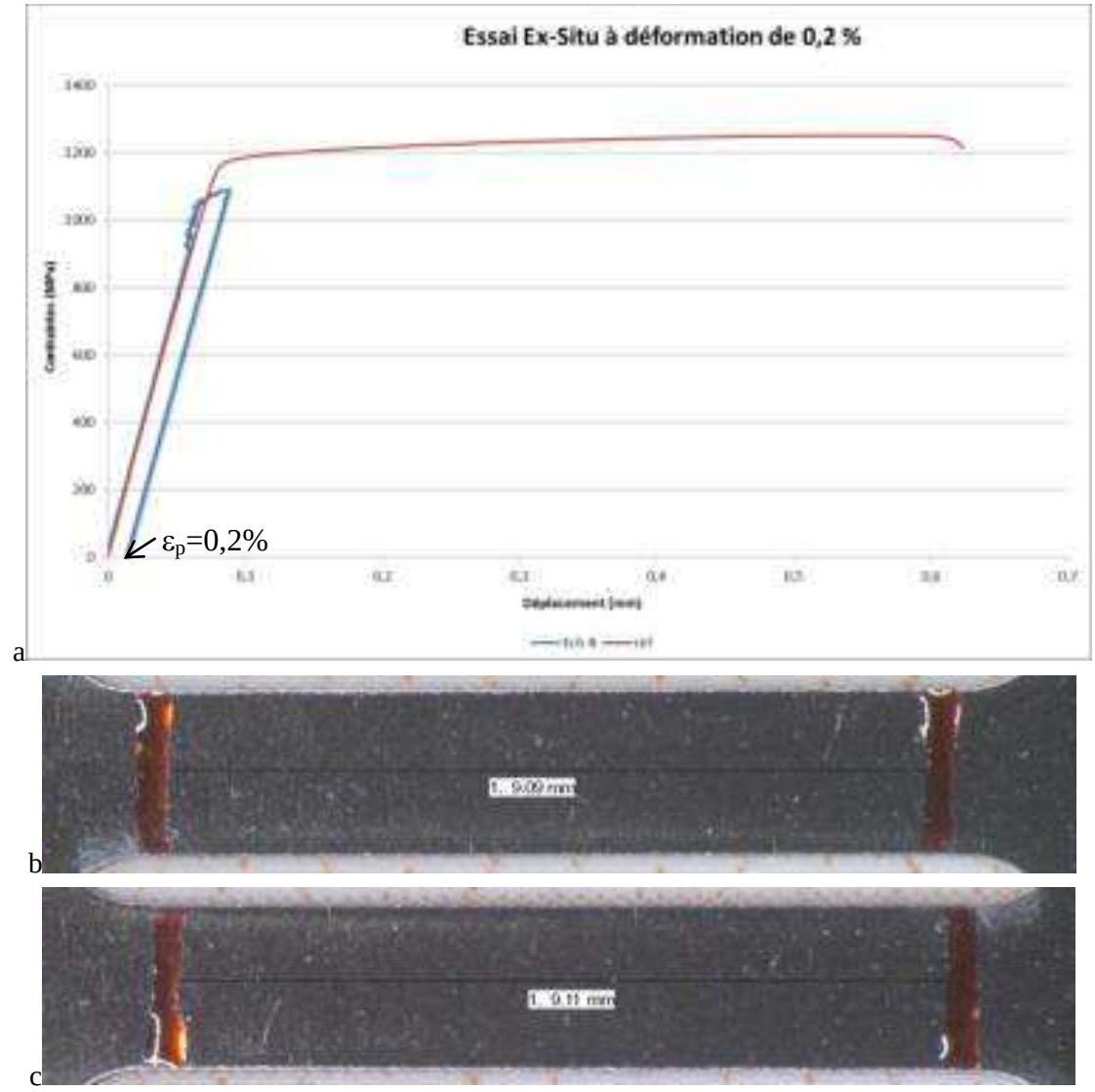
Cette courbe corrigée est également reportée sur la figure 68.b avec celle obtenue à partir du signal renvoyé par un extensomètre fixé sur la partie utile (courbe « vraie »). La comparaison montre qu'une correction est encore à apporter cette fois-ci sur la partie plastique de la courbe de manière à ce que la déformation plastique atteinte à l'issue de l'essai soit la bonne (mesurée par extensomètre, mais également par suivi de marqueurs). Cette correction a pour objet de faire correspondre la dernière mesure de déplacement par LVDT entre mors et la mesure *post-mortem* réalisée grâce aux marqueurs physiques.

Cette modification des données permet de superposer la courbe des données corrigées à la courbe « vraie » tracée grâce aux données de l'extensomètre fixé sur la partie utile. La figure 68.b illustre ce résultat. La différence entre la courbe « vraie » établie à partir de l'extensomètre et celle corrigée à partir des LVDT entre mors est très faible. Une courbe de « référence » établie de façon standard à partir d'une éprouvette de diamètre 6 mm testée sur banc d'essais conventionnels est également reportée. L'écart de contrainte est dans ce cas à mettre sur le compte des effets de taille des éprouvettes d'une part et à une certaine variabilité des résultats dans le cas des éprouvettes à petite section (le nombre de grains β étant dans l'épaisseur très faible dans ce cas).

Nous avons pu ainsi établir une méthode qui permet à tout moment de l'essai (hors striction) d'établir la correspondance entre les informations issues de la micromachine de traction (signal LVDT, force) et les données obtenues directement sur la partie utile. Cette méthode appliquée dans le cadre des essais de déformation *in situ* pour lesquels il n'est pas possible de fixer un extensomètre sur la partie utile permet de maitriser les niveaux de déformation vus par l'éprouvette.

b.Essais de déformation ex situ : Identification des mécanismes de déformation à l'échelle des grains β.

Des micro-éprouvettes ont ainsi pu être déformées à des niveaux de déformation plastique préalablement choisis (0,2%, 0,5%, 0,8%, 1% et 2%) pour observations sous microscopie optique, électronique à balayage et électronique à transmission (N. Escalé – CEMES – Toulouse) [62]. Certains échantillons ont été préparés spécifiquement pour les analyses MET. Dans ce cas, les niveaux de déformation plastique étaient faibles (0,05% et 0.1%) pour favoriser l'analyse des structures de dislocations et la mise en place d'essais de déformation *in situ* sous MET à partir d'états pré-déformés bien contrôlés [62]. La figure 69 donne un exemple pour un essai dont l'objectif en termes de déformation plastique était de 0,2%.



a

b

c

Figure 69 : (a) Courbes d'un essai *ex situ* sur Ti-5553 : arrêt de l'essai à un niveau de déformation plastique résiduel de 0,2% selon la méthode présenté au paragraphe précédent. Vérification après essai par mesure sous loupe binoculaire grâce à l'utilisation de marqueurs physiques avant (b) et après essai (c) : $(L-L_0)/L_0 = (9,11-9,09)/9,11 = 0,22\%$.

Ces échantillons avaient été préalablement préparés par polissage mécanique avec une étape de polissage de finition (polissage OPS) pour la réalisation d'analyses microscopiques. Les observations ont tout d'abord été réalisées sous une loupe binoculaire à des grossissements allant de x0,75 à x6 sur du Ti-5553 dans les états forgé et billette ainsi que sur du Ti-17 et du Ti-10-2-3 forgé. Comme nous pouvons le constater sur la figure 70.a correspondant à un échantillon de Ti-5553 forgé après une déformation plastique imposée de 1%, un relief très marqué est observable tout le long de l'éprouvette.

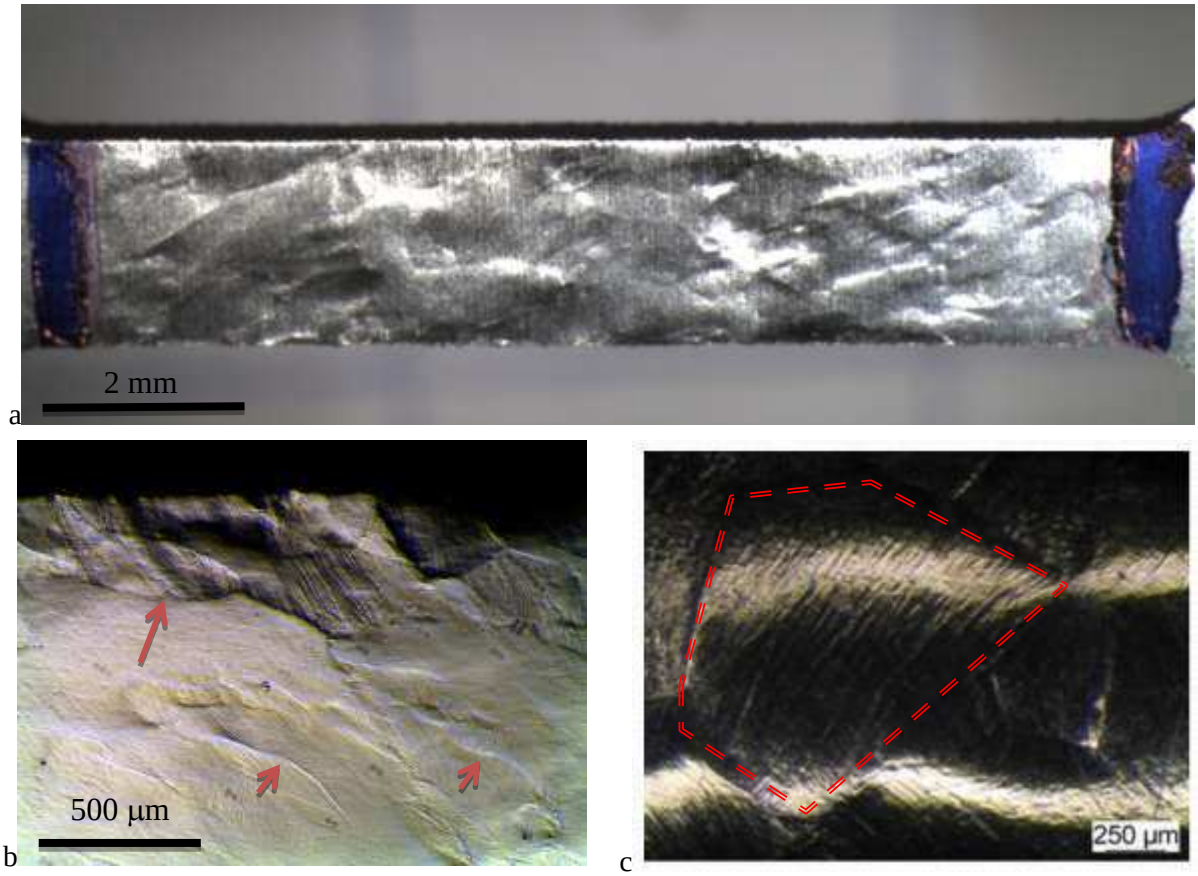


Figure 70 : Etat de surface d'un échantillon de Ti5553 forgé après déformation plastique de 1% : intégralité de la partie utile(a) et observation à plus fort grandissement de la déformation (b) ; Observation similaire sur le fut d'une éprouvette de traction ∅6mm de Ti-17 non rompue (c).

Ce type de relief a également pu être observé sur les parties utiles d'éprouvettes de traction ∅6mm non rompues des différents alliages (Ti-5553, Ti-17 et Ti-10-2-3) comme l'illustrent les figure 70.b et c. Il correspond directement à la microstructure des grains β pour chaque alliage. On reconnait en effet aisément les contours de ces grains comme sur les images des différentes structures des alliages présentées au chapitre 2 (figure 35 et figure 37.a pour le Ti-5553 et figure 45.a et b et figure 48 pour le Ti-17). Ce relief sur les microstructures Ti-5553 et Ti-10-2-3 est très hétérogène (taille des zones en creux ou en relief) et les contours laissent apparaître des formes de grains suivant une direction préférentielle liée à la direction de forgeage. Les éprouvettes de Ti-17 présentent quant à elles un relief plus régulier avec des contours plus géométriques rappelant l'aspect polygonal des grains.

À faible taux de déformation le relief ne concerne que certaines zones de l'éprouvette qui apparaissent en creux et striées. Le reste de l'éprouvette semble conserver sa planéité et son état poli miroir initial. Les différences de hauteur entre les zones semblent peu importantes et les joints des grains β sont peu marqués. La figure 71 illustre ce point pour le Ti-5553 pour 4 niveaux de déformation plastique différents.

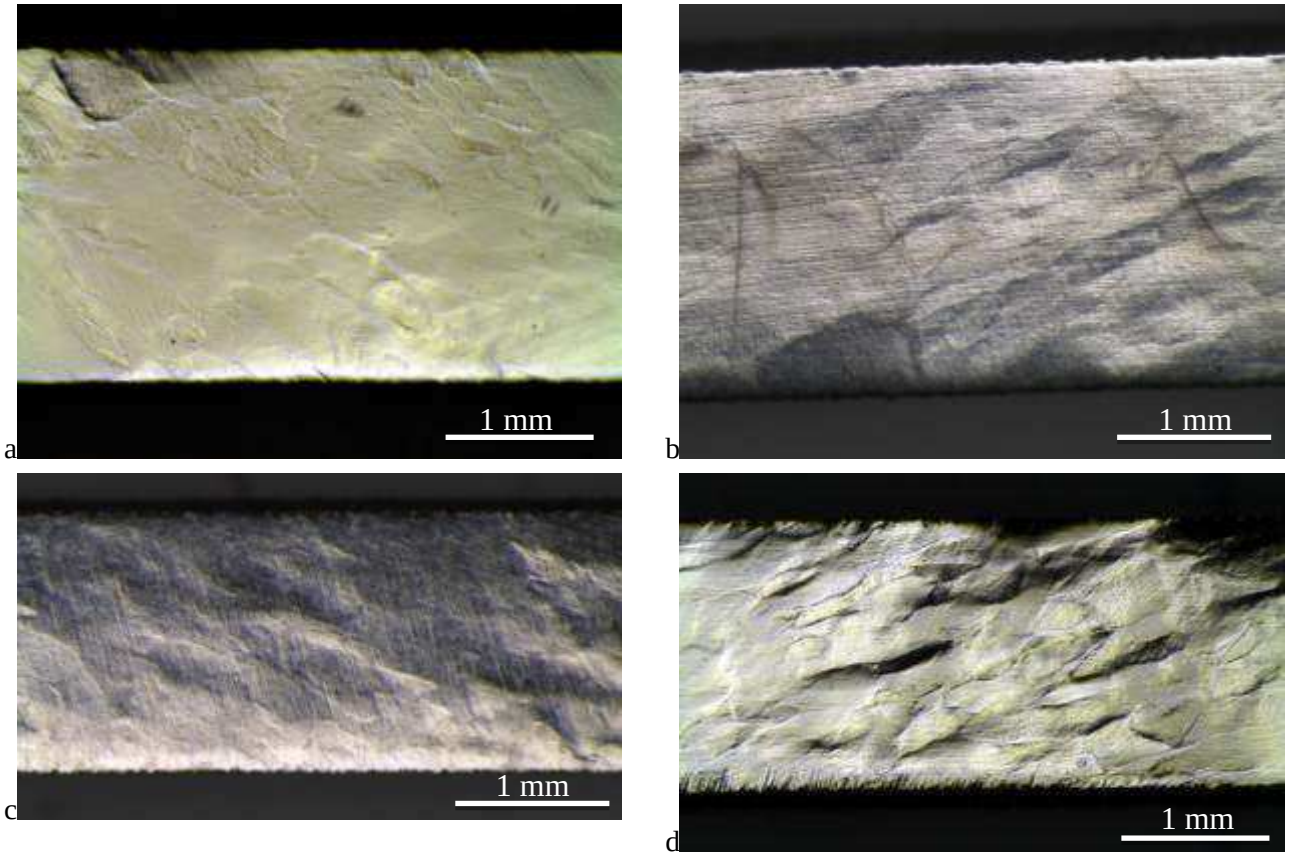


Figure 71 : Observations du relief généré par la déformation plastique sur des micro-éprouvettes de Ti-5553 forgé : niveau de déformation plastique résiduel de 0,2% (a), 0.5% (b), 0,8 % (c) et 2% (d).

Avec l'augmentation du taux de déformation, le relief s'étend à toute la partie utile et s'intensifie. Les variations de hauteur entre deux grains deviennent de plus en plus importantes, les contours des grains étant alors de plus en plus marqués.

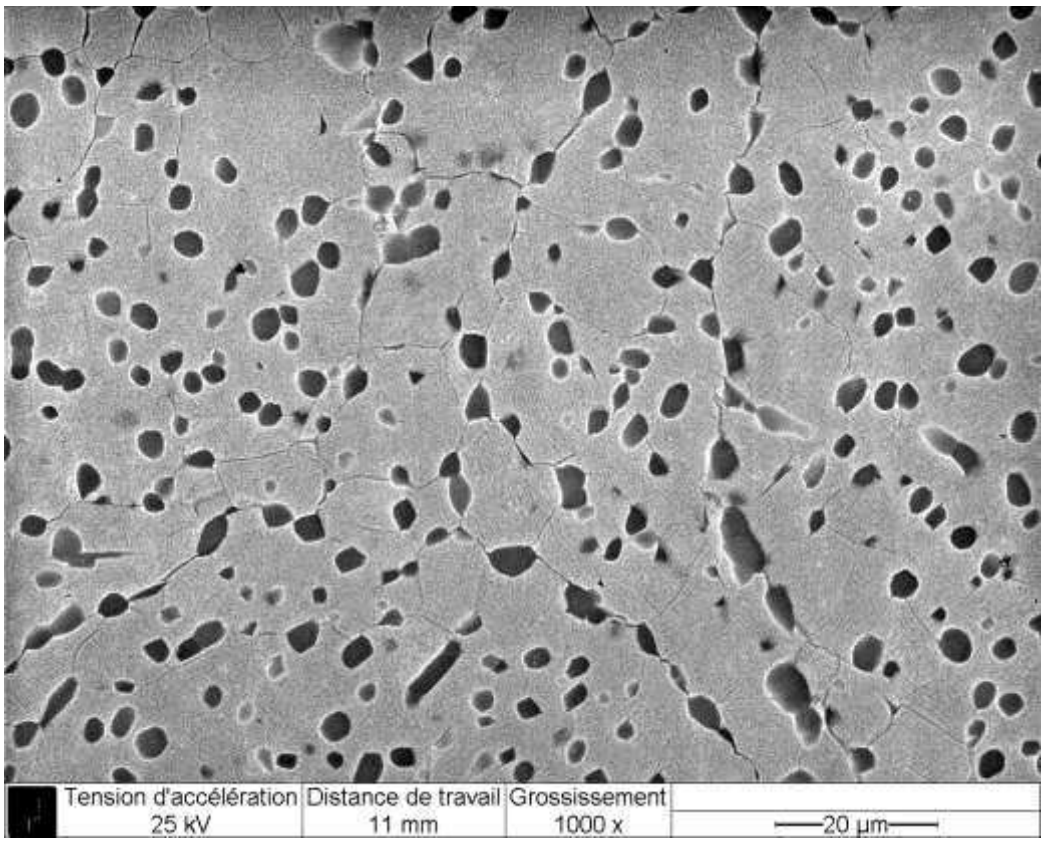
Dans tous les cas, on peut supposer qu'un tel relief est le résultat d'une forte variation de comportement mécanique d'un grain β à un autre grain β. Dans de tels cas, les joints de grains permettent une accommodation de la déformation grâce à des mécanismes de glissement aux joints (figure 24). Les grains peuvent alors subir une légère rotation participant à l'apparition du relief.

c.Essais de déformation ex situ : étude des mécanismes de déformation à l'échelle des nodules α.

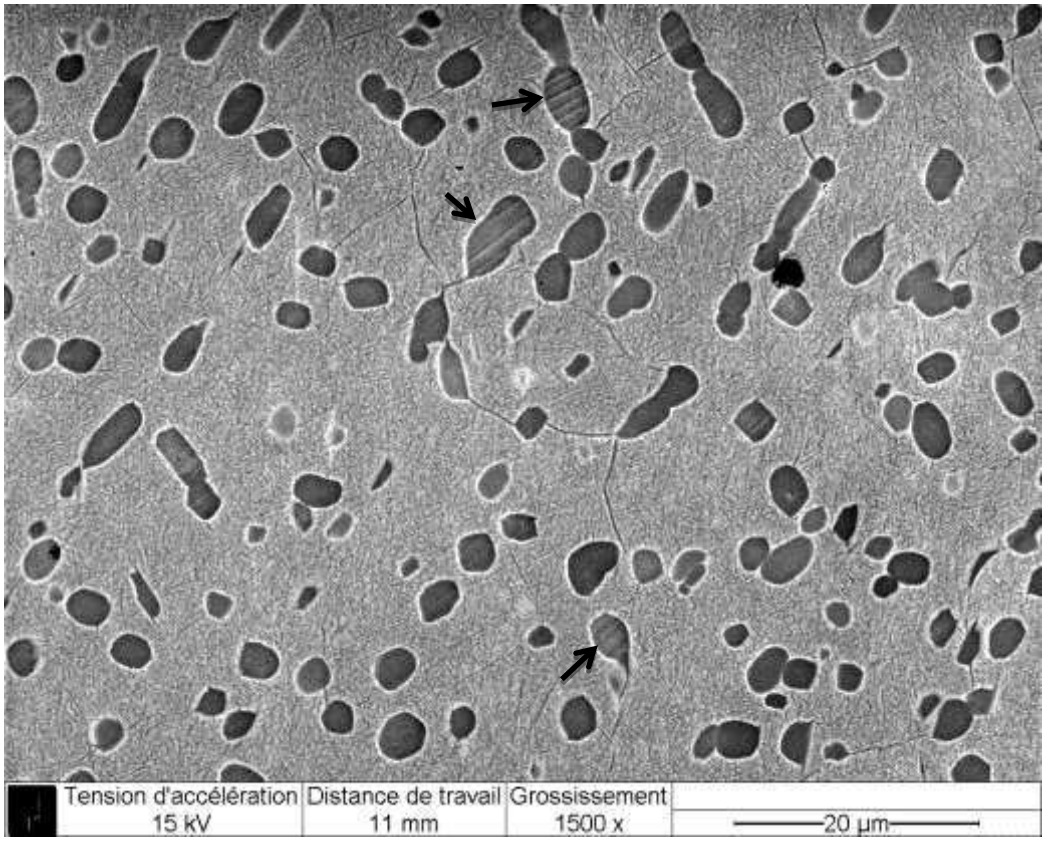
Suite à l'analyse faite à partir des images obtenues par microscopie optique, des observations par microscopie électronique à balayage (MEB conventionnel JEOL 6400 et MEB – FEG JEOL 7000F) ont été réalisées sur les différents échantillons déformés de Ti-5553, Ti-17 et Ti-10-2-3. L'enjeu était alors de se focaliser sur les processus de déformation à l'échelle des nodules de phase α (~5 μm) et de la matrice β-transformée.

Les observations ont tout d'abord été réalisées sur les échantillons faiblement déformés (ε_p = 0,2%) pour préciser les premiers stades de plasticité. L'ensemble de ces analyses met en

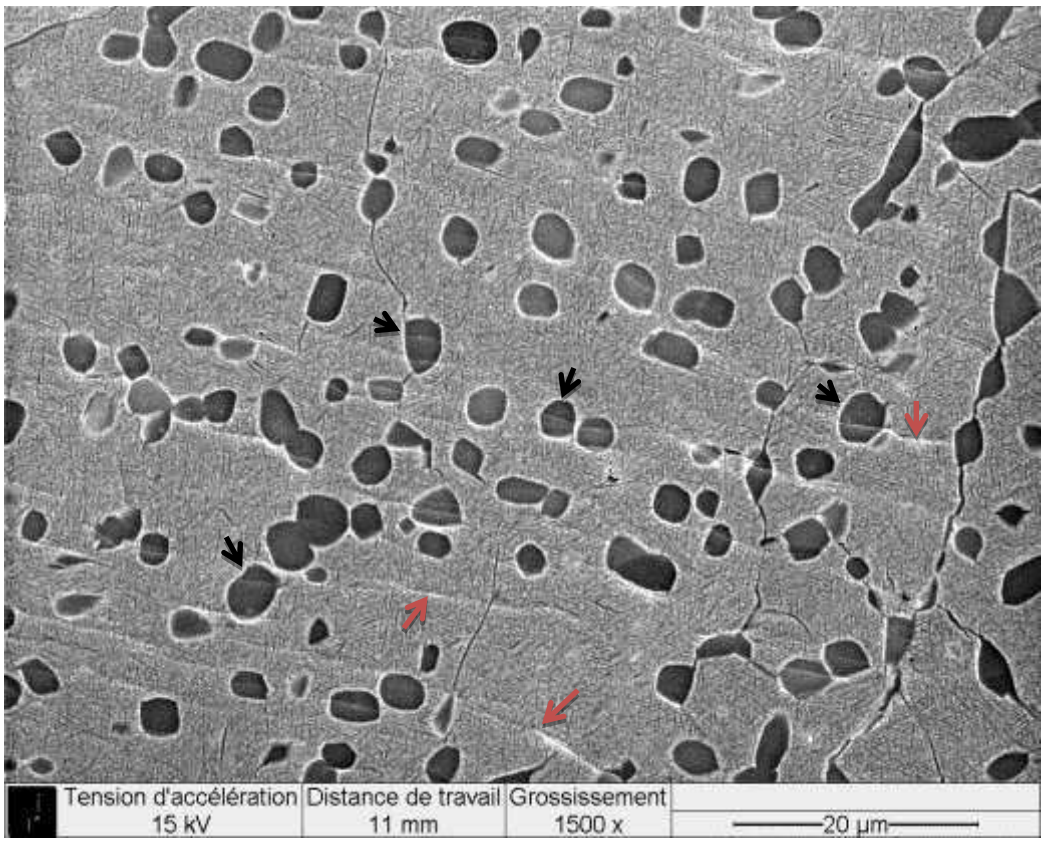
évidence une forte variation dans la densité des traces de déformation présentes dans les grains. Ainsi, une forte majorité des grains ne semblent pas avoir développé de signe de plasticité (figure 72.a). Seuls quelques grains présentent des signes d'activité plastique sous forme de bandes de glissement. Selon les grains β cette activité est alors concentrée au sein de quelques nodules (figure 72.b) ou dans quelques cas au sein de nombreux nodules et dans la matrice (figure 72.c).

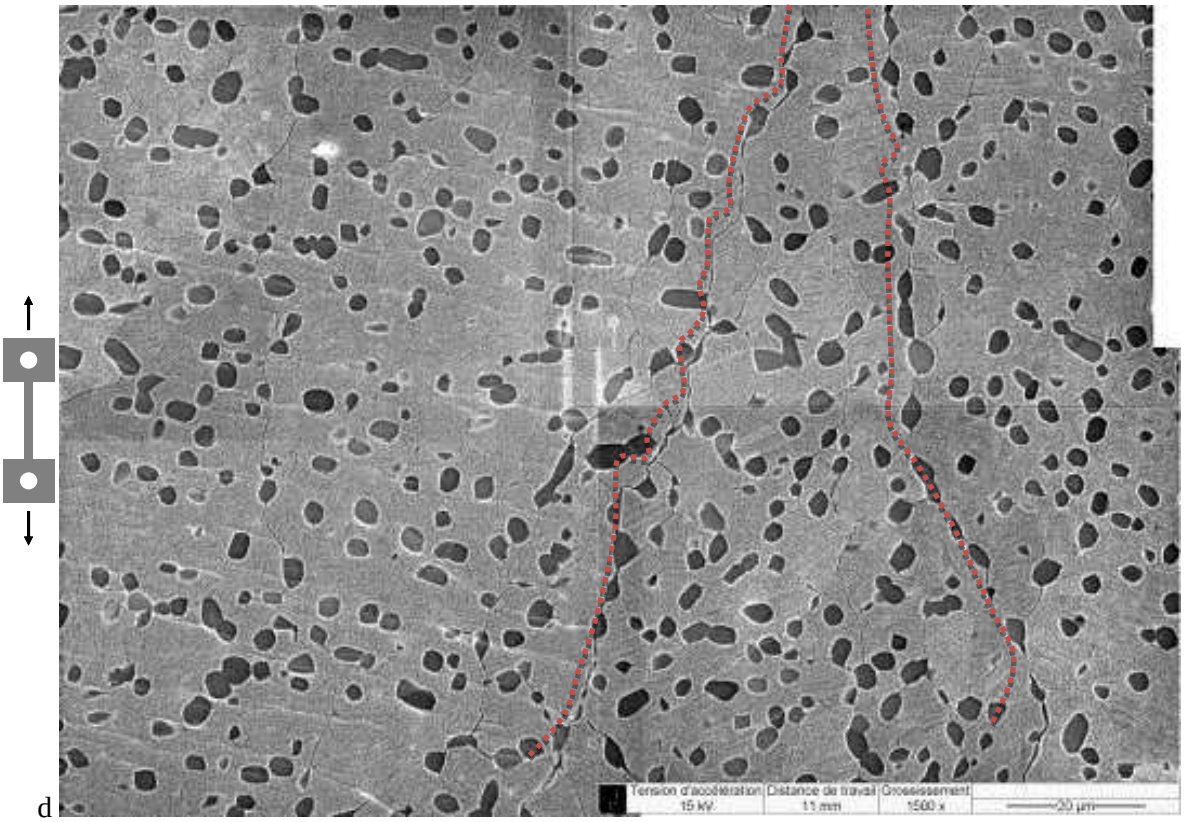
a 

b


Tension d'accélération
15 kV
Distance de travail
11 mm
Grossissement
1500 x
20 µm

c


Tension d'accélération
15 kV
Distance de travail
11 mm
Grossissement
1500 x
20 µm



d

Figure 72 : Observations MEB (JEOL 6400) *post-mortem* sur un échantillon de Ti-5553 forgé déformé à ε_p = 0,2%. Observations sur la partie utile d'un seul et unique échantillon de zones vierges de déformation (a), de zones présentant de la déformation plastique au sein des nodules uniquement (b), de mécanismes de déformation au sein des nodules et de la matrice β-transformée (c) et d'un plan plus large présentant deux grains proches (joints de grains en pointillé rouge) dont l'un présente une forte densité de bandes de glissementet le second aucune (d).

Aucun élément morphologique particulier ne semble distinguer les grains β présentant une forte activité plastique des grains moins déformés. Lorsque deux grains β fortement et faiblement déformés sont adjacents (figure 74.d), aucune incompatibilité de déformation marquée n'est constatée de part et d'autre du joint tout du moins tant que le niveau global de déformation plastique reste faible.

L'ensemble des observations réalisées sur ces éprouvettes faiblement déformées tend à montrer que les premières traces de plasticité apparaissent en premier lieu au sein des nodules. L'extension des processus de déformation plastique à la matrice semble se faire dans un second temps.

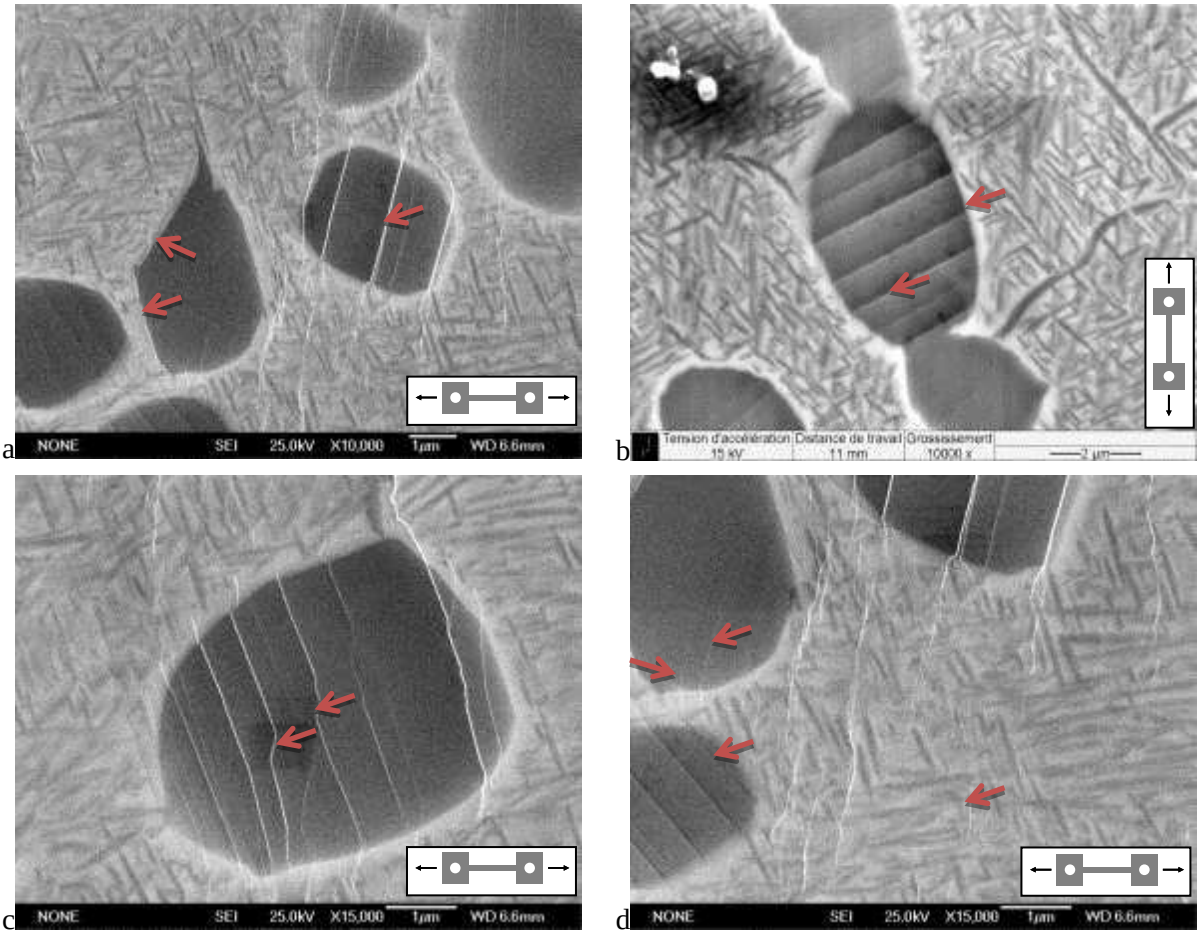


Figure 73 : Bandes de glissement dans les nodules : bandes de glissement à l'interface nodule / matrice (a), bandes de glissement « en escalier » (b), Bandes de glissement déviées au sein d'un nodules (c) et propagation de bandes de glissement d'un nodule à son voisin via la formation de bandes de glissement au sein de la matrice (d).

Les bandes de glissements qui se forment au sein des nodules sont, de manière générale, rectilignes (figure 73.a). Dans certains cas, on observe du glissement dévié sur deux systèmes de glissement, les segments sur chaque système étant rectilignes en cohérence avec le développement global du glissement sur un système principal (figure 73.c). Certaines bandes de glissement sont entièrement « crénelées » (figure 73.b) suggérant la présence d'obstacles à la mobilité des dislocations à une échelle plus fine. De tels effets ont été mis en évidence par microscopie électronique en transmission [62].

Ces bandes sont dans l'ensemble plus ou moins marquées selon le grain observé. Certaines n'apparaissent qu'à peine en surface alors que dans un nodule voisin elles sont déjà bien marquées. Si l'on suppose que la déformation au sein d'un grain β est homogène, cela signifie que les nodules présentent quelques différences vis à vis de la cinétique de développement des bandes de glissement (activation et propagation). Il faut souligner l'absence de bandes de glissement ou leur retard dans un nombre important de nodules au sein d'un même grain.

Si la déformation plastique apparaît sous la forme de bandes de glissement dans les nodules en premier lieu, il faut également étudier leur propagation dans les premiers instants

de la déformation. Les observations *post-mortem* révèlent ainsi que les bandes de glissement souvent confinées au sein des nodules dans un premier temps se propagent au sein de la matrice uniquement dans quelques grains (figure 73.d). Cela suggère que la matrice présente des configurations parfois très différentes d'un grain à l'autre pour favoriser la propagation des bandes de glissement apparues au sein des nodules.

La propagation des glissements au sein de la matrice β-transformée apparaît plus « diffuse » (figure 73.d). Les bandes de glissement ne sont pas aussi marquées et bien géométriquement définies comme dans les nodules et de multiples branchements sont visibles. Certaines bandes apparaissent au sein même de la matrice suggérant une déformation plastique de la matrice β même.

Ces observations rejoignent ce qui a été mis en évidence par MET [62] : Il apparaît en particulier une certaine difficulté des glissements à se développer dans la phase β au sein des multiples systèmes possibles et en présence des nombreuses interfaces avec les lamelles α_s. Des observations d'échantillons plus déformés ont également été réalisées. On observe alors que la majorité des grains présentent des traces de plasticité, seuls quelques-uns restant sans trace de glissement.

La densité de bandes de glissement au sein des grains est très variable d'un grain à l'autre. Même pour une déformation plastique macroscopique de 2%, les processus de plasticité ne concernent qu'une fraction de nodules dans certains grains (figure 74.b). Les grains les plus déformés présentent par contre des signes d'une sévère plasticité avec parfois l'activation au sein des nodules de plusieurs systèmes de glissement (figure 74.a). Quels que soient les grains, si l'on s'intéresse à la manière dont les bandes de glissement apparues au sein des nodules tentent de se développer (figure 74.c), on constate une propagation aisée au travers de la zone de déplétion sans obstacle. Par contre, clairement, la plupart des bandes se bloquent au niveau de la frontière entre la zone de déplétion et la matrice β transformée, les lamelles α_{wi} ayant une action bloquante très efficace. À une échelle différente, les joints de grains sont également le siège d'une forte déformation plastique révélée par la présence de bandes de glissement très marquées (figure 74.d).

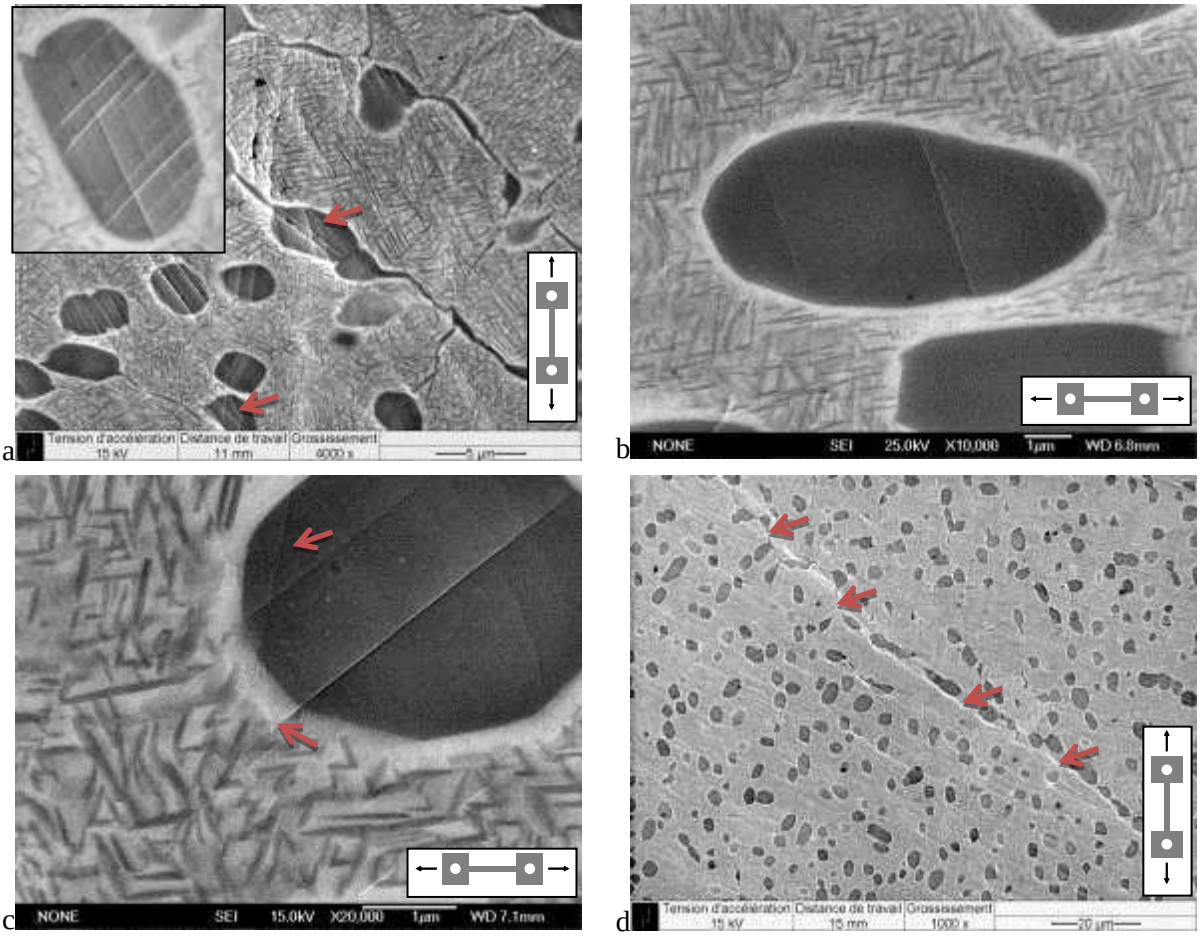


Figure 74 : Echantillon déformé à ε_p = 2 %. Activation de systèmes de glissement multiples au sein des nodules (a), apparition des premières traces de déformation au sein de nodules dans certains grains (b), arrêt de la propagation des bandes de glissement à la frontière entre la zone de déplétion et la matrice β-transformée (c) et déformation importante aux joints de grains β avec présence de bandes de glissement marquées (d).

d.Essais de déformation ex situ : réalisation d'états déformés et transmission des échantillons au CEMES pour observations MET.

Dans le cadre du projet PROMITI, des échanges avec le CEMES de Toulouse (thèse de N. Escalé [62]) ont permis la réalisation d'observations par MET d'échantillons de Ti-5553 forgé et de Ti-17 déformés. Ces observations concernaient l'analyse fine des mécanismes de déformation plastique à l'échelle des dislocations. Les conclusions qui ont été tirées de ces études sont très complémentaires et cohérentes avec les observations que nous avons réalisées à l'échelle supérieure. Les éléments clef de ces analyses sont repris brièvement ci-après.

Les dislocations naissent et se multiplient dans les nodules α_p et se propagent par la suite à la matrice β. La déformation observée dans les échantillons est très hétérogène. Différents obstacles à la mobilité des dislocations ont été identifiés lors de ces observations : nano-précipités, structure de cœur des dislocations et ordre local à courte distance. Comme le montre la figure 75.a, une zone très écrouie est présente au sein des nodules α_p au voisinage de la matrice. Cette zone à forte densité de dislocations sert à la fois de source pour les

glissements qui naissent et se développent au sein des nodules mais constitue également un obstacle fort à leur transmission à la matrice.

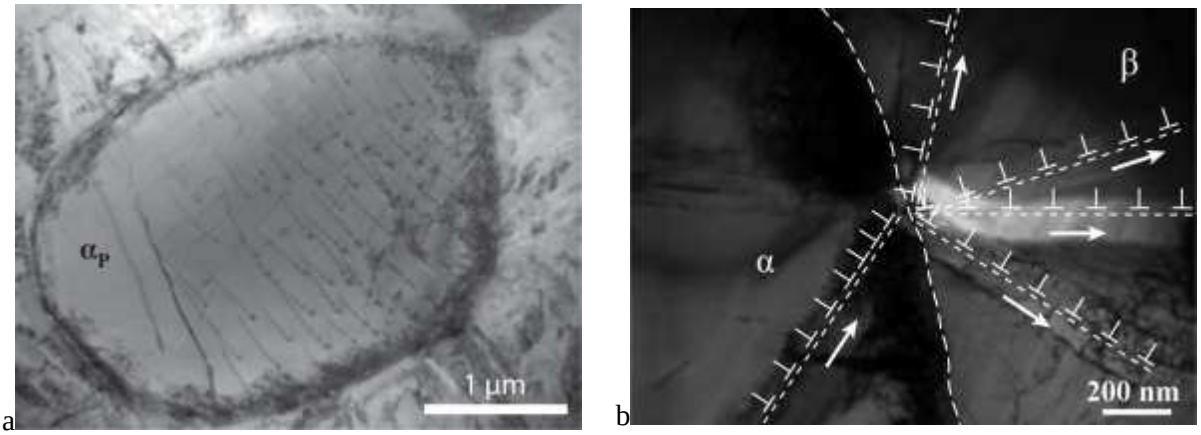


Figure 75 : Observation MET des mécanismes de déformation au sein des nodules du Ti-5553 (a) et de la transmission à la matrice des dislocations générées dans le nodule (b) – N. Escale (CEMES) [62].

Les dislocations mobiles au sein des bandes de glissement se développant dans les nodules s'empilent à l'interface avec la matrice. Les contraintes générées localement à ce niveau finissent par favoriser le glissement dans la phase β de la zone de déplétion comme le montre la figure 75.b.

Concernant la matrice, les observations et analyses se sont révélées plus difficiles. Il semble que les dislocations peuvent plus ou moins se propager au sein de la matrice β. La nature des systèmes de glissement au sein de la phase β n'a pas pu être clairement analysée.

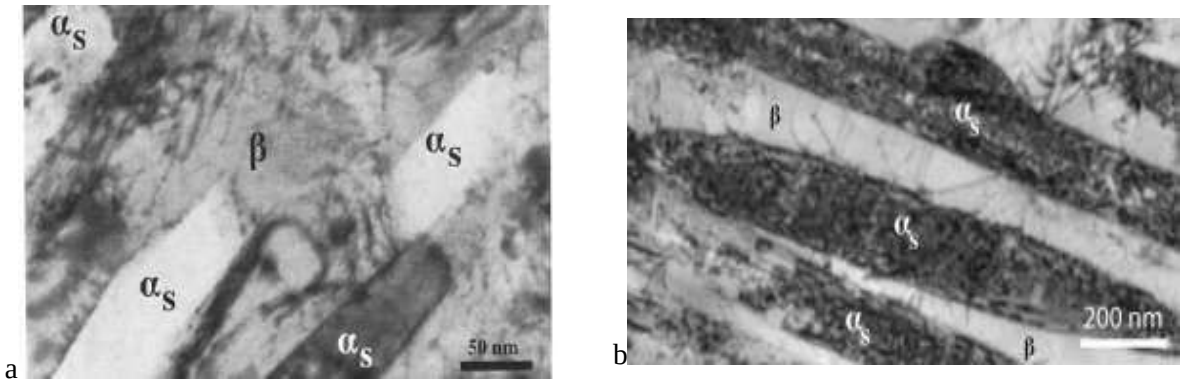


Figure 76 : paysages de dislocations entre les lamelles dans la phase β. Courbures des dislocations montrant leur flexibilité dans les étroits couloirs formées pars les lamelles (a) et confinement des dislocations entre deux lamelles dans la phase β (b) [62].

Avec l'augmentation du niveau de déformation, le nombre de dislocations dans la matrice β augmente considérablement pour former une « forêt » de dislocations dense. Les observations deviennent alors impossibles à interpréter. Clairement la mobilité des dislocations est difficile dans la matrice β transformée et elle devient de plus en plus entravée lorsque le niveau de déformation augmente.

e.Synthèse des processus de déformation plastique

Les faits marquants concernant les processus de déformation plastique qui ont été mis en évidence à différentes échelles dans les alliages étudiés sont résumés ci-après :

- La déformation plastique se localise en premier lieu au sein des nodules α_p et se développe sous la forme de bandes de glissement. Ce point est cohérent avec les observations MET réalisés à l'échelle des dislocations [62].
- Les interfaces entre les nodules α_p et la matrice β constituent des éléments de blocage de la transmission de cette déformation. De ce point de vue, ce sont les zones fortement écrouies en périphérie des nodules α_p qui jouent le rôle de barrière. La zone de déplétion entourant les nodules est aisément traversée par les bandes de glissement.
- De manière générale, la déformation plastique est très hétérogène et ceci à différentes échelles. En effet, dans les premiers stades de plasticité, seuls quelques nodules développent ces bandes de glissement. À l'échelle supérieure, seuls quelques grains β développent de la plasticité, au sein des nodules mais aussi de la matrice β transformée.

5.Étude des premiers stades de déformation à l'échelle des nodules α : réalisation d'essais de traction in situ dans une enceinte MEB.

Les éléments marquants concernant les processus de déformation plastique sont désormais identifiés. Il devient alors plus facile de cibler les essais à réaliser *in situ* dont l'objectif principal est de lier l'apparition de chaque processus aux conditions de contrainte et de déformation.

Pour ce type d'expériences, on utilise des micro-éprouvettes adaptées à la micromachine de traction (figure 65) placée dans l'enceinte du MEB. L'asservissement de la machine se fait via une connectique étanche au vide et un logiciel dédié. Les deux mors se déplacent symétriquement l'un par rapport à l'autre laissant ainsi immobile la zone centrale de l'éprouvette pour un suivi simplifié en cours d'essai.

Compte tenu des dimensions du montage, la distance de travail est assez importante ce qui limite potentiellement la résolution spatiale des images. Un état de surface présentant le moins de défauts possibles a été préparé par polissage mécano-chimique (polissage de finition OPS).

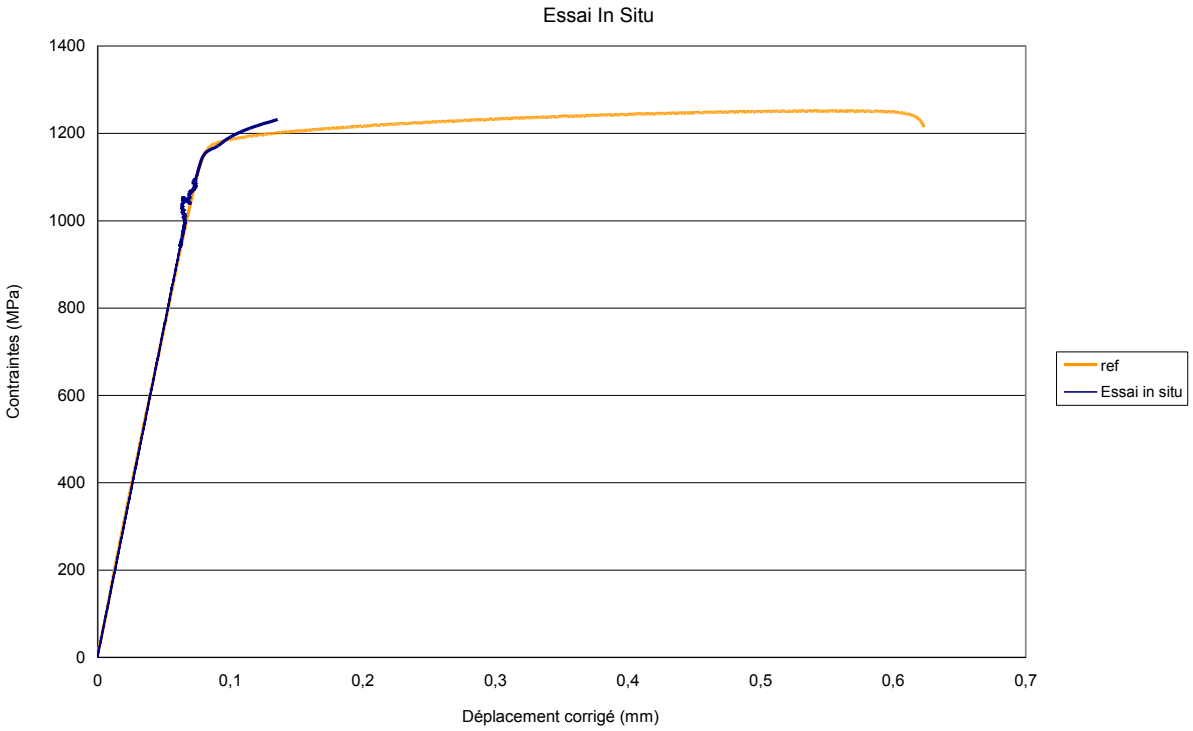


Figure 77 : Courbes de traction *In Situ* sous MEB des essais réalisés sur Ti-5553 forgé (courbe corrigée du second essai).

Sur la seconde éprouvette, cinq zones d'intérêts sur l'axe central de l'éprouvette ont été définies. Des observations sur toute l'éprouvette ont également été réalisées après essai et déchargement. C'est au final une dizaine de zones d'intérêts qui ont été suivies. Quatorze arrêts avec prise d'images ont été réalisés entre une contrainte de 500 MPa et l'état de contrainte final de 1230 MPa. Nous ne présenterons qu'une sélection d'images dans ce manuscrit illustrant l'ensemble des phénomènes observés.

La première zone présentée (zone 1 – figure 78) ne présente aucune trace de plasticité que ce soit dans les nodules ou dans la matrice β-transformée. Une exploration de l'environnement (du même grain) de cette zone n'a pas permis non plus de déceler la moindre trace d'activité plastique. Nous avons donc ici l'exemple d'un grain β ne se déformant pas ou très peu plastiquement, tout au moins pour ce niveau de déformation / contrainte atteint macroscopiquement au niveau de l'éprouvette (ε_{totale}=1.868%, $\varepsilon_{plastique}$=0,789% - σ=1230 MPa). À noter que l'amplitude de déformation évaluée par suivi de marqueurs au niveau de cette zone 1 n'atteint que ε_{total} =0.67%, valeur bien inférieure à celle mesurée macroscopiquement.

La seconde zone présentée figure 79 (zone 2) est celle où la première bande de glissement a été observée à la contrainte de 1100 MPa (ε_{total} =0,86%). Dès lors, pour les incréments de contrainte suivants, on constate une multiplication rapide du nombre de bandes de glissement dans les nodules ainsi que les premières traces d'extension des bandes de

glissement à la matrice à partir de l'étape 1170 MPa. Les vidéos réalisées par assemblage sous un logiciel de traitement d'images montrent très clairement que l'ensemble de la zone subit une importante déformation homogène. Il est cependant difficile de rendre compte de cet aspect dans ce manuscrit. Cette déformation résulte pour l'essentiel de ce qui se passe au sein de la matrice β-transformée sans que l'on n'arrive à distinguer de trace évidente de glissement. Les seules traces marquées concernent une part des nodules α_p. Une évaluation image par image du niveau de déformation local est le seul indicateur de cette déformation.

Deux essais ont ainsi été réalisés sur Ti-5333 forgé. Les courbes de traction associées sont données figure 77. Le premier essai mené à rupture a permis de déterminer la contrainte d'apparition (σ~1100 MPa) des premières traces de déformation plastique et de faire une première évaluation des processus de déformation plastique intervenant tout au long de l'essai. Quatorze arrêts ont été effectués lors de cet essai et des images ont été systématiquement réalisées sur trois zones d'intérêts choisies préalablement. Le second essai avait pour objectif de consolider cette base de données par la multiplication des observations (donc des zones d'intérêts) et en ciblant les arrêts dans le domaine de contraintes pour lequel les mécanismes de plasticité apparaissent.

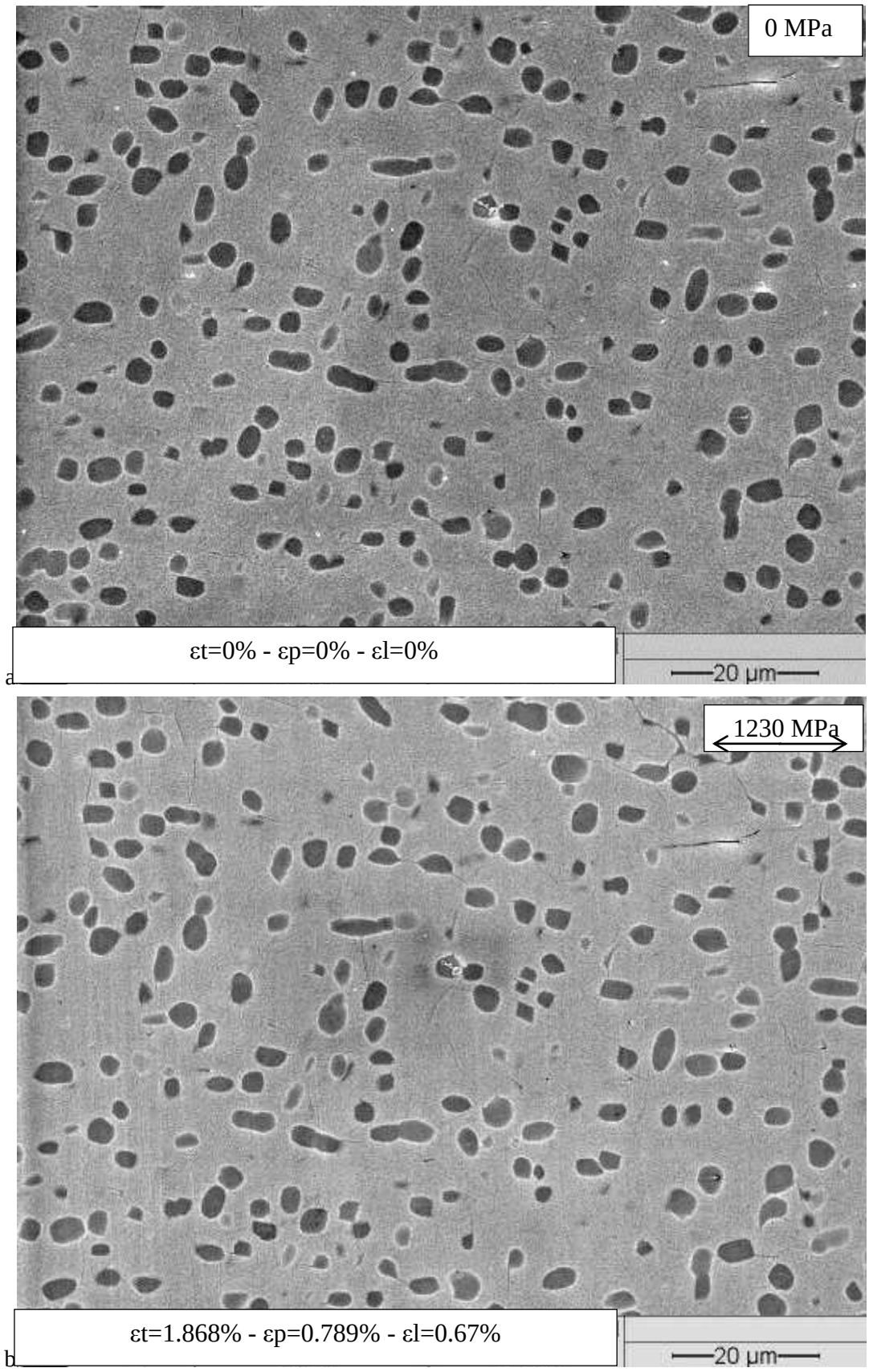
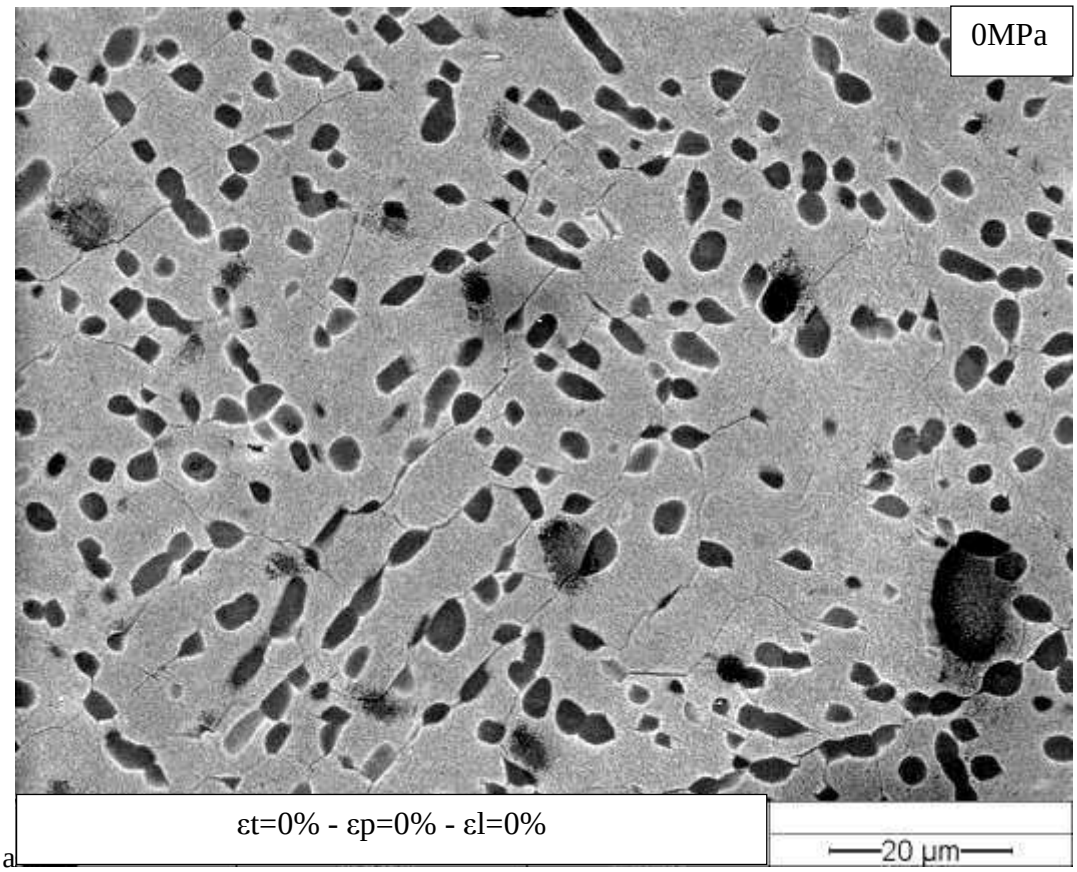
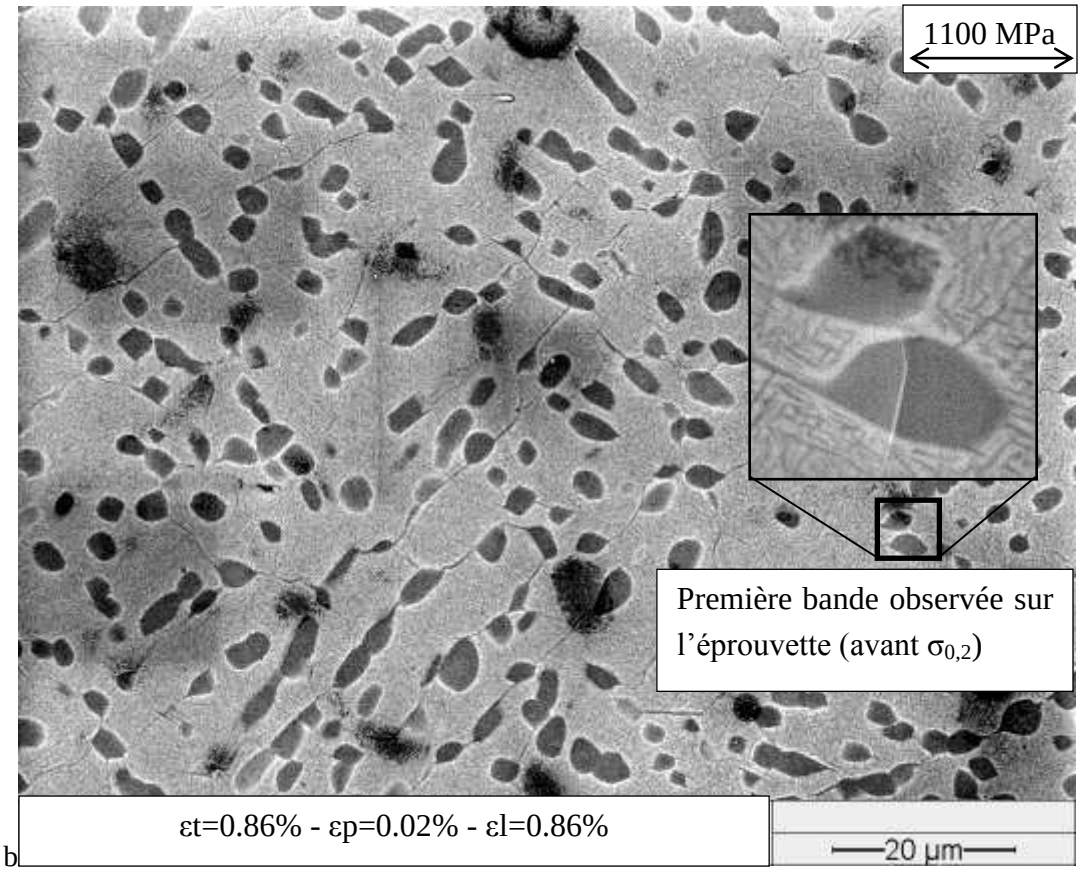


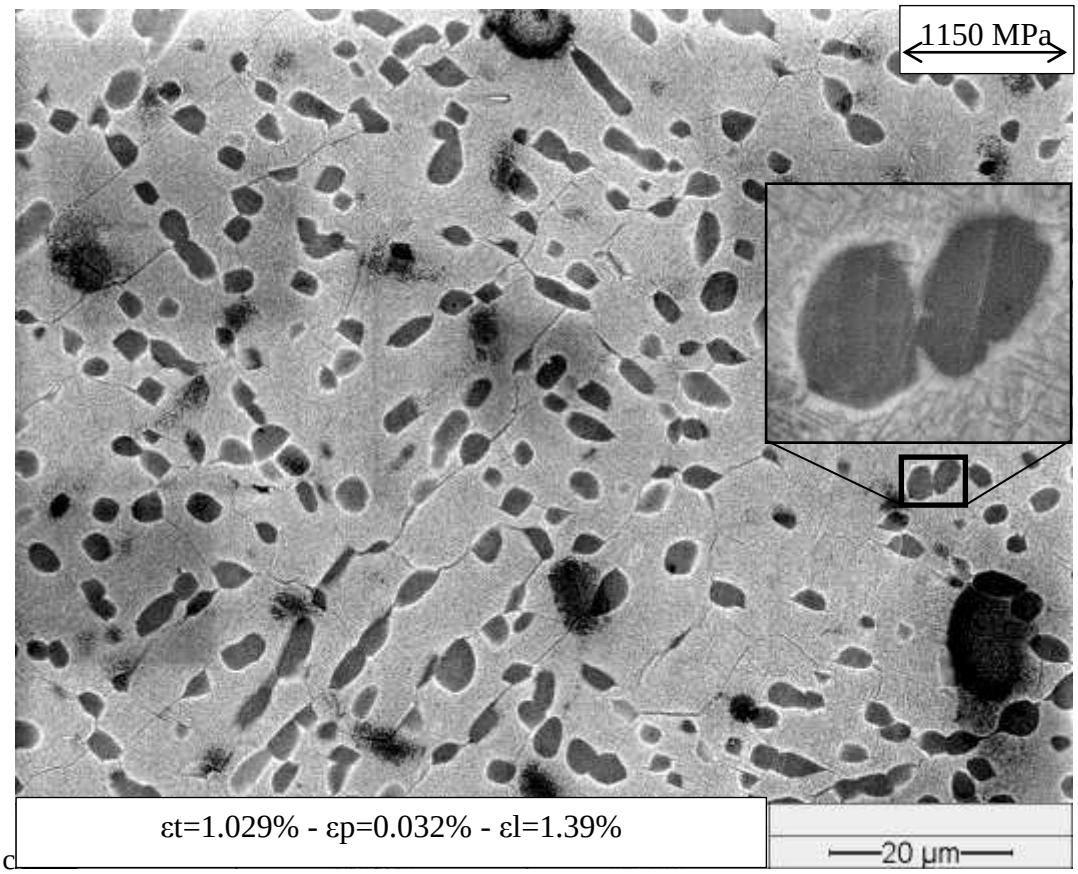
Figure 78 : Observations de la zone 1 (centre de l'éprouvette) avant essai (a) et à σ= 1230 MPa (b). Les niveaux de déformation sont également indiqués (εt : déformation totale de l'éprouvette, εp : déformation plastique de l'éprouvette et εl : déformation totale dans la zone observée


0MPa
εt=0% - εp=0% - εl=0%
20 µm

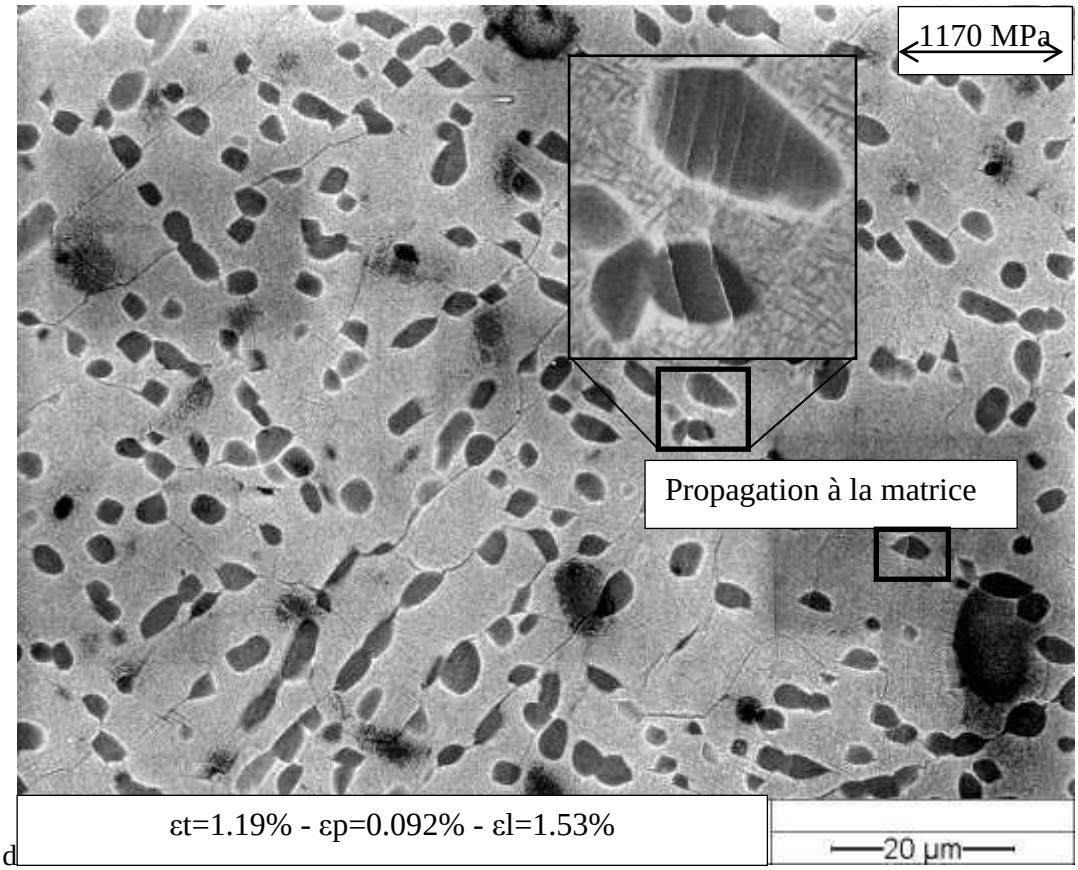
a


1100 MPa
Première bande observée sur l'éprouvette (avant $\sigma_{0,2}$)
εt=0.86% - εp=0.02% - εl=0.86%
20 µm

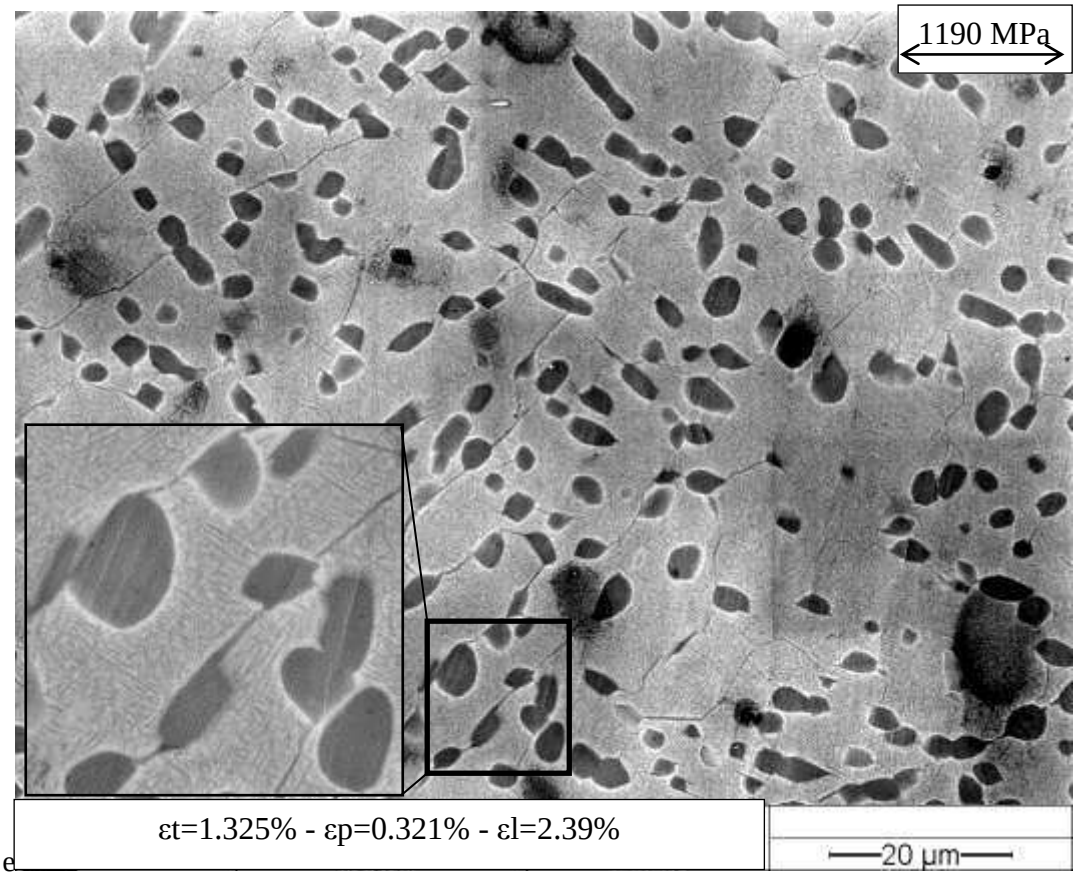
b


1150 MPa
εt=1.029% - εp=0.032% - εl=1.39%
20 µm

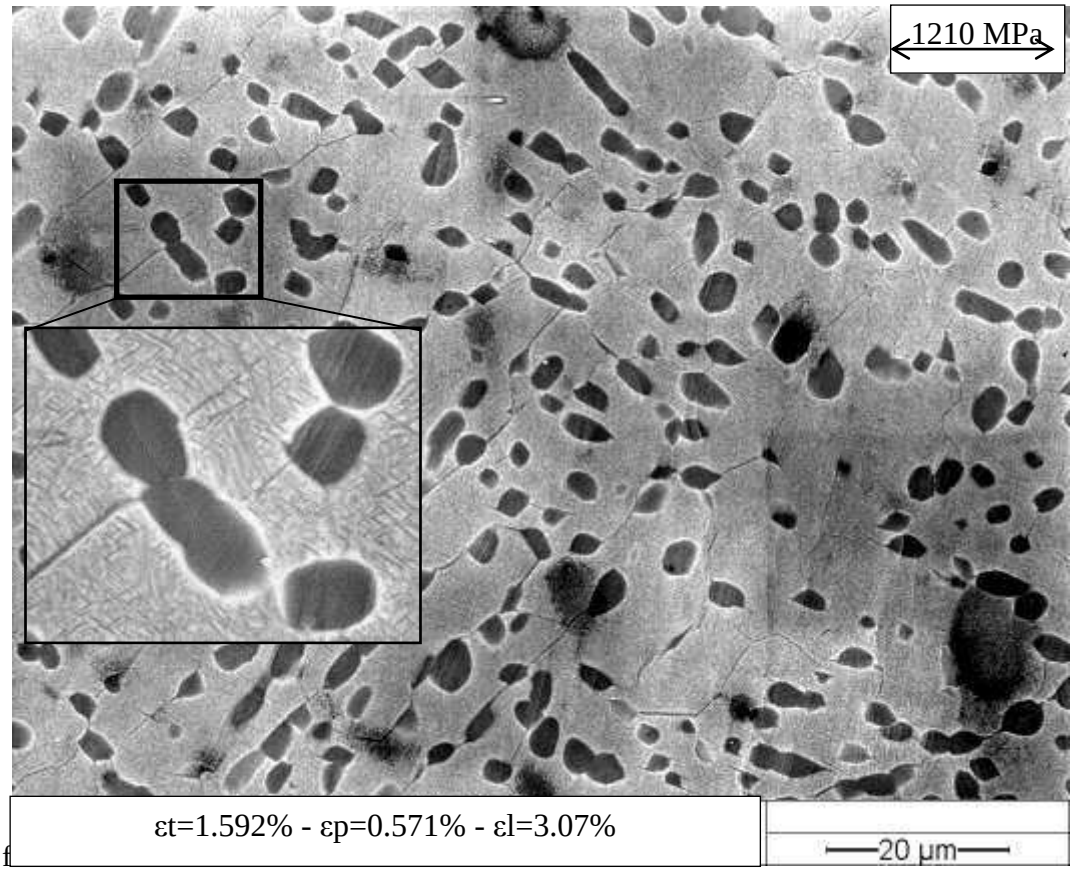
c


1170 MPa
Propagation à la matrice
εt=1.19% - εp=0.092% - εl=1.53%
20 µm

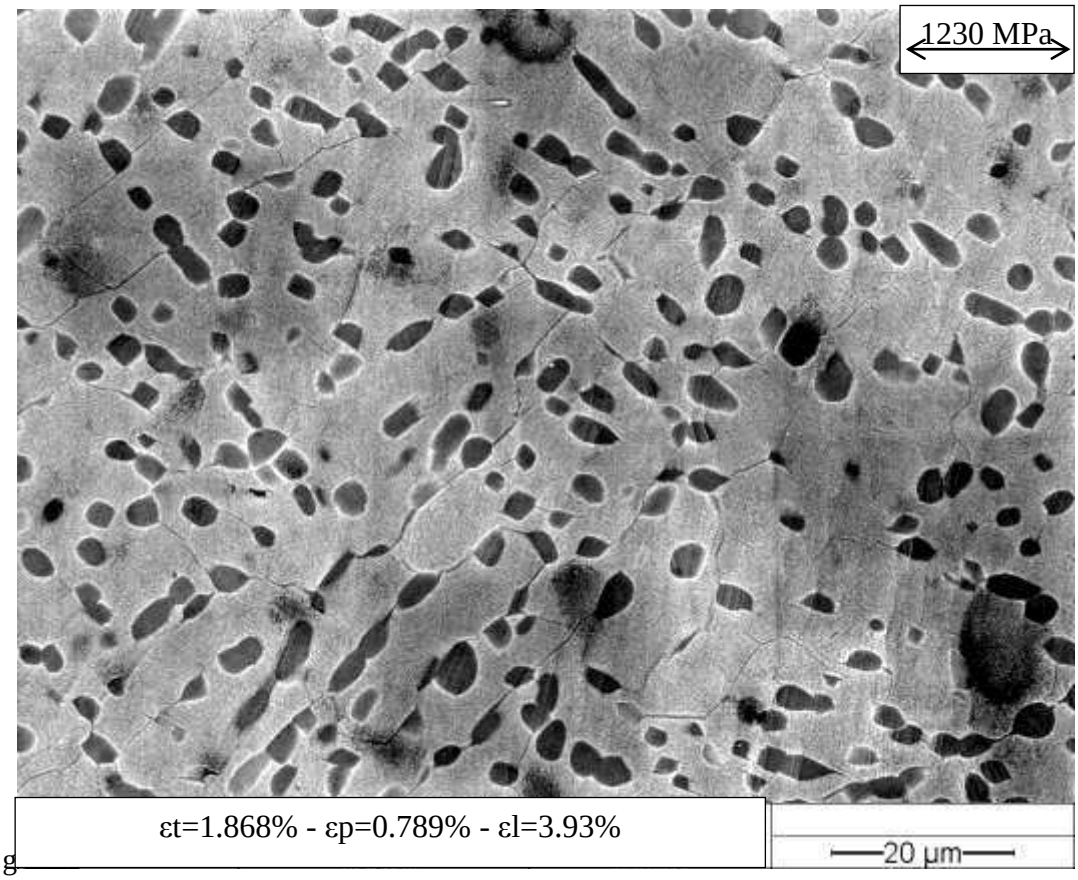
d


1190 MPa
εt=1.325% - εp=0.321% - εl=2.39%
20 µm

e


1210 MPa
εt=1.592% - εp=0.571% - εl=3.07%
20 µm

f



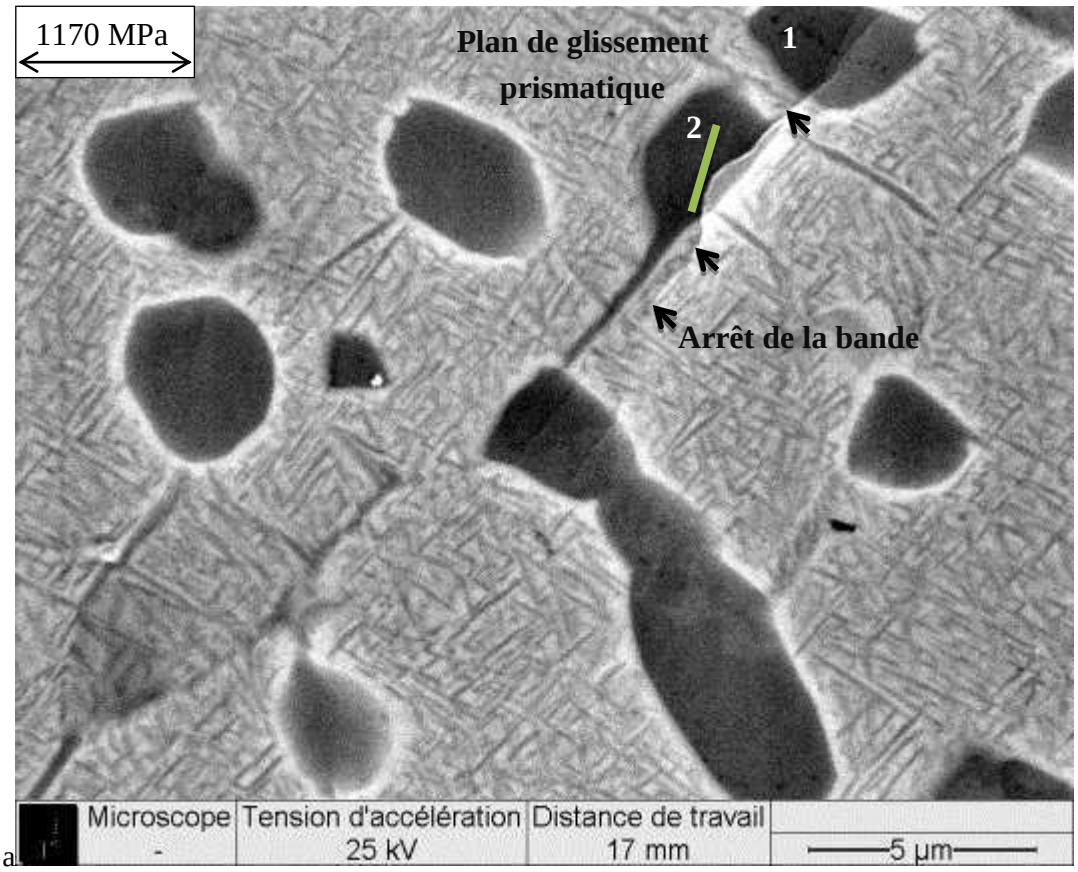
g

Figure 79 : Observations de la zone 2 à l'état initial (a), 1100 MPa (b), 1150 MPa (c), 1170 MPa (d), 1190 MPa (e), 1210 MPa (f) et 1230 MPa (g). Les niveaux de déformation sont également indiqués (εt : déformation totale de l'éprouvette, εp : déformation plastique de l'éprouvette et εl : déformation totale dans la zone observée)

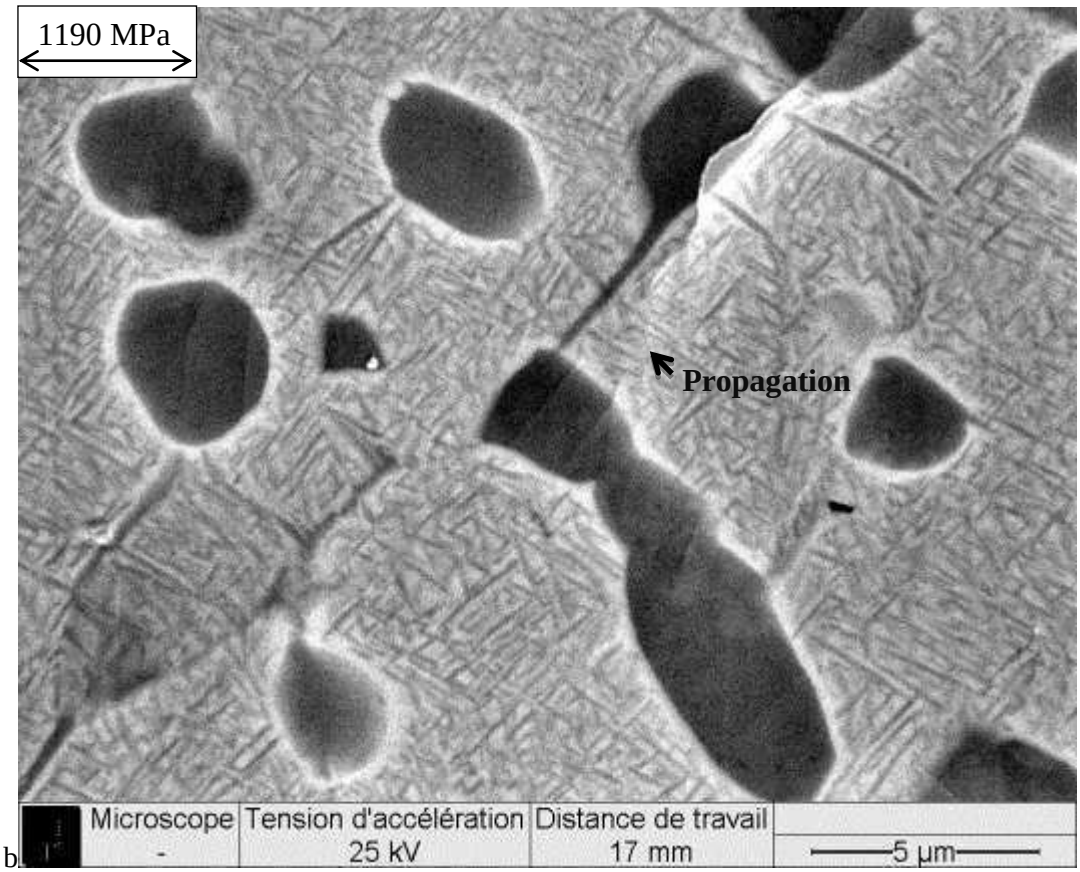
Nous avons donc ici l'exemple d'une zone se déformant de façon précoce par rapport au reste de l'éprouvette et où le niveau de déformation évalué à la fin de l'essai est bien supérieur à la moyenne mesurée macroscopiquement : $\varepsilon_{plastique}$=3.93% au niveau de la zone 2 au lieu de ε_{totale}=1.868% macroscopiquement. La densité de bandes de glissement au sein du grain y est également extrêmement importante. La comparaison du comportement de ces deux zones conforte une fois de plus l'hypothèse d'une forte hétérogénéité de déformation dans l'éprouvette à l'échelle des grains β. On notera également que tous les nodules ne présentent pas de signe de plasticité, y compris dans le grain β le plus déformé.

La séquence de développement de la plasticité, déjà évoquée auparavant, peut être complétée et confirmée sans ambiguïté grâce à ces observations. L'apparition des bandes de glissement intervient bel et bien dans les nodules en premier lieu. On observe également un confinement des mécanismes de déformation plastique dans ces nodules puis une propagation aisée au travers de la zone de déplétion avant d'atteindre la matrice β-transformée. Enfin, une déformation homogène des zones est constatée avec l'émergence en surface de bandes de glissement diffuses dans la matrice β transformée, bandes de glissement difficiles à caractériser.

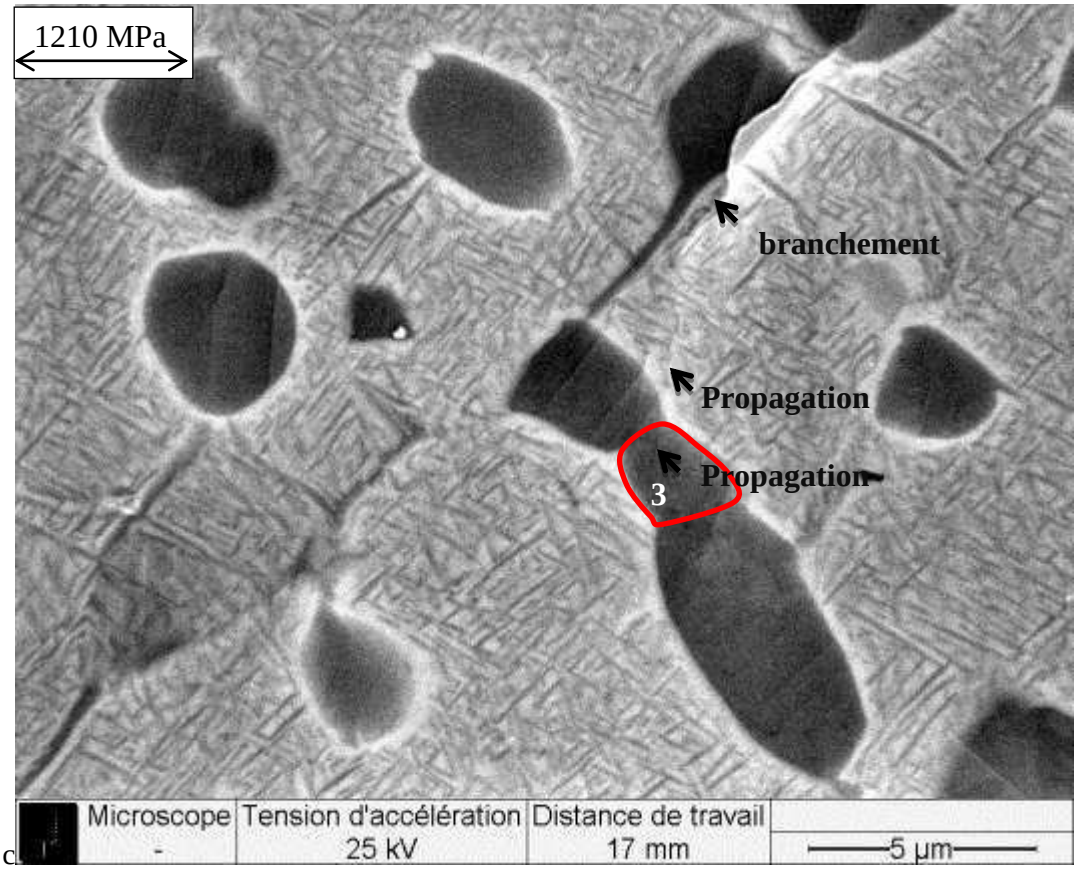
Entre ces deux extrêmes, nous avons pu observer toute une palette de comportements à l'échelle des grains sur l'ensemble de la partie utile de l'éprouvette. Des observations à plus fort grandissement dans ces zones ont également été réalisées pour suivre plus précisément la progression des bandes de glissement des nodules vers la matrice. On peut par exemple suivre sur la figure 80 l'évolution d'une bande de glissement formée dans le nodule « 1 », puis transmise au nodule « 2 » à travers la matrice séparant ces deux nodules (figure 80.a). La propagation au sein du nodule « 2 » semble cependant difficile et la bande de glissement perd son caractère rectiligne. Cette bande s'est ensuite propagée au sein de la matrice. Quelques traces difficiles à matérialiser sur les figures du manuscrit apparaissent cependant à certains endroits permettant de la situer jusqu'à ce qu'elle atteigne le nodule « 3 » (figure 80.c). Dans le même temps, un branchement se développe et se propage près d'un sous-joint de grains. Cependant, malgré la proximité du sous-joint de grains, la bande poursuit sa propagation dans la matrice β-transformée. Ceci pourrait être lié à l'absence d'obstacles (lamelles fines α_s) près de ce sous-joint et donc à une mobilité plus facile des dislocations. On peut également voir dans la même zone des bandes de glissement apparaître au sein de la matrice sur la figure 80.d. Attention cependant à toute interprétation trop hâtive, le contraste plus sombre dans cette zone ainsi que le regroupement de sous-joints suggérant l'existence d'un nodule sous la surface.



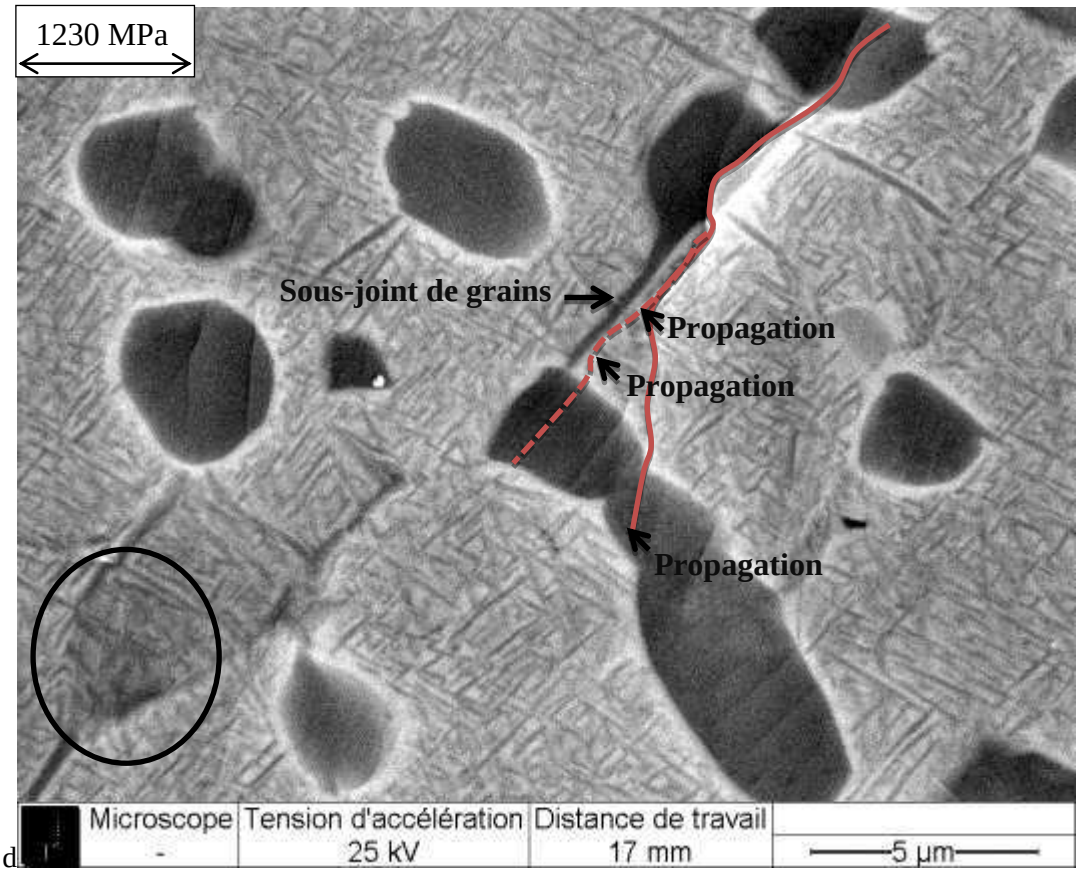
a


1190 MPa
Propagation
Microscope
-
Tension d'accélération
25 kV
Distance de travail
17 mm
5 µm

b


1210 MPa
branchement
Propagation
Propagation
3
Microscope
-
Tension d'accélération
25 kV
Distance de travail
17 mm
5 µm

c



d

Figure 80 : Suivi de la propagation d'une fissure au sein de l'éprouvette (zone 6) entre 1170 MPa (a) et 1230 MPa (d).

Suite aux observations menées sur les différentes zones, une évaluation du taux local de déformation a été réalisée. Les données relevées sur les différentes zones (les cinq zones suivies initialement) sont indiquées dans le tableau 22 ci-dessous pour les 12 étapes de l'essai. La valeur macroscopique mesurée à l'échelle de l'éprouvette est également indiquée pour comparaison :

σ (MPa)	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4	Zone 5	Eprouvette
0	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
500	0,00%	0,19%	0,00%	0,00%	0,00%	0,48%
700	0,00%	0,72%	0,44%	0,30%	0,27%	0,56%
850	0,00%	0,86%	0,44%	0,37%	0,27%	0,65%
950	0,00%	0,86%	0,44%	0,41%	0,39%	0,76%
1000	0,00%	0,86%	0,44%	0,68%	0,55%	0,87%
1050	0,12%	1,20%	0,44%	0,68%	0,66%	0,95%
1100	0,12%	1,20%	0,83%	0,68%	0,66%	1,02%
1150	0,39%	1,39%	0,83%	0,94%	0,66%	1,12%
1170	0,39%	1,53%	0,83%	1,18%	1,09%	1,25%
1190	0,39%	2,39%	0,99%	1,18%	1,09%	1,38%
1210	0,55%	3,07%	1,11%	1,22%	1,09%	1,58%
1230	0,67%	3,93%	1,43%	1,91%	1,80%	1,87%

Tableau 22 : Déformation locales calculées par analyses d'images et déformation de l'éprouvette (déformation totale).

On s'aperçoit ici effectivement que les deux zones 1 et 2 abordées précédemment correspondent aux deux comportements en déformation extrêmes des zones suivies lors de l'essai.

La première zone qui ne montrait aucun signe de phénomène plastique n'atteint qu'une déformation de 0,67% à la dernière étape. Si l'on retranscrit cette valeur sur une courbe de traction de l'alliage Ti-5553 (figure 51.a) on place alors le point dans le domaine élastique. Rien d'étonnant alors à ce qu'aucune trace de plasticité ne se soit développée.

La seconde zone fait partie des plus déformées lors de l'essai et le taux de déformation calculé pour cette zone atteint près de 4% à la dernière étape. Un tel niveau de déformation correspond à plus de la moitié de la ductilité constatée, en général, sur les éprouvettes de traction. Il s'agit donc d'un état de déformation avancé.

Il faut mettre en regard l'ensemble de ces valeurs établies pour chaque zone et la mesure de déformation macroscopique à l'échelle de l'éprouvette qui atteint 1,87% à la dernière étape. Ce taux de déformation correspond à une légère déformation plastique (inférieur à 1% – état similaire à celui présenté figure 71.c). Cette hétérogénéité de déformation de grain à grain avait déjà été constatée à partir des observations *post-mortem*. Ces essais *in situ* permettent donc une certaine quantification de l'hétérogénéité de déformation. Les différents niveaux de déformation que nous avons évalués pour chaque zone ne correspondent pas à la déformation macroscopique. Parmi les zones suivies, la 4 est celle dont le comportement est le moins éloigné du comportement moyen. Les grains non déformés affichent un taux de déformation environ 3 fois moindre que la valeur moyenne et les zones les plus déformées un taux plus de 2 fois plus important. L'écart maximal entre les zones les plus et les moins déformées atteint 600%.

Cette hétérogénéité du comportement au niveau macroscopique s'accompagne d'une hétérogénéité des processus de déformation à l'échelle microscopique. Dans les grains les plus déformés, la déformation semble homogène. Cependant, cela n'implique pas une distribution homogène de la densité de bandes de glissement en particulier dans les nodules. Nous l'avons déjà souligné, certains nodules dans un grain déformé ne présentent pas forcément de bandes de glissement. Les nodules participant à la déformation plastique voient les bandes se former à différents stades de l'essai. La densité de bandes de glissement présentes dans le nodule et leur intensité varient d'un nodule à l'autre. Il y a donc à cette échelle plus microscopique une variabilité importante des processus de déformation qu'il n'est pas possible d'analyser uniquement sur la base d'aspects morphologiques (taille, forme, …) des nodules.

La prise en compte de l'orientation cristallographique locale à partir de mesures EBSD va venir éclairer l'ensemble de ces aspects. Cette approche fait l'objet du paragraphe suivant.

6.Analyses cristallographiques des bandes de glissement et analyses statistiques des données.

a.Méthode d'identification des processus de déformation activés dans les alliages de titane β-métastable.

Pour mieux comprendre l'activation des mécanismes de déformation à une échelle microscopique, une analyse cristallographique des phénomènes plastiques observés est nécessaire [52, 63, 78]. Ce type d'approche se construit autour de considérations géométriques relatives à la maille cristalline et à la relation entre l'orientation cristallographique et la direction de sollicitation mécanique.

Les méthodes fondées sur l'utilisation du facteur de Schmid (figure 25) apparaissent souvent bien adaptées, notamment lorsque l'amplitude de déformation plastique reste relativement faible ce qui est le cas pour le domaine de la fatigue. Au-delà, d'autres facteurs peuvent être considérés (Taylor, Sachs, …) et surtout les interactions de grains à grains viennent modifier significativement les états locaux de contraintes au point que des approches multiaxiales ainsi que des calculs d'agrégats faisant appel par exemple aux approches de type plasticité cristalline deviennent nécessaires.

Connaissant la phase qui se déforme plastiquement (dans notre cas les mécanismes de déformation apparaissent dans la phase α_p), sa maille cristallographique (maille de type hexagonale compacte – voir chapitre 1.5.a) et les mécanismes de déformation plastique susceptible de pouvoir s'y développer (chapitre 1.5.c), il est nécessaire de connaître l'orientation cristalline locale par rapport à la direction de sollicitation macroscopique pour pouvoir analyser les systèmes de glissement et calculer les facteurs de Schmid associés.

Pour cela, nous nous appuierons sur des analyses EBSD (voir annexes) réalisé *post-mortem* sur les diverses zones d'intérêt suivies durant les essais *in situ*. La réalisation de telles cartographies se révèle délicate du fait de l'écrouissage induit par la déformation plastique qui diminue fortement la qualité des diagrammes de diffraction acquis par la caméra. Ces cartographies seront réalisées sur un MEB JEOL 6100 équipée d'un système d'analyse EBSD (TSL – OIM).

L'analyse EBSD permet d'obtenir en chaque point d'une cartographie la nature de la phase en présence et son orientation cristallographique. Cette orientation décrit la position des trois axes principaux de la maille cristalline (communément notés (e_i^c)) par rapport aux axes principaux de l'échantillon (notés (e_i^s)). Le passage d'un repère à l'autre peut se faire par le biais de trois rotations successives. Ces opérations s'expriment dans le logiciel d'acquisition et d'analyse des données EBSD (OIM Data Collection et OIM Analysis) par un triplés d'angles d'Euler noté $(\varphi_1,\Phi,\varphi_2)$. La convention de Bunge que nous utiliserons (figure 81) définit φ_1 comme la rotation autour de l'axe e_3^s, suivie de la rotation Φ autour de l'axe e_1^s et

d'une nouvelle rotation autour de l'axe e_3^s notée φ_2. La convention fixe les valeurs de φ_1 et φ_2 entre 0 et 2π et Φ entre 0 à π. Les systèmes d'axes doivent être orthonormés.

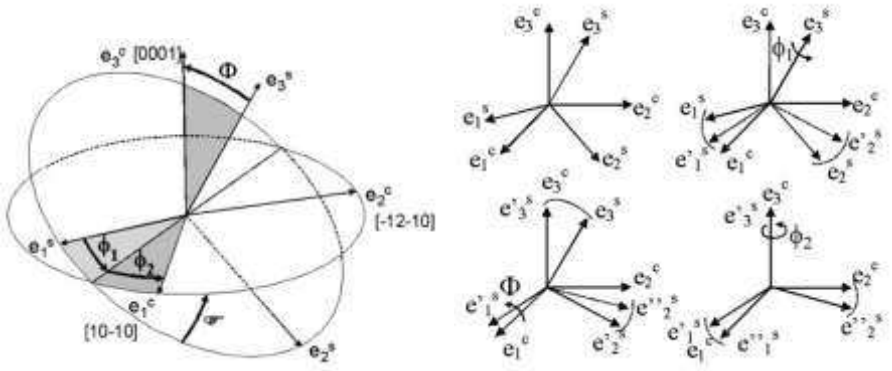


Figure 81 : Angles d'Euler (φ_1,Φ,φ_2) et rotations des systèmes d'axe (e_i^c) axes du cristal et (e_i^s) axes de l'échantillons selon la convention de Bunge.

On détermine alors la matrice de passage entre la base de la maille cristalline et la base de l'échantillon (notée G) comme indiquée ci-dessous (G étant le produit de matrices de rotation, elle est elle-même une matrice de rotation).

$$G = \begin{bmatrix} \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\Phi) & \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\Phi) & \sin(\varphi_2)\sin(\Phi) \\ -\cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2)\cos(\Phi) & -\sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2)\cos(\Phi) & -\cos(\varphi_2)\sin(\Phi) \\ \sin(\varphi_1)\sin(\Phi) & -\cos(\varphi_1)\sin(\Phi) & \cos(\Phi) \end{bmatrix}$$

$$\langle X \rangle_C = [G]\langle X \rangle_S$$

Équation 6 : Matrice de rotation entre la base de la maille cristalline et la base des axes principaux de l'échantillon et formule de changement de base pour un vecteur exprimé dans la base du cristal (e_i^c) ver la base du solide (e_i^s).

Dans notre étude le repère du solide (e_i^s) est défini par :

- Vecteur $\vec{X}$: colinéaire à l'axe de sollicitation.
- Vecteur $\vec{Y}$: dans le plan de l'éprouvette et perpendiculaire au vecteur $\vec{X}$
- Vecteur $\vec{Z}$: Normal à la surface et sortant de la surface.

Le repère du cristal (e_i^c) est défini par :

- Pour la phase α :
  - e_1^c est le vecteur $\langle 1\bar{2}10 \rangle$
  - e_2^c est le vecteur $\langle 10\bar{1}0 \rangle$
  - e_3^c est le vecteur $\langle 0001 \rangle$

- Pour la phase β :
  - e_1^c est le vecteur ⟨100⟩
  - e_2^c est le vecteur ⟨010⟩
  - e_3^c est le vecteur ⟨001⟩

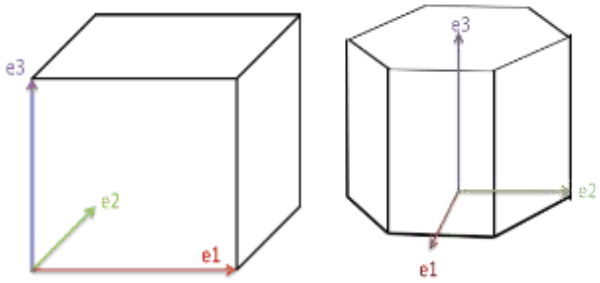


Figure 82 : Repères orthonormés des mailles cristallines.

A partir de cartographies EBSD dont le pas est suffisamment fin pour obtenir un grand nombre de points de mesures, il est possible d'extraire l'orientation moyenne fiable pour chaque élément de microstructure comme les nodules. La figure 83 donne un exemple pour quelques nodules.

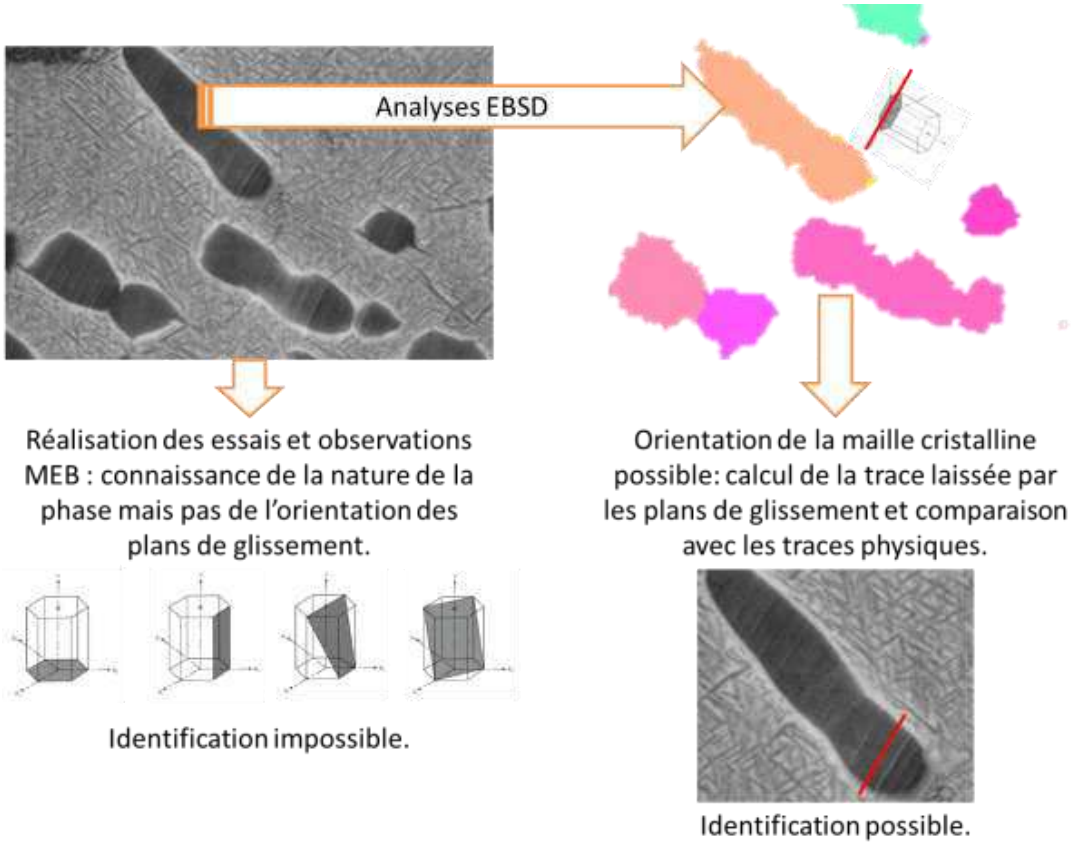


Figure 83 : Extraction des angles d'Euler à partir de la comparaison des images SEI et de la cartographie EBSD ; principe d'identification des bandes de glissement.

L'identification des bandes de glissement observées lors des essais repose sur la comparaison avec le calcul théorique de « la trace » que laisserait chaque système de glissement possible en surface.

Grâce à la matrice de rotation G obtenue à partir des données EBSD, on peut exprimer les normales au plan de glissement et les directions de glissement, connues dans le repère orthonormé du cristal, et les axes principaux de l'éprouvette dans un seul et même repère.

On peut alors procéder pour tous les systèmes de glissement possibles au calcul des angles Φ (angle entre la normale au plan et la direction de sollicitation) et α (entre la direction de glissement et l'axe de sollicitation).

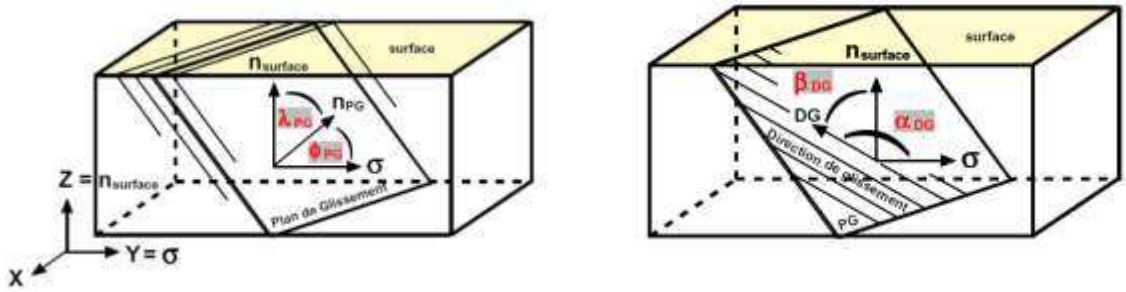


Figure 84 : Représentation du plan de glissement et des angles (λ,Φ) liés au plan de glissement et (α,β) liés à la direction de glissement et nécessaires pour le calcul du facteur de Schmid [49].

Connaissant l'expression des normales et directions de glissement dans le repère cristallin, on obtient alors :

$$\cos(\Phi) = \frac{\overrightarrow{n_{PG}}.\vec{\sigma}}{\|\overrightarrow{n_{PG}}\| \times \|\vec{\sigma}\|} \; ; \cos(\alpha) = \frac{\overrightarrow{DG}.\vec{\sigma}}{\|\overrightarrow{DG}\| \times \|\vec{\sigma}\|}$$

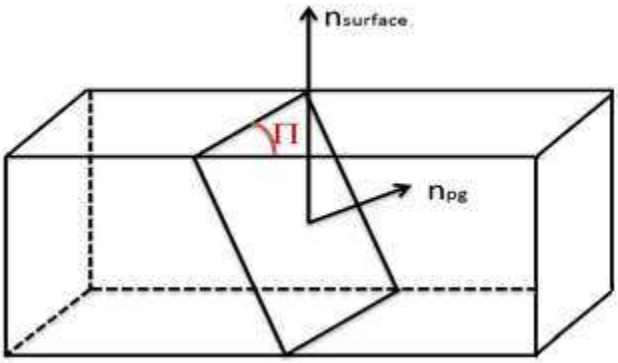
Et par identification avec l'équation 4

$$\mu = \cos(\Phi) \times \cos(\alpha) = \frac{\overrightarrow{n_{PG}}.\vec{\sigma}}{\|\overrightarrow{n_{PG}}\| \times \|\vec{\sigma}\|} \times \cos(\alpha) = \frac{\overrightarrow{DG}.\vec{\sigma}}{\|\overrightarrow{DG}\| \times \|\vec{\sigma}\|}$$

Équation 7: calcul du facteur de Schmid en fonction des directions de glissement et normales aux plans de glissement.

La connaissance des normales aux plans de glissement permet également le calcul des traces que feraient ces plans sur la surface. Pour cela, on exprime ces normales dans le repère macroscopique de l'éprouvette grâce à la matrice G. Pour déterminer le vecteur colinéaire à la trace théorique du plan de glissement, il suffit alors de faire le produit vectoriel entre le vecteur normal à la surface et celui normal au plan de glissement.

Pour l'identification des bandes de glissement, on s'intéresse plus particulièrement à l'angle Π (angle entre la trace et la direction de sollicitation (direction macroscopique $\vec{X}$). Cet angle Π est obtenu à partir du produit scalaire entre le vecteur résultat du produit vectoriel précédent et le vecteur correspondant à la direction de sollicitation.



$$\cos(\Pi) = \frac{(\overrightarrow{n_{PG}} \wedge \overrightarrow{n_{PG}}) \,.\, \vec{\sigma}}{\|\overrightarrow{n_{PG}} \wedge \overrightarrow{n_{PG}}\| \times \|\vec{\sigma}\|}$$

Figure 85 : Calcul de la trace théorique laissée par un plan de glissement sur une surface [49].

Pour identifier les bandes de glissement il nous suffit alors de comparer systématiquement les possibles traces de glissement aux traces relevées expérimentalement dans chaque nodule. À noter qu'il s'agit de l'identification du plan de glissement et non du système de glissement complet incluant la direction de glissement. Le système de glissement est basé dans ce travail sur l'identification du plan de glissement et de l'hypothèse du plus fort facteur de Schmid sur les différents systèmes de glissements coplanaires.

Sur l'ensemble des expériences menées sur le Ti-5553 forgé, plus de 350 nodules présentant des bandes de glissement ont été analysés. Des nodules ne présentant pas de glissement ont également été analysés (dans les zones non déformées) portant le nombre total de nodules analysés à plus de 450.

Par une approche expérimentale similaire conduite sur Ti-64 bimodal Bridier *et al.* [49] ont principalement identifié une activité de glissement de type basal et prismatique. Seules quelques traces de systèmes pyramidaux ont été identifiées. Dans notre étude, nous avons également identifié les deux systèmes principaux sur les plans de base et prismatique, les traces de plans pyramidaux étant cependant plus présentes que pour le Ti-64 (figure 86).

Cette base de données collectée est suffisante pour mener une analyse semi-statistique des mécanismes activés.

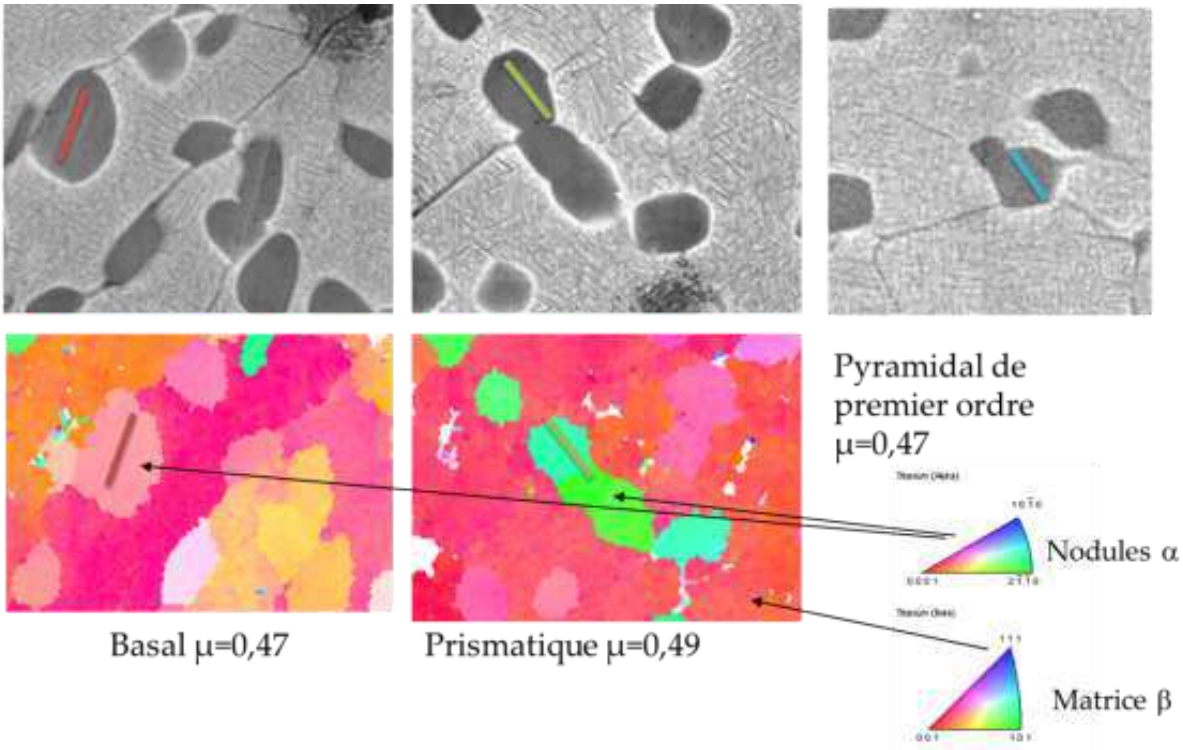


Figure 86 : Exemples d'identification de trois systèmes de glissement (basal, prismatique et pyramidal) de la zone 2.

b. Nature et distribution des systèmes de glissements activés.

La réalisation des essais de traction *in situ* couplée aux analyses EBSD effectuées *post-mortem* sur les zones d'intérêt a permis d'identifier les différents systèmes de glissement effectivement activés répartis sur une dizaine de zones différentes sur deux éprouvettes de Ti-5553 forgé. Cette approche a été mise en place pour plus de 350 nodules.

Pour suivre et analyser ces évolutions, il est utile de représenter les données sur des projections stéréographiques inverses (voir Annexe). Dans ce type de graphique chaque point représente l'orientation cristallographique suivant la direction de sollicitation d'un nodule au sein duquel des bandes de glissement sont apparues. On représente également sur ces figures les iso-courbes de facteur de Schmid pour chaque type de système de glissement.

À partir de ces dernières courbes (figure 87), il apparaît que les nodules d'orientation proches (0001) par rapport à l'axe de sollicitation (plan de base de l'hexagone perpendiculaire à la sollicitation) ont peu de chance de voir des systèmes de glissement s'activer, le facteur de Schmid étant faible pour les trois systèmes basal, prismatique et pyramidal. Cela peut expliquer pourquoi certains nodules ne présentent pas de trace de plasticité y compris au sein d'un grain très déformé. Il est alors possible d'analyser pour l'ensemble des zones l'activation des systèmes de glissement au regard de la contrainte, de l'orientation cristallographique du nodule concerné, de la nature du système activé et du facteur de Schmid. Commençons par considérer les systèmes actifs sur le plan de base (figure 88).

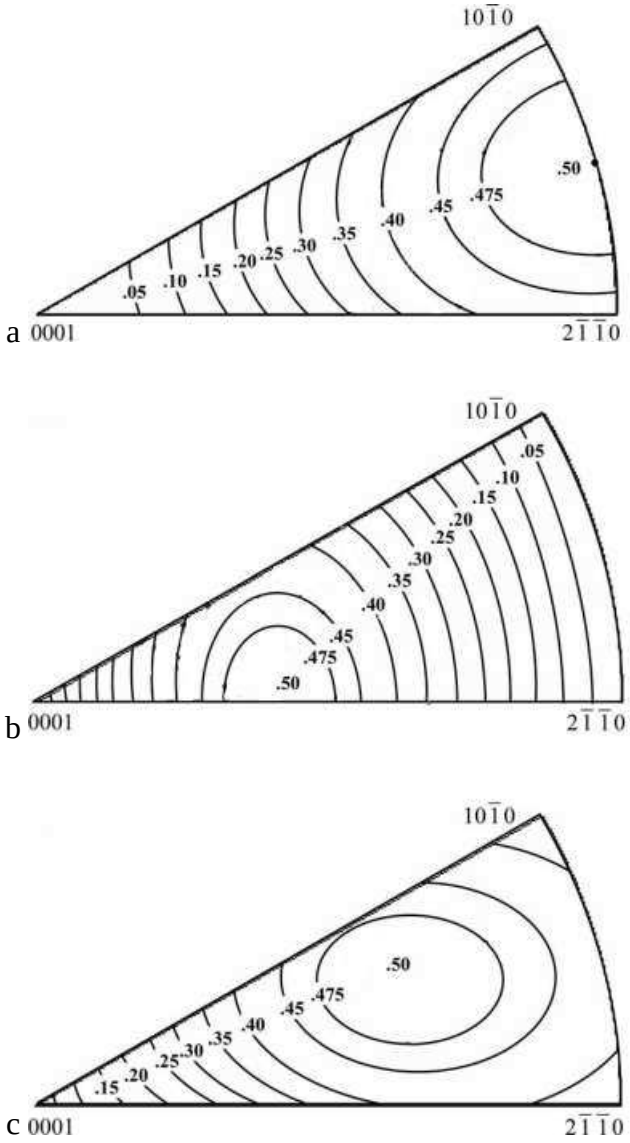


Figure 87 : Domaines de facteur de Schmid maximal des systèmes de glissement de type prismatique (a), basal (b) et pyramidal (c) pour la phase α du titane représentés dans le triangle standard de la figure de pôle inverse.

L'apparition des bandes de glissement de type basal au sein de l'alliage concerne dans l'ensemble des systèmes à fort facteur de Schmid ($\mu > 0{,}40$). Les premières traces détectées à l'étape $\sigma = 1100$ MPa correspondent à un facteur de Schmid particulièrement élevé proche de 0,5 (figure 88.a). Lorsque la contrainte augmente, l'activation des systèmes dans les plans de base peut se réaliser pour un niveau légèrement plus faible de facteur de Schmid. On remarque un « décalage » de la zone à forte densité de points vers les orientations (0001). Ce décalage trouve son origine dans l'anisotropie de propriétés élastiques de la phase α [49] présentée chapitre 1.5.b, figure 17. Bridier *et al.* ont alors proposé une autre cartographie d'iso-courbes en prenant en compte à la fois le facteur de Schmid du système activé et le module d'Young théorique associé (E variant de 145 à 105 GPa). La figure 89 ci-dessous

illustre comment cette prise en compte permet de mieux rendre compte des domaines d'orientation favorables à l'activation des systèmes de glissement sur les plans de base.

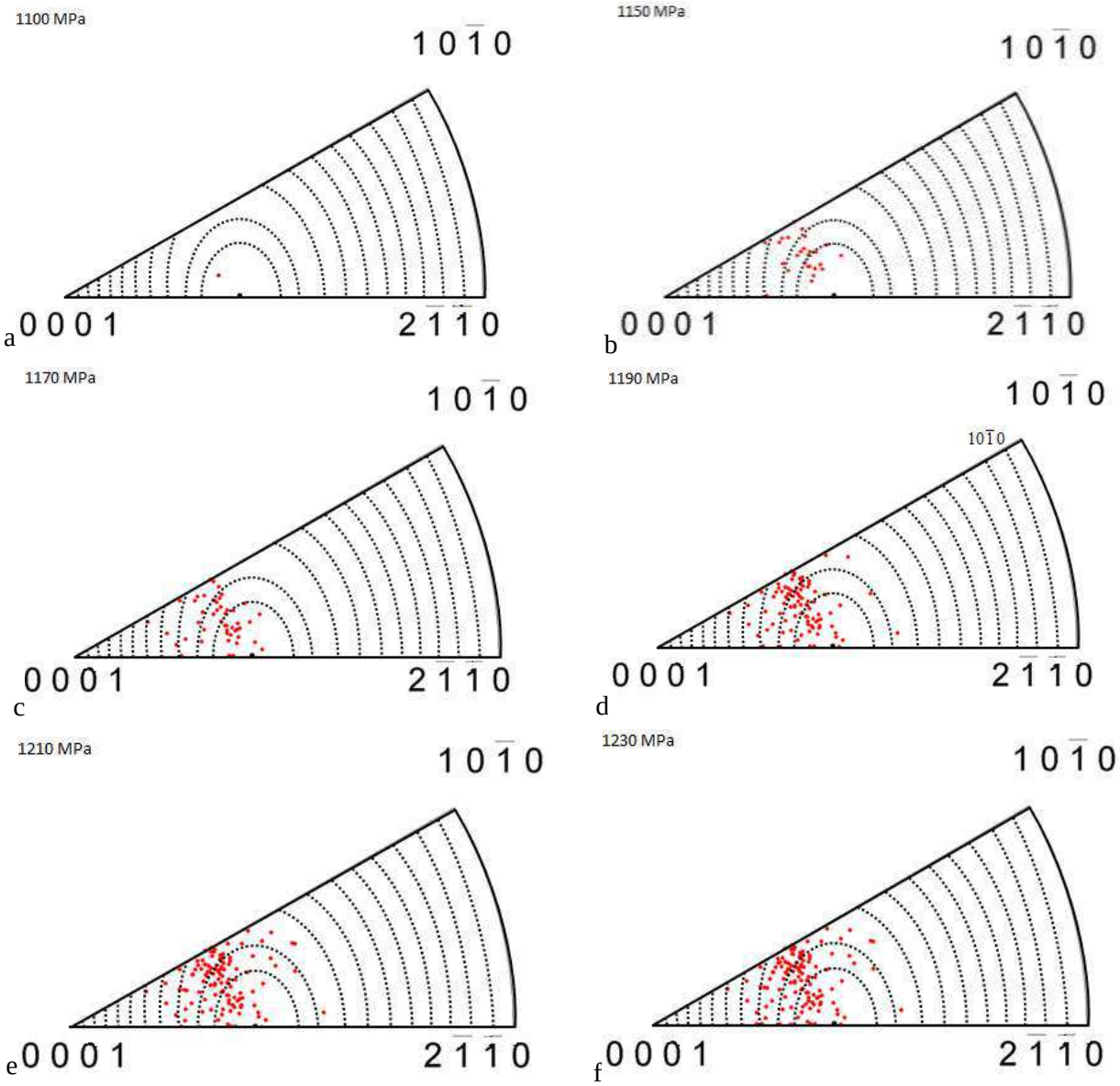


Figure 88 : Apparition des bandes de glissement de type basal sur l'ensemble des zones observées (l'apparition est représentée par l'introduction d'un point sur la figure de pôle inverse) pour les contraintes de 1100 MPa (a), 1150MPa (b), 1170 MPa (c), 1190 MPa (d), 1210 MPa (e) et 1230 MPa (f).

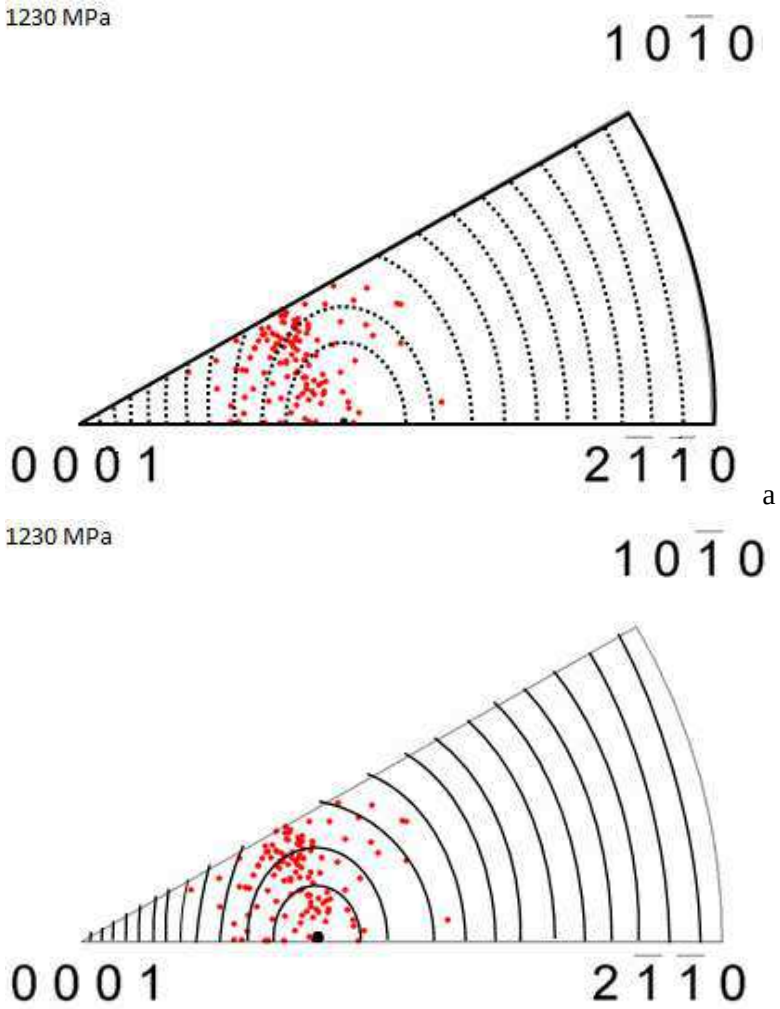


Figure 89 : Données concernant l'activation des systèmes de glissement de type basal dans le triangle standard avec iso-courbes de facteur de Schmid conventionnel (a) et iso-courbes corrigées des effets de module (b).

On constate après correction (facteur de Schmid corrigé = facteur de Schmid conventionnel x $E_{max}(145)/E_{min}(105)$) que les domaines à fort facteur de Schmid « corrigé » se sont décalés vers l'orientation (0001) et que les points expérimentaux sont en meilleure correspondance avec ces domaines.

Les figures ci-dessous présentent les résultats pour les systèmes de glissement de type prismatique et pyramidal. Il apparaît globalement une assez bonne correspondance entre fort niveau de facteur de Schmid et activation de ces systèmes. La correction du facteur de Schmid par les effets de module ne décale pratiquement pas les iso-courbes dans ces domaines d'orientation. Trois remarques doivent être faites à ce stade :

Si l'ensemble des systèmes activés correspond effectivement à de forts facteurs de Schmid ($\mu > 0,40$), leur activation ne semble cependant pas systématiquement commencer par le système à plus fort facteur. Ce point pourrait être lié au fait que les zones au sein desquelles ces traces apparaissent sont souvent les plus déformées. Dans ces conditions, la direction de sollicitation qu'il faudrait localement considérer au niveau d'un nodule pourrait être quelque

peu différente de celle mesurée directement par EBSD initialement ce qui pourrait par conséquent légèrement modifier les valeurs de facteur de Schmid calculées de manière conventionnelle.

L'existence de bandes de glissement en « escalier » avait été soulignée lors des observations sur éprouvettes déformées *in-situ* et *ex-situ* dans certains nodules. L'identification de ces bandes a révélé du glissement dévié entre deux systèmes : un prismatique et un pyramidal. Lors de la construction des figures de pôles, il est apparu que les nodules au sein desquels un tel phénomène était observé ont une orientation cristallographique appartenant à un domaine à fort facteur de Schmid prismatique et pyramidal. Il existe en fait un domaine d'orientation où les deux types de plans de glissement peuvent être activés. La figure 90 illustre ce domaine pour lequel il y a équivalence du plus fort facteur de Schmid sur les systèmes prismatiques et pyramidaux. Les observations ont permis d'identifier une vingtaine de cas où ce glissement dévié apparaissait.

Enfin, les analyses ont également porté sur les nodules ne présentant aucun signe évident de déformation plastique et se situant au sein de zones peu ou pas déformées. Une part importante de ces nodules correspond à des orientations cristallographiques à fort facteur de Schmid pour du glissement basal, prismatique ou encore pyramidal. L'absence de la moindre activité plastique au sein de ces nodules suggère que le grain β dans lequel ils se trouvent est suffisamment faiblement déformé pour que le niveau de contrainte de cisaillement critique nécessaire au déclenchement d'un glissement plastique sur l'un des systèmes possibles ne soit pas atteint.

Enfin, les analyses ont également porté sur les nodules ne présentant aucun signe évident de déformation plastique et se situant au sein de zones peu ou pas déformées (figure 91). Une part importante de ces nodules correspond à des orientations cristallographiques à fort facteur de Schmid pour du glissement basal, prismatique ou encore pyramidal. L'absence de la moindre activité plastique au sein de ces nodules suggère que le grain β dans lequel ils se trouvent est suffisamment faiblement déformé pour que le niveau de contrainte de cisaillement critique nécessaire au déclenchement d'un glissement plastique sur l'un des systèmes possibles ne soit pas atteint.

Au final, le calcul du facteur de Schmid permet de prédire de manière relativement fiable la nature des glissements qui peuvent se développer en fonction de l'orientation cristallographique locale. Des domaines d'orientation favorisant le glissement basal, prismatique ou pyramidal sont ainsi clairement définis. Un domaine restreint apparaît cependant comme favorable autant pour les systèmes prismatiques et pyramidaux, ce domaine favorisant ainsi particulièrement les possibilités de glissement déviés d'un système vers l'autre.

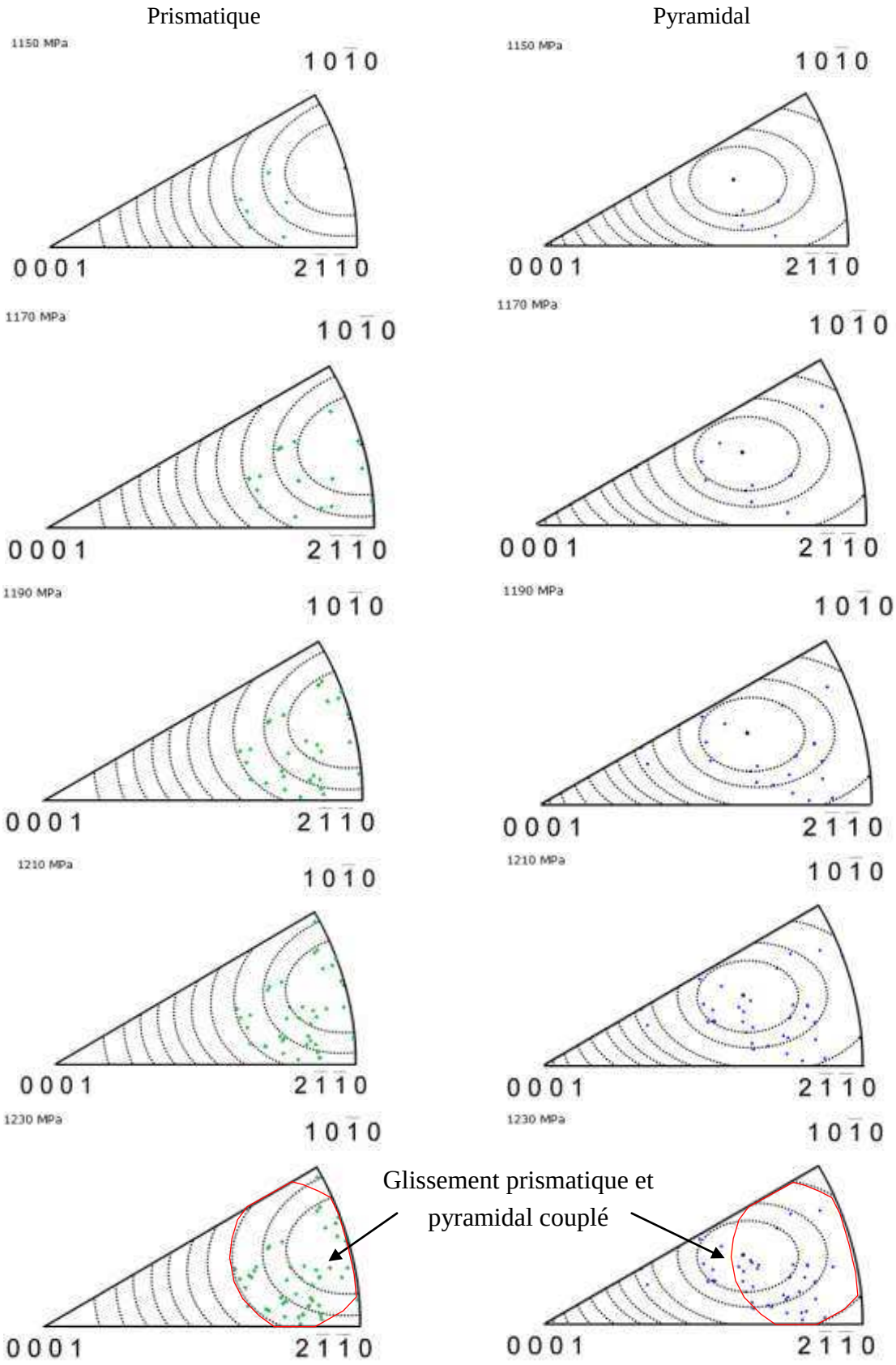


Figure 90 : Figure de pôles inverse (avec iso-courbes de facteur de Schmid) concernant l'activation des bandes de glissement prismatiques et pyramidales en fonction de la contrainte pour les essais *in situ* sur Ti-5553 forgé.

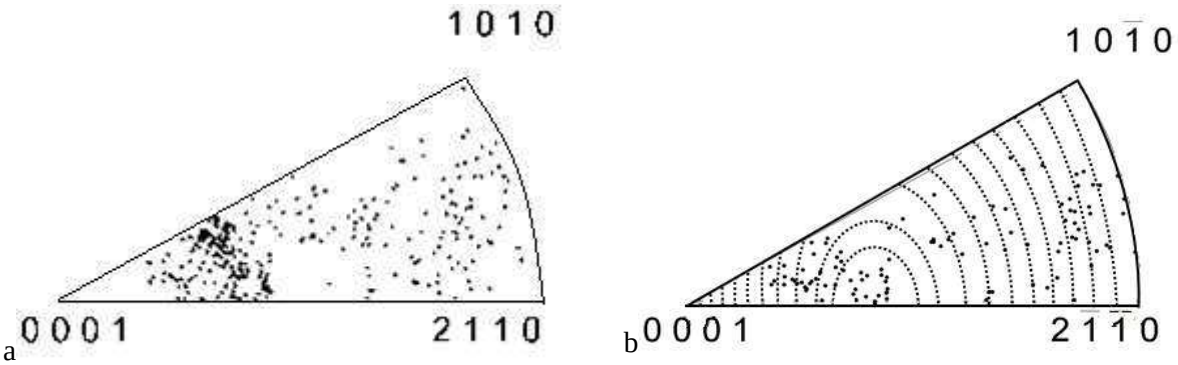


Figure 91 : Orientation des nodules traités dans le cadre des essais In-Situ (a) et orientations de nodules non déformés sur iso-courbes de facteur de Schmid de type basal(b).

Par contre, le facteur de Schmid ne peut en aucun cas être utilisé pour prédire l'activation de ces glissements. En d'autres termes ce facteur ne constitue pas un critère d'activité plastique.

La figure 92 ci-dessous reporte les fractions des systèmes de glissement activés en fonction du facteur de Schmid.

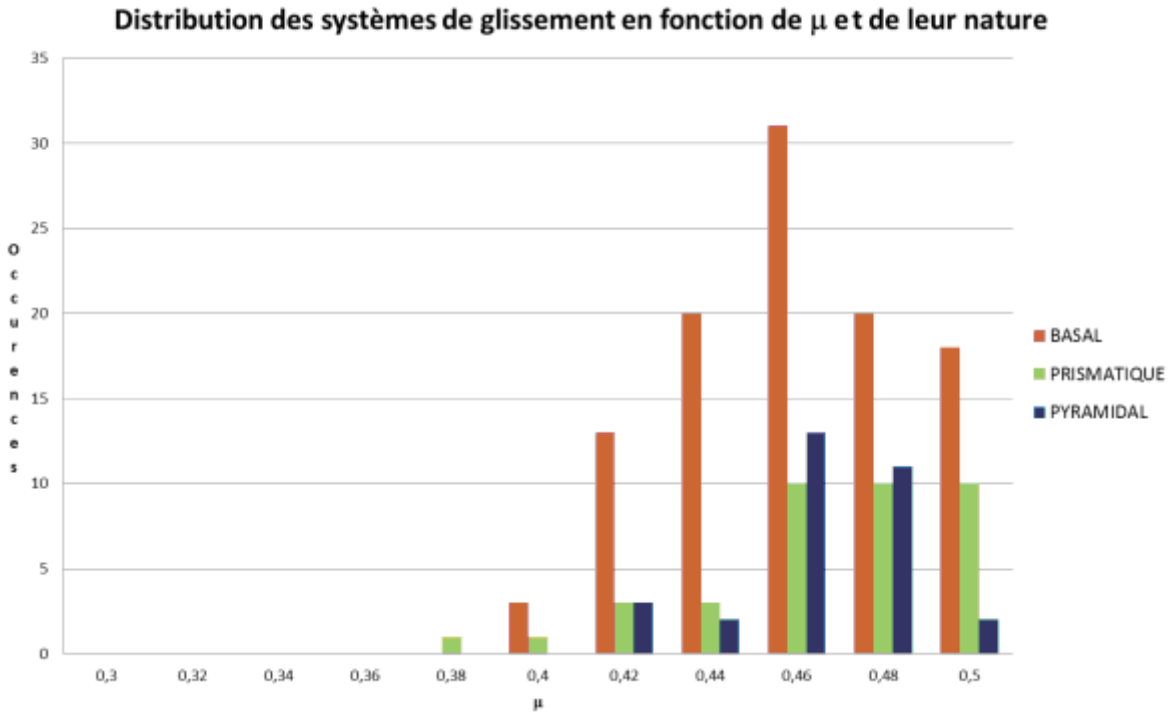


Figure 92 : Distribution des systèmes de glissement répertoriés lors du second essai *In Situ* en fonction de leur nature et du facteur de Schmid.

Dans tous les cas, un fort facteur de Schmid favorise le glissement et une plus forte présence du glissement basal apparaît nettement. Le tableau 23 indique que plus de 60% des systèmes de glissement indexés étaient des systèmes de type basal. Le reste des systèmes indexés se partagent entre prismatique et pyramidal.

Nature du système	Basal	Prismatique	Pyramidal
Pourcentage	60%	22%	18%

Tableau 23 : Répartition des systèmes de glissement observés en fonction de leur nature.

Il est important d'essayer de comprendre pourquoi le glissement basal apparaît plus fréquemment, au moins en termes de fraction de nodules concernés, par rapport aux autres systèmes dans la mesure où les processus d'endommagement au sens de la formation initiale des fissures peuvent différer des systèmes de type basal aux autres de type prismatique et pyramidal.

Un des aspects qui peut être évoqué concerne le niveau de contrainte critique de cisaillement τ_{CRRS} pour chaque type de système. Comme cela a déjà été décrit dans le chapitre bibliographique, dans le titane pur, le modèle de Peierls Nabarro prédit une valeur de τ_{CRRS} plus faible sur le système prismatique. Des essais sur monocristaux à basse température ont permis d'observer et d'identifier le glissement prismatique comme mode principal de déformation et ceci même dans des cas extrêmement défavorables [51, 79]. Cependant pour les alliages la composition chimique influence de manière considérable l'énergie nécessaire pour l'activation de chaque type de système de glissement possible [80]. Les données sur ce point sont peu nombreuses, parfois contradictoires et absentes pour les alliages β-métastable. De plus, le caractère polycristallin et multiphasés des alliages étudiés rend ces évaluations délicates.

À partir de nos expériences de déformation *in situ* sous MEB, les valeurs de τ_{CRRS} pour chaque système ont été évaluées grâce à l'identification de la contrainte macroscopique correspondant à l'apparition des premières bandes de glissement et du calcul du facteur de Schmid (grâce aux données EBSD) associé ($\tau_{CRRS} = \mu\sigma$).

Connaissant la forte anisotropie de la phase α et suite aux observations d'hétérogénéité de déformation de grain β à grain β, le calcul du τ_{CRRS} par la seule prise en compte de la contrainte macroscopique peut générer une erreur significative. De plus la distribution des contraintes au sein des grains entre les nodules et la matrice n'est, aujourd'hui, ni connue, ni maîtrisée.

Les valeurs obtenues par cette approche pour les trois systèmes sont indiquées dans le tableau 24 ci-dessous :

Système	Basal	Prismatique	Pyramidal
τ^*_{CRRS} (MPa)	538	549	546
(écart type)*	(31)	(38)	(26)
τ_{CRRS} normée	0,980	1,000	0,995

Tableau 24 : Valeurs des τ_{CRRS} pour chaque système de glissement du Ti-5553 forgé (*données modifiés).

Ces valeurs sont plus élevées que celles déterminées pour le TA6V (tableau 9) [49] traduisant une partie des différences de comportement et de propriétés mécaniques entre ces deux alliages (il ne faut pas oublier le potentiel rôle de la morphologie des phases, des contraintes internes, …). Cependant, dans les deux cas, si la contrainte de cisaillement critique résolue du système basal apparaît légèrement plus faible que pour le prismatique, il faut surtout retenir que la valeur de τ_{CRRS} pour l'ensemble des systèmes reste similaire. Cela signifie qu'il n'y a guère plus de facilité à ce que les glissements se développent sur l'un ou l'autre des systèmes. La plus forte proportion observée de glissement basal ne peut alors pas s'expliquer par une plus grande facilité de glissement sur ce système.

L'environnement microstructural des nodules et donc la matrice β-transformée des grains pourrait également jouer un rôle important sur ce point.

c.Activation des mécanismes de déformation et influence du voisinage des nodules.

La motivation à étudier les conditions d'activation des mécanismes de glissement au sein des nodules en prenant en compte l'orientation du grain β dans lequel ils se trouvent est liée aux remarques suivantes :

- La forte hétérogénéité de déformation de grain β à grain β (tableau 22).
- L'absence de trace de plasticité dans des nodules pourtant favorablement orientés pour l'activation de bandes de glissement dans certains grains β.
- La forte proportion de glissement basal observée.
- La similitude des τ_{CRRS} calculées.

Nous allons alors revisiter l'ensemble des données au regard de la matrice β-transformée correspondant aux grains des zones suivies.

Alors que les observations qui portaient sur une dizaine de zones d'intérêts suffisaient à fournir une base de données solide pour étudier les conditions d'activation des bandes de glissement en ne considérant que l'orientation locale de la phase α, on ne peut comptabiliser que 27 orientations différentes concernant les grains β. L'analyse des données a cependant permis de dégager des tendances fortes quant à l'influence de la matrice β. Les points essentiels sont décrits ci-dessous et illustrés par la figure 95. Une analyse détaillée de l'influence de la phase β fait l'objet par la suite du chapitre 5.

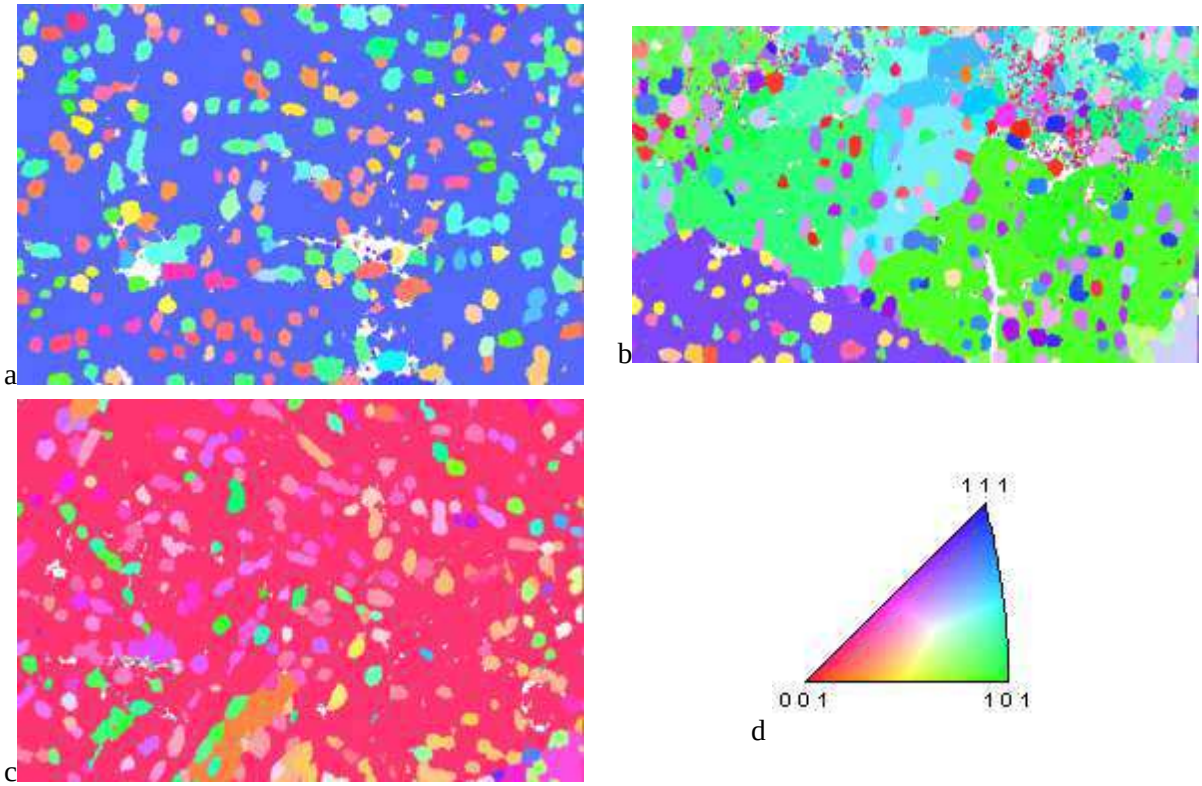


Figure 93 : Cartographies EBSD étendues (orientation cristallographique représentée dans la direction de sollicitation) de zones non déformée (a), présentant une faible densité de bandes de glissement (b) et une forte densité de phénomènes plastiques (c). Code couleur EBSD de la phase β (d).

Toutes les zones à forte densité de bandes de glissement (6 des 10 zones de suivi) qui sont également les zones les plus déformées présentent une orientation de la phase β de type <001> ou proche <001> par rapport à la direction de sollicitation. Les zones non déformées (3 des 10 zones de suivi) correspondent à une orientation cristalline proche de <111> par rapport à l'axe de sollicitation. Enfin la dernière zone, où quelques bandes de glissement étaient observées était composée d'une multitude de petits grains d'orientation proche de <101>.

La figure 95 illustre ces points. Le grain « bleu » dont l'orientation β est proche de <111> (figure 95a) correspond à une zone très peu déformée plastiquement y compris à la fin de l'essai de traction (état de contrainte macroscopique σ = 1230 MPa). Le niveau de déformation à l'échelle de ce grain est évalué à εl=0.67%, c'est-à-dire une valeur bien plus faible que celle mesurée macroscopiquement à l'échelle de l'éprouvette : εt=1.868% - εp=0.789%. Cette zone correspond à la zone 1 dont les états de déformation pour différents stades de la traction ont déjà été présentés par la figure 80. Le grain « rouge » (figure 95c) dont l'orientation est proche de <001> présente au contraire, au même stade de l'essai, des traces marquées de plasticité dans les nodules comme au sein de la matrice. Le niveau local de déformation atteint alors εl=3.93%, valeur bien supérieure au niveau moyen εt=1.868%. Cette zone correspond à la zone 2 pour laquelle les processus de déformation sont illustrés par la figure 81.

7.Synthèse des essais de traction ex situ et *in situ sous MEB et de l'analyse cristallographique.*

Les essais de traction réalisés *in situ* sous MEB couplés aux analyses EBSD ont permis de confirmer certaines des hypothèses émises à partir de l'analyse des observations conventionnelles réalisées post-mortem sur échantillons déformés *ex situ.* En outre, ces expériences ont contribué à introduire de nouveaux éléments pour la compréhension des processus de déformation de ces alliages :

- **La séquence des mécanismes de déformation plastique** : Les traces de déformation plastique apparaissent en premier lieu au sein des nodules, bien avant que la contrainte imposée n'atteigne la limite d'élasticité macroscopique. L'activation des mécanismes de déformation plastique au sein des nodules d'un même grain β ne s'opère pas de façon simultanée. Les bandes de glissement apparaissent au fil de l'augmentation de la contrainte à l'intérieur d'un nombre de plus en plus important de nodules. À la fin de l'essai, tous les nodules ne présentent pas forcément des traces de plasticité.

  Ce n'est qu'après accumulation de contraintes à l'interface nodule / matrice que les bandes de glissement se propagent finalement dans la matrice. La zone de déplétion ne constitue pas un réel obstacle à cette propagation au contraire de la matrice β-transformée. Les nombreux obstacles aux mouvements des dislocations que constituent les lamelles α_s sont très efficaces de même que le confinement de ces mouvements dans les couloirs de matrice entre lamelles. À l'instar des travaux réalisés en MET, il reste difficile de préciser les processus de déformation plastique qui se développent au sein de cette matrice β-transformée. On peut cependant souligner qu'à l'échelle d'un grain β, la matrice semble se déformer de façon assez homogène.
- **La nature des systèmes de glissement** : Un grand nombre de bandes de glissement développées dans les nodules a été analysé à partir des données cristallographiques acquises sur plusieurs zones d'intérêt. Les trois types de système de glissement basal, prismatique et pyramidal ont pu être identifiés.
- **Les contraintes critiques de cisaillement résolues** : Les valeurs de τ_{CRRS} pour chaque système de glissement ont pu être évaluées à partir de la détection des premières bandes de glissement (essai *in situ*) dans les nodules dont l'orientation cristallographique était connue (EBSD). Il s'avère que les valeurs de τ_{CRRS} sont très proches pour les trois types de système basal, prismatique et pyramidal.
- **La distribution des système de glissement activés** : L'analyse des systèmes de glissement activés en fonction de leur facteur de Schmid et de leur nature a permis de définir les domaines d'orientation des nodules favorables à tel ou tel système. Un domaine particulier ressort pour lequel systèmes prismatiques et pyramidaux coexistent, conditions favorisant le glissement dévié. Par contre le fait qu'un nodule soit favorablement orienté pour un type de glissement (quel qu'il soit) n'assure en rien l'apparition et le

développement de bandes de glissement (Le facteur de Schmid ne constitue en rien un critère d'activation). Enfin, une proportion plus importante de systèmes de type basal est ressortie de l'analyse statistique des données. Cette propension ne peut s'expliquer par une activation plus facile de ce système au sens d'une valeur τ_{CRRS} qui serait très nettement inférieure.

- **L'hétérogénéité de déformation de grain à grain** : On observe clairement à l'échelle des grains β des zones sévèrement déformées et d'autres sans trace de plasticité alors que le comportement macroscopique de l'éprouvette atteint 1% de déformation plastique. Le fort degré d'hétérogénéité de déformation plastique a pu être évalué par des mesures de déformation locale à partir de l'analyse des clichés réalisés lors de l'essai *in situ*. Ainsi, au sein d'une éprouvette dont la déformation totale (élastique et plastique) atteint macroscopiquement 1,83 %, les zones suivies présentent différents niveaux de déformation allant de 0,67 % à 3,93 % de déformation totale. La prise en compte de l'orientation de la phase β dans chacune des zones étudiées semble être un des points clef pour expliquer cette très forte hétérogénéité de comportement de grain à grain (chapitre 5).

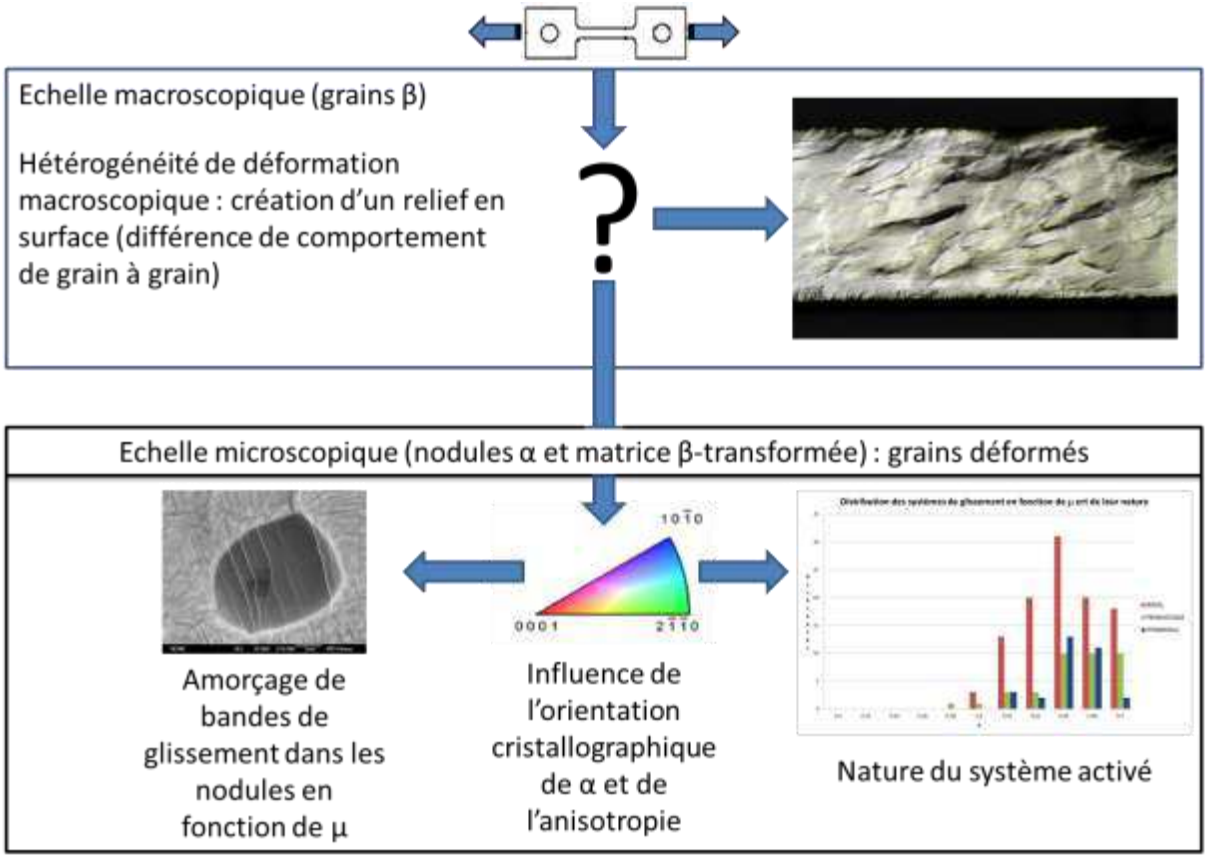


Figure 94 : Mécanismes de déformation à différentes échelles des alliages de titane β-métastable.

8.Mécanismes de déformation et d'endommagement sous sollicitations cycliques des alliages de titane β-métastable.

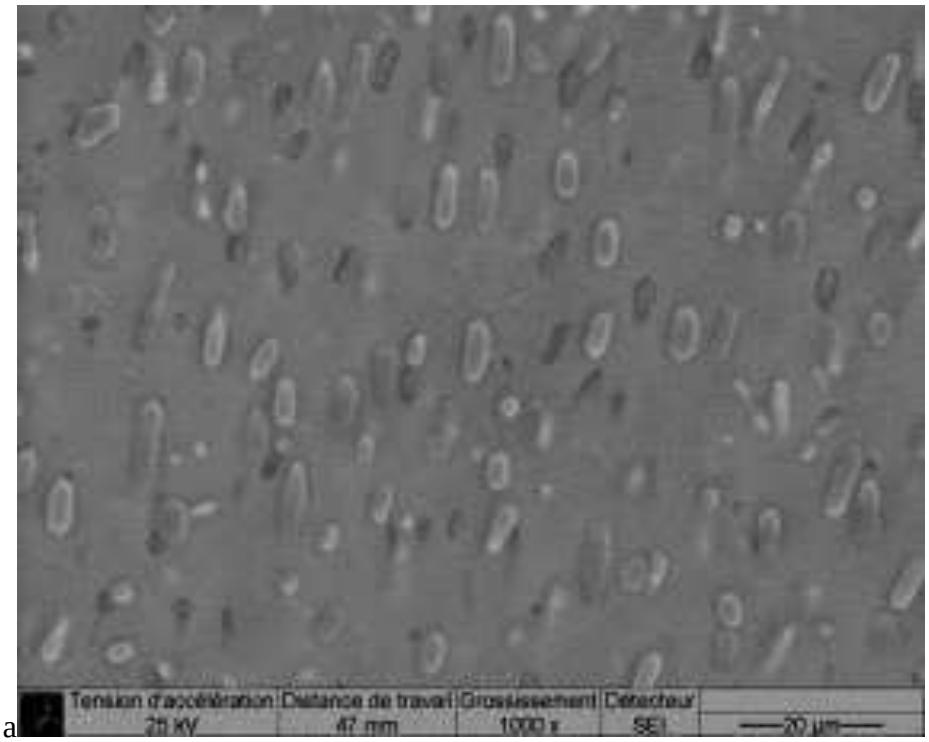
Une approche de même nature que celle développée dans les paragraphes précédents concernant des chargements mécaniques en traction monotone a été mise en place pour analyser l'apparition et le développement des processus de déformation plastique cyclique et d'endommagement au sein du Ti5553 forgé. Pour cela des essais de fatigue multi-interrompus ont été mis en place sur une éprouvette à section carrée. La durée de vie estimée pour le niveau de déformation imposé de $\varepsilon^*=0,9\%$ (voir chapitre 3.4) est de $N^*=13000$ cycles. L'essai n'a finalement été mené que jusqu'à $N^*=7300$ cycles car l'éprouvette, à ce stade, présentait déjà une fissure importante qu'une reprise de l'essai aurait fait se propager rapidement jusqu'à rupture.

La différence entre le niveau de durée de vie espéré et la durée de vie effective de cette éprouvette spécifique peut avoir plusieurs origines : Le changement de géométrie (cylindrique / à section carrée) et les séquences arrêts / reprises pourraient être en cause bien que pour ce dernier point de tels essais interrompus ont été réalisés sur d'autres alliages de titane sans conséquence sur la durée de vie avec des éprouvettes cylindriques. L'état de surface initial peut également être concerné. En effet, les quatre grandes surfaces planes de l'éprouvette ont été polies électrolytiquement afin d'assurer une bonne qualité de diffraction lors des analyses EBSD. Cette étape ne conduit pas au même état de surface que les étapes de polissage mécanique et de finition appliquées aux éprouvettes cylindriques de fatigue. De légers déchaussements entre nodules et matrice peuvent en particulier apparaître, favorisant éventuellement un amorçage de fissure plus précoce.

Les arrêts ont été réalisés à $N^*=3300$ cycles (45% de la durée de vie finale), $N^*=5300$ cycles (72 %), $N^*=6000$ cycles (82 %), $N^*=6600$ cycles (90%) et $N^*=7300$ (100 %). Lors de ces arrêts, l'éprouvette a été démontée et la partie utile observée par MEB (JEOL 6400). Les premières amorces de fissure ont été constatées en surface pour $N^*=6000$ cycles soit à plus de 80 % de la durée de vie finale de l'éprouvette. Cette constatation confirme l'idée que la résistance en fatigue des alliages de titane est gouvernée par la phase d'amorçage de fissure qui représente la plus grande proportion de la durée de vie. La phase finale de propagation est très rapide.

Comme le montrent les clichés ci-dessous (Figure 96), pour $N^*=6000$ du multiamorçage de fissures est constaté au sein d'un seul et unique grain. Ces fissures restant de tailles modestes (~100 μm pour la plus longue), on assiste ici aux premiers stades d'endommagement. On notera que quelques « poussières » viennent se fixer à la surface de l'éprouvette en particulier au niveau des lèvres des fissures. Ne souhaitant pas endommager la surface, dégrader les possibilités d'analyses cristallographiques, ou encore modifier les conditions de propagation de ces fissures, aucun nettoyage n'a été tenté.

a



b

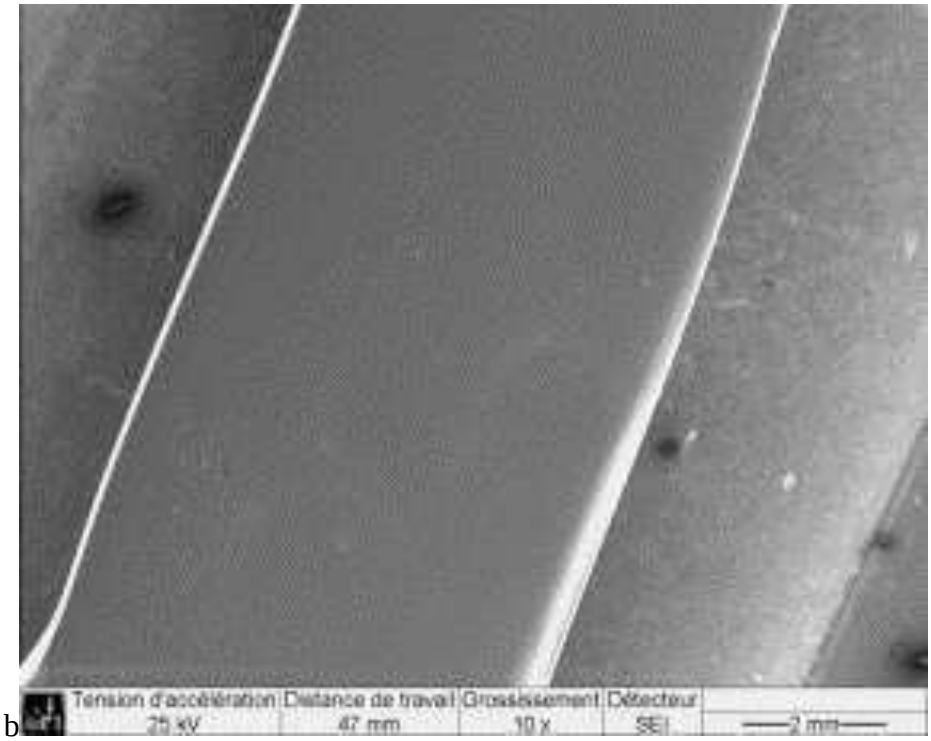


Figure 95 : Microstructure forgée (x1000) de l'éprouvette de fatigue interrompue (a) et fût de l'éprouvette après N*=5300 cycle (b).

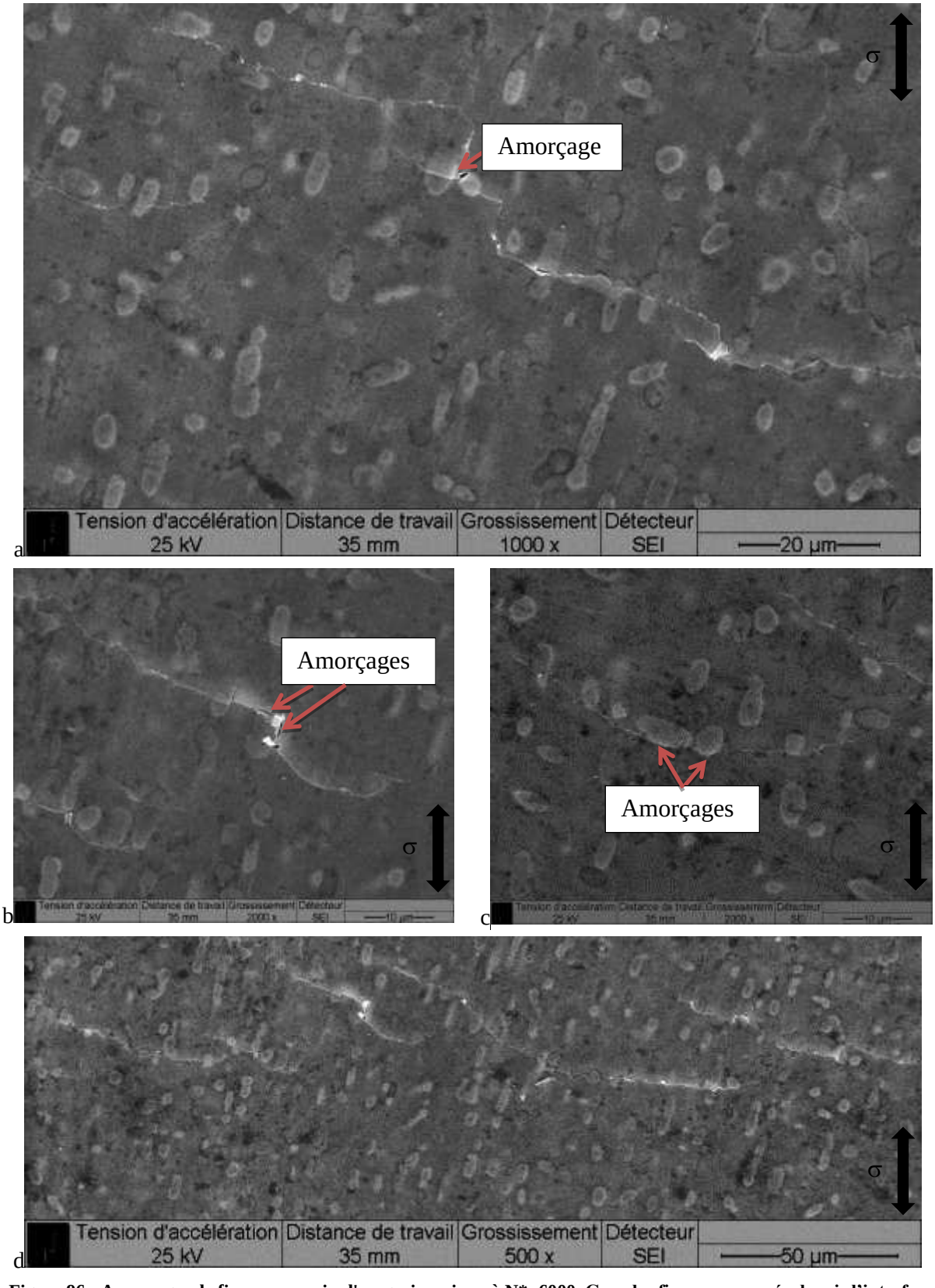


Figure 96 : Amorçages de fissures au sein d'un grain unique à N*=6000. Grandes fissures amorcée depuis l'interface d'un nodule (a) Fissure courte présentant un amorçage à l'interface et intra-nodulaire (b). Fissures courtes présentant un amorçage à l'interface(c). Fissures longues et alignées (configuration néfaste) au sein du grain (d).

Différents processus d'amorçage ont été identifiés:

- Amorçage de la fissure depuis une interface entre un nodule et la matrice β-transformée.
- Amorçage au sein d'un nodule puis propagation à la matrice après franchissement de l'interface.
- Amorçage mixte au sein d'un nodule et à son interface simultanément.

De multiples amorces de fissures ont été observées au sein de ce grain (plus d'une dizaine de fissures). Ces fissures présentent la même orientation géométrique (voir figure 96.d) et tendent à s'aligner créant ainsi une configuration extrêmement défavorable (coalescence de fissures fortement possible).

Les données cristallographiques au sein de ce grain ont été collectées par EBSD. Elles ont permis de vérifier que toutes les fissures repérées étaient effectivement amorcées dans un seul et unique grain β.

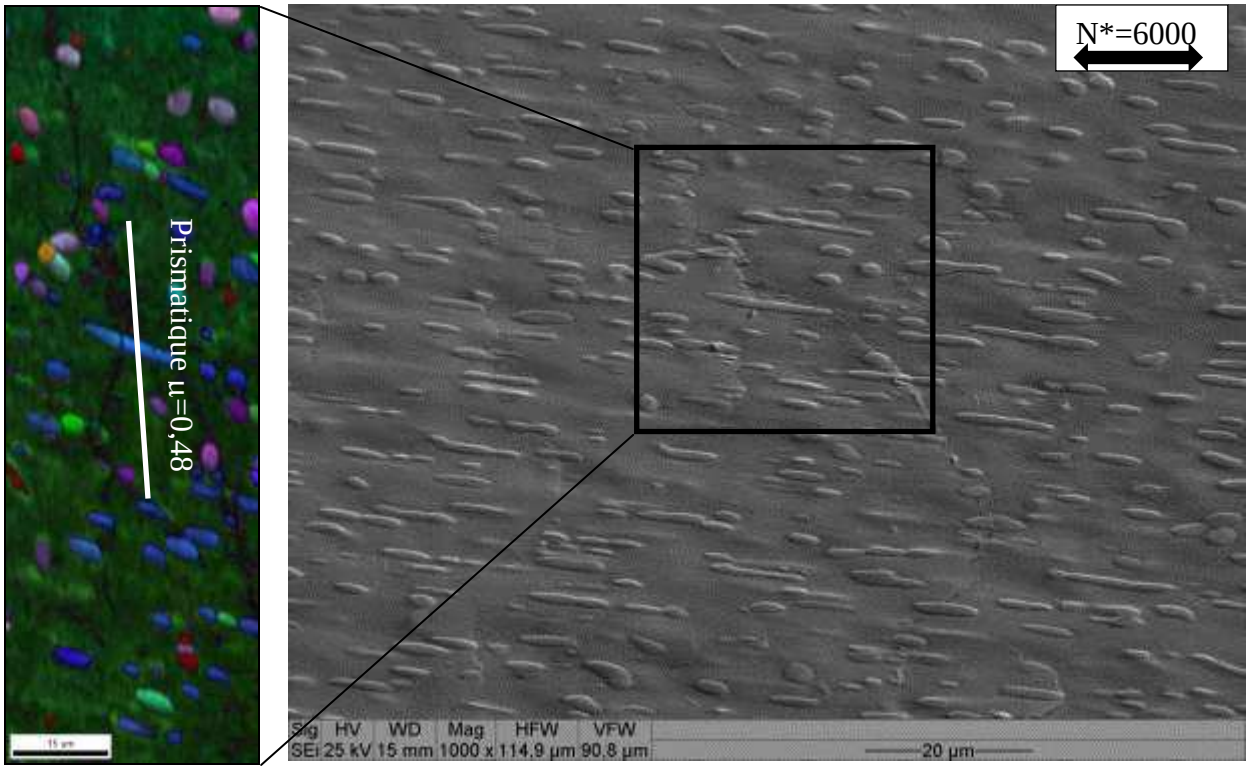


Figure 97 : Cartographie EBSD de la zone d'amorçage d'une fissure à N=4500.

La figure 97 ci-dessus illustre un amorçage depuis une bande de glissement au sein d'un nodule. Le système identifié est prismatique à fort facteur de Schmid (μ = 0,48). Il semble que la propagation de la fissure soit symétrique par rapport au point d'amorçage.

À ce stade, certaines fissures se retrouvent bloquées aux joints de grains β comme l'illustre la figure 98. Les joints de grains β apparaissent alors comme des obstacles forts à la propagation de fissures. Dans le grain, elles progressent au sein de la matrice et franchissent

les nodules en les traversant (en utilisant les systèmes de glissement disponibles) ou en les contournant le long des interfaces.

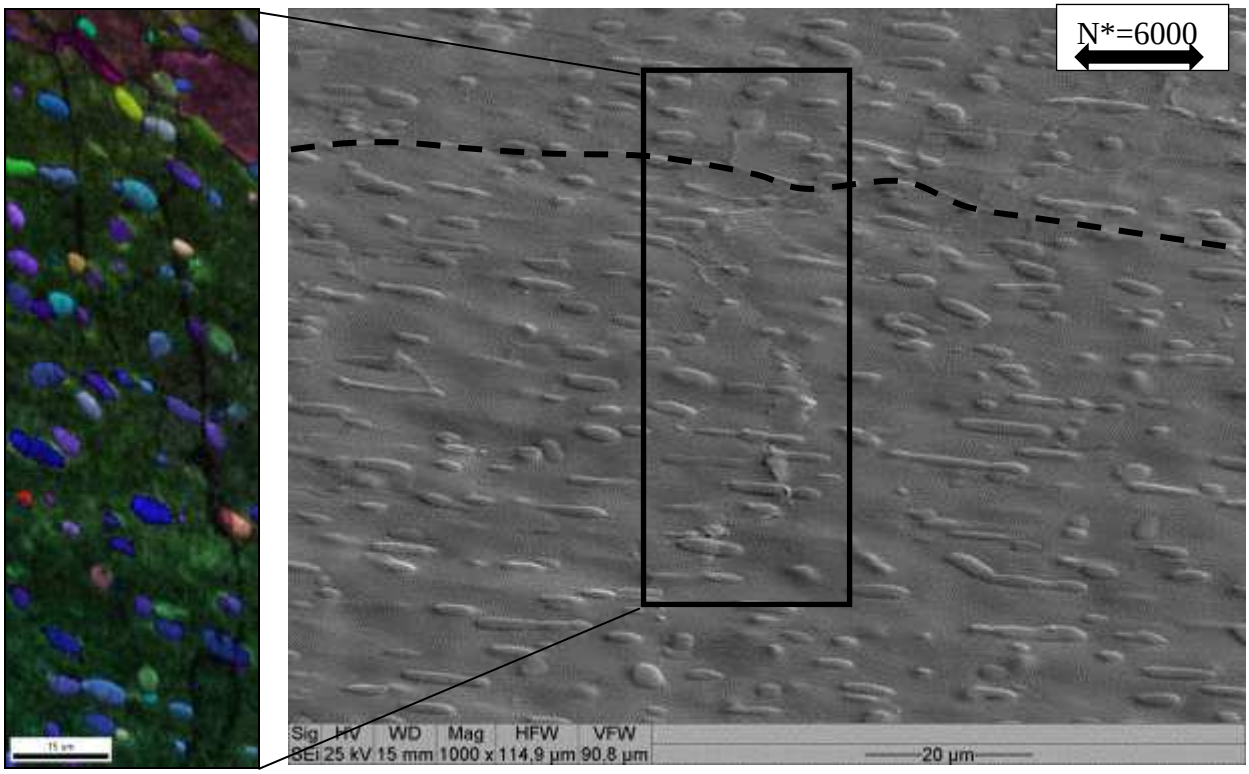


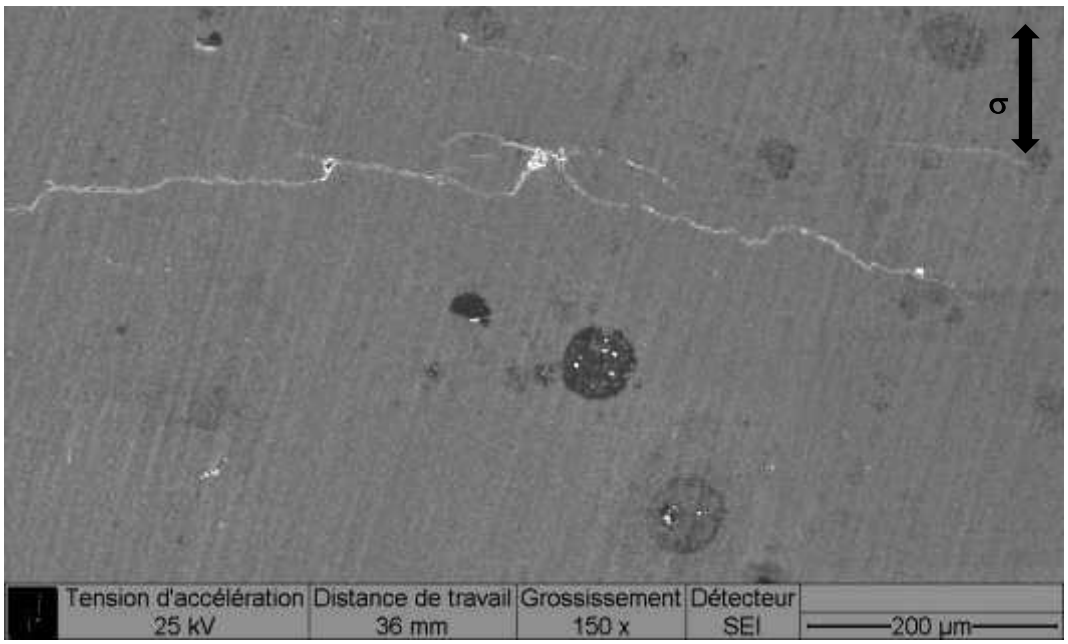
Figure 98 : Arrêt d'une fissure sur un joint de grain (en pointillé) à N*=6000 cycles.

Lors de la poursuite de l'essai d'autres fissures se sont amorcées. Elles restent cependant localisées au sein de quelques grains β. Les processus sont de même nature que ceux qui viennent d'être décrits (amorçage à partir des nodules / bandes de glissement, en interne ou au niveau des interfaces). Les données cristallographiques ont également été collectées sur d'autres fissures présentes dans d'autres grains. On s'aperçoit alors que la majorité des grains présente une orientation proche de la direction <101> pour la matrice β (figure 99.b). Les fissures arrêtées aux joints de grains les franchissent à l'arrêt suivant N*=6600 cycles. À l'étape finale, certaines des fissures suivies ont coalescé et forment une fissure millimétrique laissant présager la rupture prochaine (figure 99.a).

La microstructure apparaît ici avoir une influence sur les mécanismes d'endommagement à deux niveaux :

- **<u>À l'échelle des nodules α</u>** : Les fissures s'amorcent aux interfaces ou au sein des nodules lorsqu'un système de glissement le permet selon les mécanismes proposés par Lenain *et al.* (figure 18). Elles se propagent au sein de la matrice par la suite en franchissant les nodules présents par deux mécanismes distincts : contournement par l'interface ou franchissement grâce aux plans de glissement.

a



b

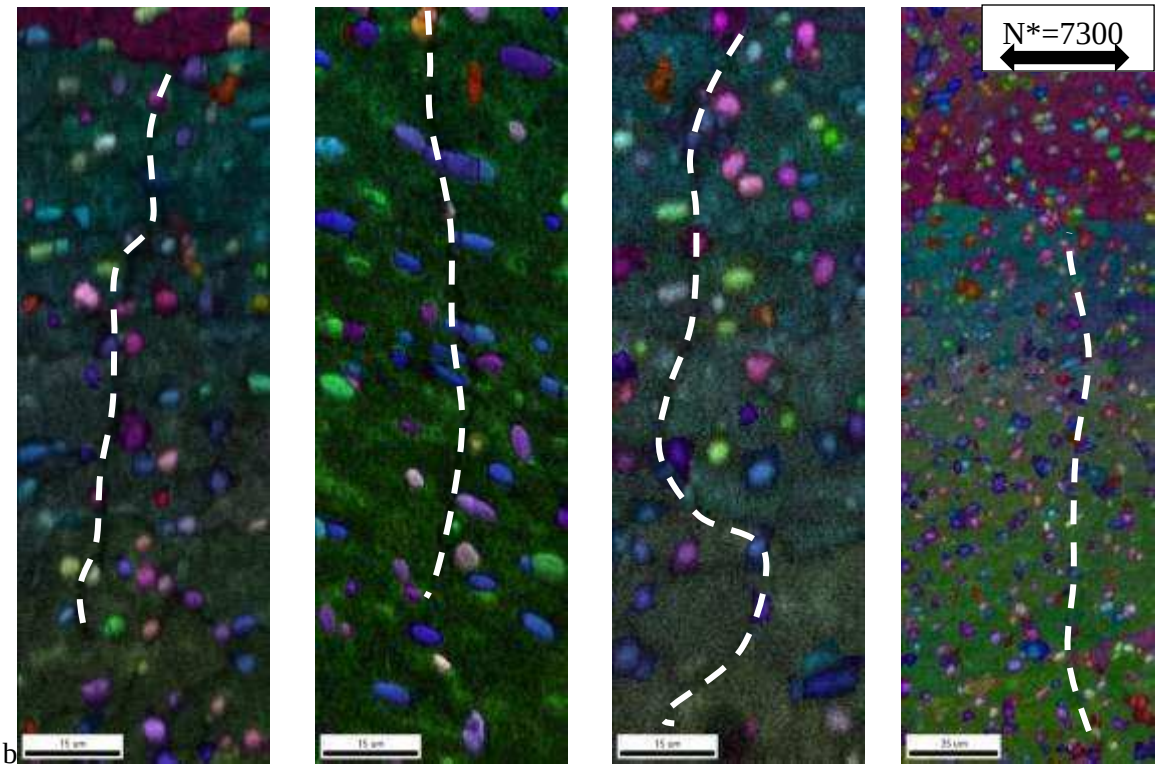


Figure 99 : Fissures (en pointillé blanc) millimétriques à N*=7300 (a) et données cristallographiques associées pour 4 grains différents (N*=7300 cycles) (b).

- **<u>À l'échelle des grains β</u>** : Les fissures se trouvent être extrêmement concentrées au sein de quelques grains comme pouvaient l'être les processus de déformation sous sollicitation monotone. L'analyse cristallographique des grains où l'endommagement se développe de façon préférentielle tend à montrer que l'orientation <101> est particulièrement concernée. On notera cependant que les données ne sont pas très nombreuses en raison de la transition très rapide entre amorçage et propagation de fissures, la rupture finale étant

atteinte avant que de nouveaux grains ne développent de l'endommagement. Il convient donc d'être prudent avant de généraliser. Nous avons également remarqué que les joints de grains β agissaient comme des barrières à la propagation des fissures (point d'arrêt) conformément au modèle de Hall (figure 15).

Ces essais de fatigue interrompus ont donc permis de mettre en évidence la nature des sites d'amorçage des fissures et du chemin de propagation au travers de la microstructure. Les mécanismes identifiés sont semblables à ceux déjà présentés dans la littérature concernant des alliages de titanes quasi-α et des alliages de titane β d'ancienne génération (amorçage sur nodules) [12, 29, 37, 43, 81, 82]. Comme pour les mécanismes de déformation identifiés lors des essais de traction monotone, la particularité relative aux alliages β-métastable qui ressort de cette étude réside dans la forte hétérogénéité de comportement de grain à grain conduisant à une localisation sévère de l'endommagement. La phase β notamment au travers de son orientation cristallographique semble alors être à l'origine de cette hétérogénéité. Le chapitre 5 se focalise sur cet aspect.

Chapitre 5

Influence de la phase β sur les mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable.

Chapitre 5 : Influence de la phase β sur les mécanismes de déformation dans les alliages de titane β-métastable.

1.Introduction.

Le chapitre 4 a permis de détailler, à différentes échelles, les mécanismes de déformation du Ti-5553 forgé grâce à des observations réalisées *post-mortem* et *in-situ* lors d'essais de traction réalisés sous MEB. À l'échelle des grains β et celle des nodules α, les faits marquants qui ressortent de ces analyses sont : une déformation homogène des grains β (échelle macroscopique) et l'apparition de bandes de glissement (échelle microscopique) en premier lieu dans les nodules. L'influence cristallographique de la phase α a été analysée de façon statistique grâce aux relevés EBSD.

Cette analyse a également révélé qu'une majorité de systèmes de glissement activés et identifiés sont de type basal. Dans le même temps, l'évaluation de la contrainte de cisaillement critique résolue propre à chaque système présent (basal, prismatique et pyramidal) ne permet pas d'expliquer ce phénomène tant les valeurs déterminées sont proches. De plus, de fortes hétérogénéités de déformation de grains à grains ont été observées à l'échelle macroscopique et microscopique.

L'analyse des informations cristallographiques qui a été réalisée à l'échelle des grains nous conduit naturellement à considérer que la phase β influence significativement le comportement mécanique du grain. Cependant, les données EBSD collectées lors des essais *in situ* ne portent que sur un nombre limité de grains β ce qui ne permet pas une analyse complète de l'influence de cette phase.

Il a dont été nécessaire d'adjoindre des considérations théoriques et des simulations numériques aux résultats expérimentaux pour évaluer le rôle de la phase β.

2.Analyse théorique de l'influence de la phase β.

a.Anisotropie de la phase β et influence sur les hétérogénéités de déformation.

Il a déjà été souligné dans ce manuscrit le peu de publications traitant du comportement mécanique spécifique de la phase β et plus particulièrement de l'anisotropie de propriétés élastiques et plastiques de cette phase. Ces données sont relativement bien connues pour la phase α (figure 17). La différence de caractéristique élastique entre les orientations « dures » et « molles » y est d'environ 45%. Pour la phase β les données sont par contre moins précises et peuvent varier considérablement selon les sources.

Cependant, il est possible de proposer une approche mathématique du problème à partir de la formule de Hayes. Celle-ci permet de calculer les caractéristiques élastiques dans toutes les directions de la maille cubique centrée de la phase β à partir de la matrice de souplesse (S_{ij}). Nous repartons de la formule de Hayes donnée précédemment (équation 2) :

$$1/E(n) = n^{\otimes 2} : S : n^{\otimes 2} = \sum_{ijkl} S_{ijkl} . n_i n_j n_k n_l$$

Les composantes de la matrice de souplesse n'étant évidemment pas connues pour la phase β associée aux trois matériaux de l'étude, des données de la littérature ont été exploitées. Dans le tableau ci-dessous sont reportés plusieurs jeux de données issus des travaux de Ledbetter, Fischer, Petry et Brandes.

Auteurs	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)
Ledbetter	97,7	82,7	37,5
Fischer	99	85	33,6
Petry	134	110	36
Brandes	134	110	55

Tableau 25 : Constantes élastiques de la phase β du titane [83].

Pour obtenir la matrice de souplesse $[S_{ij}]$, on inverse la matrice $[C_{ij}]$ qui est orthotrope transverse. Pour cela on procède comme suit :

$$[S_{ij}] = [C_{ij}]^{-1} = \frac{1}{\det(C_{ij})} \times {}^t[com[C_{ij}]]$$

Équation 8: Détermination de la matrice de souplesse à partir de la matrice de complaisance.

Il en ressort que quels que soient les coefficients de la matrice de complaisance, on obtient :

$$S_{1111} = S_{2222} = S_{3333} = \frac{C_{11}{}^2 - C_{12}{}^2}{C_{11}{}^3 + 2C_{12}{}^3 - 3C_{11}C_{12}{}^2}$$

$$4S_{1212} = 4S_{2323} = 4S_{3131} = \frac{1}{C_{44}}$$

$$S_{1122} = S_{2211} = S_{2233} = S_{3322} = S_{1133} = S_{3311} = \frac{C_{12}{}^2 - C_{11}C_{12}}{C_{11}{}^3 + 2C_{12}{}^3 - 3C_{11}C_{12}{}^2}$$

Équation 9 : Identification des paramètres de la matrice de souplesse en fonction des constantes élastiques.

En développant la formule de Hayes, on obtient alors pour tout vecteur $\vec{n}$ de composantes (n_1, n_2, n_3) l'expression de l'inverse du module d'Young dans la direction $\vec{n}$:

$$\frac{1}{E_{(n)}} = \left(\frac{{C_{11}}^2 - {C_{12}}^2}{{C_{11}}^3 + 2{C_{12}}^3 - 3C_{11}{C_{12}}^2}\right) \times ({n_1}^4 + {n_2}^4 + {n_3}^4) + \left(2 \times \frac{{C_{12}}^2 - C_{11}C_{12}}{{C_{11}}^3 + 2{C_{12}}^3 - 3C_{11}{C_{12}}^2} + \frac{1}{C_{44}}\right) \times ({n_1}^2{n_2}^2 + {n_2}^2{n_3}^2 + {n_3}^2{n_1}^2)$$

Équation 10 : Calcul du module d'Young E dans une structure cristalline cubique centrée en fonction des constantes élastiques et pour une direction <n_1 n_2 n_3>.

Pour pouvoir exploiter cette équation et analyser l'influence de l'orientation cristallographique sur les propriétés élastiques dans toutes les directions de l'espace, nous avons paramétré la direction $\vec{n}$ correspondant au chargement mécanique en fonction de deux angles (φ,θ). θ est l'angle entre la direction cristalline <100> et la projection de la direction $\vec{n}$ dans le plan (001). φ est l'angle entre le plan (001) (normale au plan (001)) et la direction de sollicitation. Les coordonnées cartésiennes associées à la direction $\vec{n}$ deviennent alors :

$$x = \cos(\varphi)\cos(\theta),\ y = \cos(\varphi)\sin(\theta) \text{ et } z = \sin(\varphi)$$

On injecte alors les coordonnées paramétrées du vecteur $\vec{n}$ dans l'équation précédente afin d'obtenir la variation de E en fonction des angles (φ,θ) :

$$\frac{1}{E_{(n)}} = \left(\frac{{C_{11}}^2 - {C_{12}}^2}{{C_{11}}^3 + 2{C_{12}}^3 - 3C_{11}{C_{12}}^2}\right) \times \left(cos^4(\varphi) \times \left(cos^4(\theta) + sin^4(\theta)\right) + sin^4(\varphi)\right) + \left(2 \times \frac{{C_{12}}^2 - C_{11}C_{12}}{{C_{11}}^3 + 2{C_{12}}^3 - 3C_{11}{C_{12}}^2} + \frac{1}{C_{44}}\right) \times \left(cos^2(\varphi)\left(cos^2(\varphi)cos^2(\theta)sin^2(\theta)\right) + sin^2(\varphi)\right)$$

Équation 11 : Calcul de E pour un matériau cubique centré en fonction des constantes élastiques et de (φ,θ).

Il est alors possible d'établir des courbes pour tous les couples d'angles θ et φ et ainsi évaluer les variations de E dans les différentes directions de la maille. Il suffit de considérer les domaines angulaires 0°< θ<45° et 0°<φ<90° pour décrire l'ensemble des directions de l'espace. En prenant les données fournies par Ledbetter, on construit les courbes suivantes :

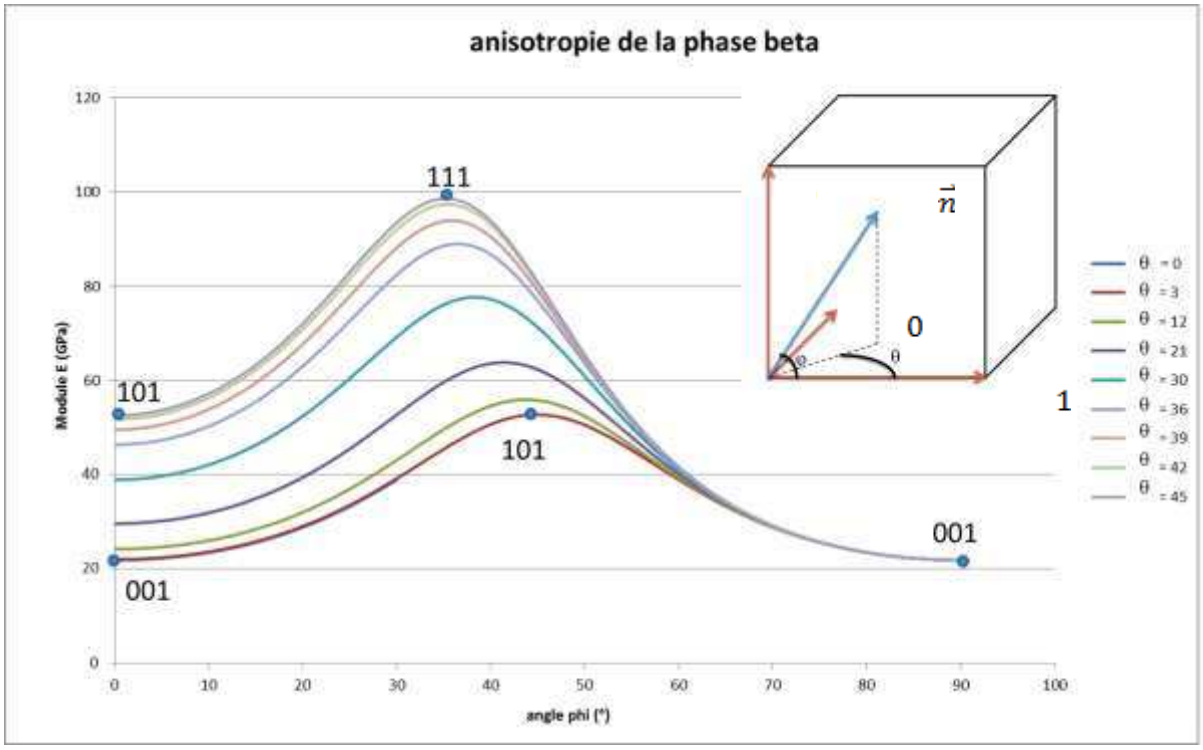


Figure 100 : Évolution de E en fonction des angles (φ,θ) selon les constantes élastique établies par Ledbetter et représentation des orientations cristallographiques principales.

Les caractéristiques de la phase β apparaissent très anisotropes. La direction « molle » de type <100> est associée à un module d'Young de l'ordre de 24 GPa alors que la direction dense du cristal <111> apparaît en toute logique comme une direction « dure » où le module atteint presque 100 MPa. Alors que le facteur d'anisotropie pour la phase α était de 1,45 (chapitre 1), on obtient ici un facteur supérieur à 4. L'utilisation des différents jeux de paramètres conduit à des résultats similaires, le facteur d'anisotropie étant proche de 4 également, les valeurs extrêmes variant fortement. À partir de ces résultats on peut alors établir des courbes d'isovaleurs délimitant les différents domaines de propriétés élastiques au sein d'une figure de pôle inverse pour la phase β. La figure ci-dessous présente ces courbes calculées à partir des données de Brandes (le module varie cette fois entre 35 et 145 GPa mais l'évolution de l'anisotropie est conservée). Seules les valeurs des isocourbes sont modifiées en fonction du jeu de paramètres considéré et non leur positionnement dans la figure de pôle inverse.

Il est important de préciser que cette anisotropie théorique ne concerne que la phase β seule. En effet, l'apparition de la phase α au sein de la matrice β peut modifier le caractère anisotrope de l'ensemble matrice + précipités (nodules et/ou lamelles fines)

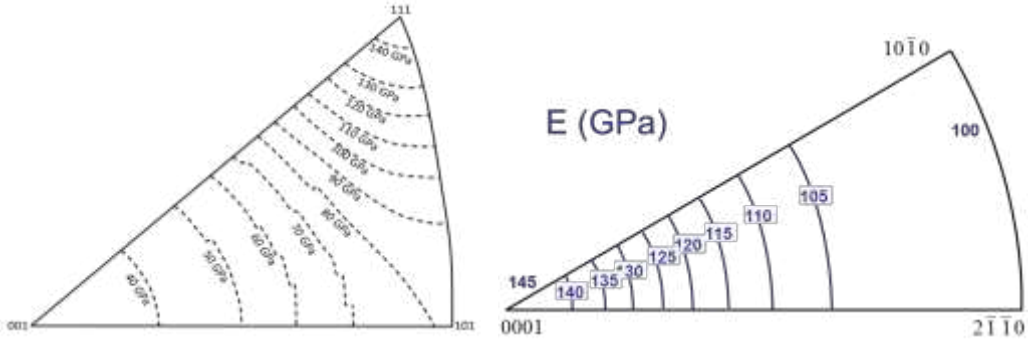


Figure 101 : Variation du module E en fonction de l'orientation cristallographique pour la phase α et β (paramètres de Brandes).

Dans le cadre de ses travaux numériques, G. Martin (Mines ParisTech) a intégré une distribution aléatoire de variants α (50 % de phase α présente sous forme de lamelles) au sein de la phase β. Il a alors montré que cela se traduit dans tous les cas par une augmentation de module, mais aussi que les orientations <101> deviennent les plus « raides » à la place des directions <111> dans le cas du β seul (figure 102). On peut alors comprendre les comportements hétérogènes rencontrés lors de l'ensemble des essais présentés auparavant. Les grains de type <001>, dont les caractéristiques élastiques sont largement plus faibles que celles des grains <111> ou <101>, vont se déformer nettement plus, au moins du point de vue élastique. Gardons cependant à l'esprit que l'ensemble de ces considérations ne donne aucune indication sur la sensibilité de la limite d'élasticité et des premiers stades de plasticité à l'orientation de la phase β et des variants α. De plus, l'étude cristallographique menée sur certaines éprouvettes (chapitre 2) tend à montrer une texture de grains <001> et <111> suivant la direction de chargement mécanique. Les observations réalisées lors des essais *in situ*, sont en accord avec cette approche : les grains « rouges » de type <001> se déforment en premier et sont le siège d'un grand nombre de phénomènes plastiques tandis que les grains « bleus » de type <111> ne se déforment que très peu sans trace d'activité plastique.

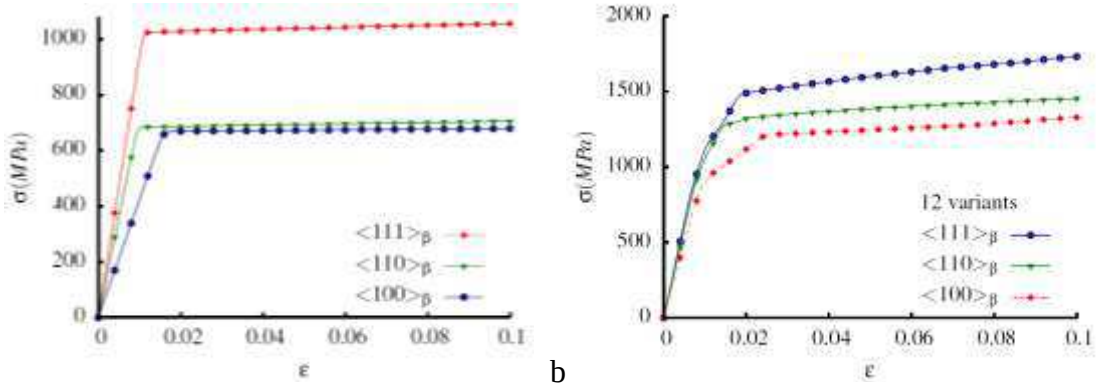


Figure 102 : Modélisation du comportement mécanique établi par G. Martin pour un grain purement β et un grain entièrement β-transformé (12 variants). Les orientations données dans la légende sont les directions de sollicitations.

La phase β et la matrice β-transformée influencent donc, à travers leur orientation cristallographique, le comportement du matériau. Les calculs d'anisotropie élastique tels qu'ils ont été réalisés à partir des constantes élastiques obtenues dans la littérature et des simulations numériques de G. Martin conduisent à l'existence d'une direction plus « molle », la direction <001>. Cette influence qui apparaît lors des analyses des échantillons déformés comme un élément de premier plan permet d'expliquer l'hétérogénéité de déformation. Par contre, la forte présence de systèmes de glissement basal reste à expliquer.

b.Orientation de la phase β et des variants α : influence sur les mécanismes de déformation.

Nous avons identifié au paragraphe précèdent l'orientation cristallographique <001> de la phase β comme favorisant les plus forts niveaux de déformation élastique du fait de son très faible module d'Young. L'introduction d'une distribution de précipités α aléatoires en orientation ne change rien de ce point de vue. La prise en compte précise des relations de Burgers liant la matrice β aux variants de la phase α permettrait-elle d'aller un peu plus loin dans ces analyses et notamment d'expliquer l'activité plastique majoritairement basale ?

Pour répondre à cette question, nous allons considérer les facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement possibles dans la phase α en tenant compte des relations de Burgers et en supposant l'équiprobabilité des variants (pas de sélections de variants). Plus précisément, il s'agit de calculer pour chaque orientation cristallographique de la phase β, les valeurs des facteurs de Schmid de chacun des systèmes de glissement des douze variants de la phase α. Pour cela, nous devons identifier les différents jeux d'angles d'Euler permettant le passage de la base orthonormée associée à la maille cristalline β à la base associée à la maille cristalline de la phase α. Ces angles sont donnés dans le tableau 26.

Ces éléments établis, il devient possible de construire les matrices de passage [B] reliant directement le repère de la maille cristalline de chaque variant au repère de la maille cubique. On exprime ainsi n'importe quel vecteur de la base « H » (base orthonormée associée à la maille hexagonale de chaque variant) dans la base « C » (base orthonormée associée à la maille cubique de la phase β mère).

Variant	Plans de glissement	Directions de glissement	φ_1	Φ	φ_2
1	$(1\bar{1}0)_\beta//(0001)_\alpha$	$[1\bar{1}\bar{1}]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	135	90	144,7
2	$(1\bar{1}0)_\beta//(0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	135	90	215,3
3	$(1\bar{1}0)_\beta//(0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	45	90	324,7
4	$(1\bar{1}0)_\beta//(0001)_\alpha$	$[111]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	45	90	35,3
5	$(101)_\beta//(0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	90	45	305,3
6	$(101)_\beta//(0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	90	45	234,7
7	$(\bar{1}01)_\beta//(0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	270	45	54,7
8	$(\bar{1}01)_\beta//(0001)_\alpha$	$[111]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	270	45	125,3
9	$(011)_\beta//(0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	180	45	125,3
10	$(011)_\beta//(0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	180	45	234,7
11	$(0\bar{1}1)_\beta//(0001)_\alpha$	$[111]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	0	45	54,7
12	$(0\bar{1}1)_\beta//(0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta//[11\bar{2}1]_\alpha$	0	45	305,3

Tableau 26 : Angles d'Euler permettant le passage du repère orthonormé associé à la phase β au repère orthonormé associé à la phase α.

$$\langle X\rangle_H = [B].\langle X\rangle_C$$

Équation 12 : calcul des coordonnées des vecteurs HCP dans CC.

Système	Normales au plan		Direction de glissement	
Basal	(0001)	(001)	$(11\bar{2}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{1}{2}0)$
	(0001)	(001)	$(2\bar{1}\bar{1}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{-1}{2}0)$
	(0001)	(001)	$(\bar{1}2\bar{1}0)$	$(0-10)$
Prismatique	$(10\bar{1}0)$	(100)	$(\bar{1}2\bar{1}0)$	$(0-10)$
	$(01\bar{1}0)$	$(\frac{1}{2}\frac{\sqrt{3}}{2}0)$	$(2\bar{1}\bar{1}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{-1}{2}0)$
	$(\bar{1}100)$	$(\frac{-1}{2}\frac{\sqrt{3}}{2}0)$	$(11\bar{2}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{1}{2}0)$
Pyramidal	$(10\bar{1}1)$	$(A0B)$	$(\bar{1}2\bar{1}0)$	$(0-10)$
	$(\bar{1}011)$	$(-A0B)$	$(\bar{1}2\bar{1}0)$	$(0-10)$
	$(01\bar{1}1)$	(CDB)	$(2\bar{1}\bar{1}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{-1}{2}0)$
	$(0\bar{1}11)$	$(-C-DB)$	$(2\bar{1}\bar{1}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{-1}{2}0)$
	$(1\bar{1}01)$	$(C-DB)$	$(11\bar{2}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{1}{2}0)$
	$(\bar{1}101)$	$(-CDB)$	$(11\bar{2}0)$	$(\frac{\sqrt{3}}{2}\frac{1}{2}0)$

Où : $A = \frac{1}{\left(1+\frac{3}{4}\times\frac{a^2}{c^2}\right)^{1/2}}$, $B = \frac{a\sqrt{3}}{2c} \times A$, $C = \frac{1}{2} \times A$ et $D = \frac{\sqrt{3}}{2} \times A$

Avec a=2,95$\dot{A}$ et c=4,68$\dot{A}$ les paramètres de maille hexagonale du titane.

Tableau 27 : Calcul des directions de glissement et des normales au plan dans le repère orthonormé de la maille cristalline hexagonale.

La dernière étape consiste à calculer les différents facteurs de Schmid et à les projeter sur une figure de pôle inverse complète. Le calcul utilise : la matrice de rotation [G] paramétrant la rotation de la maille cubique, la direction de sollicitation $<\sigma>_S$ dans le repère « S » du solide, [B] la matrice de rotation correspondant à un des douze variants, $<n>_H$ le vecteur normal à un des douze plans de glissement possible exprimé dans le repère du

système hexagonal et $<d>_H$ la direction de glissement de ce même système de glissement dans le repère de la maille hexagonal. Le facteur de Schmid μ est donné par :

$$\mu = \|\langle\sigma\rangle_S.[G]^{-1}[B]^{-1}\langle d\rangle_H\| \times \|\langle\sigma\rangle_S.[G]^{-1}[B]^{-1}\langle n\rangle_H\|$$

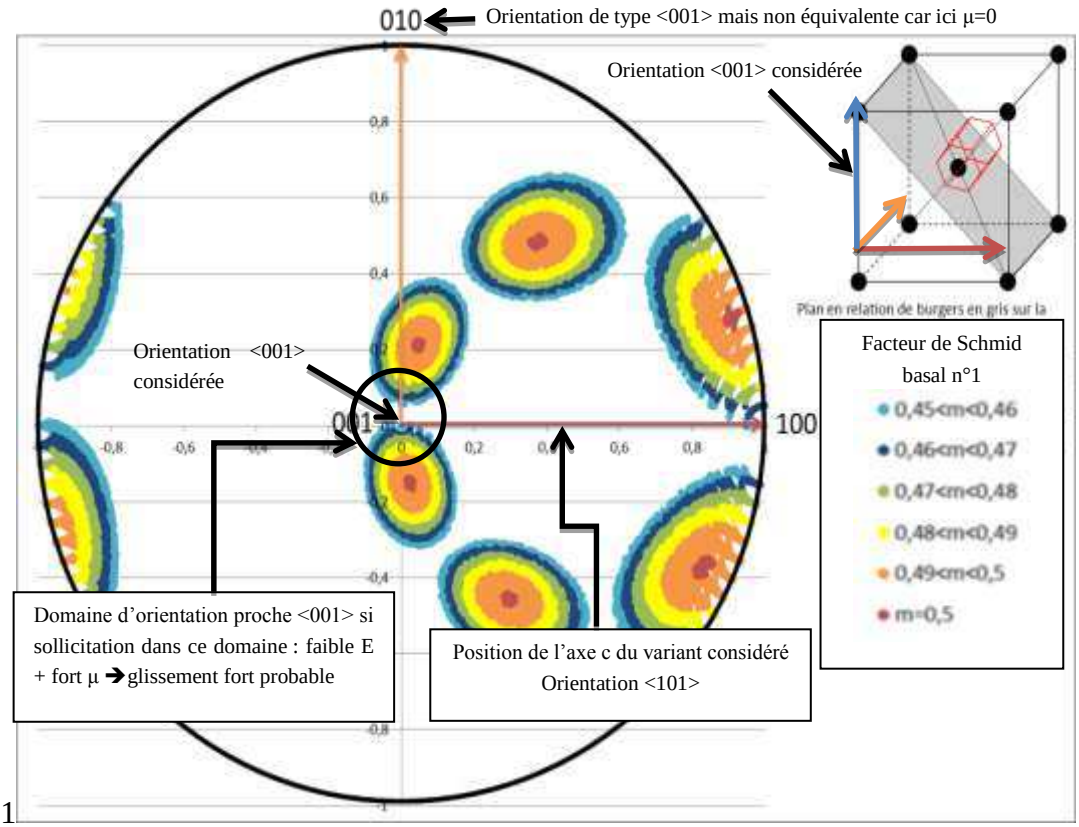
Équation 13: Calcul pour une direction de sollicitation <σ>, exprimée dans la base « S » du solide, du facteur de Schmid de tout système de glissement dans un variant de phase α.

Les figures de pôles présentées ci-dessous (figure 103) illustrent quelques-unes des données générées par cette méthode. Plus précisément y sont tracés les domaines de glissement basal et prismatique pour six variants dans six plans de glissement distincts. Pour chaque type de système (basal, prismatique ou pyramidal), dans un variant et pour simplifier la lecture de ces figures, seuls les points correspondant à une direction pour laquelle le facteur de Schmid dépasse 0,45 sont reportés. L'ensemble des données est proposé en annexe.

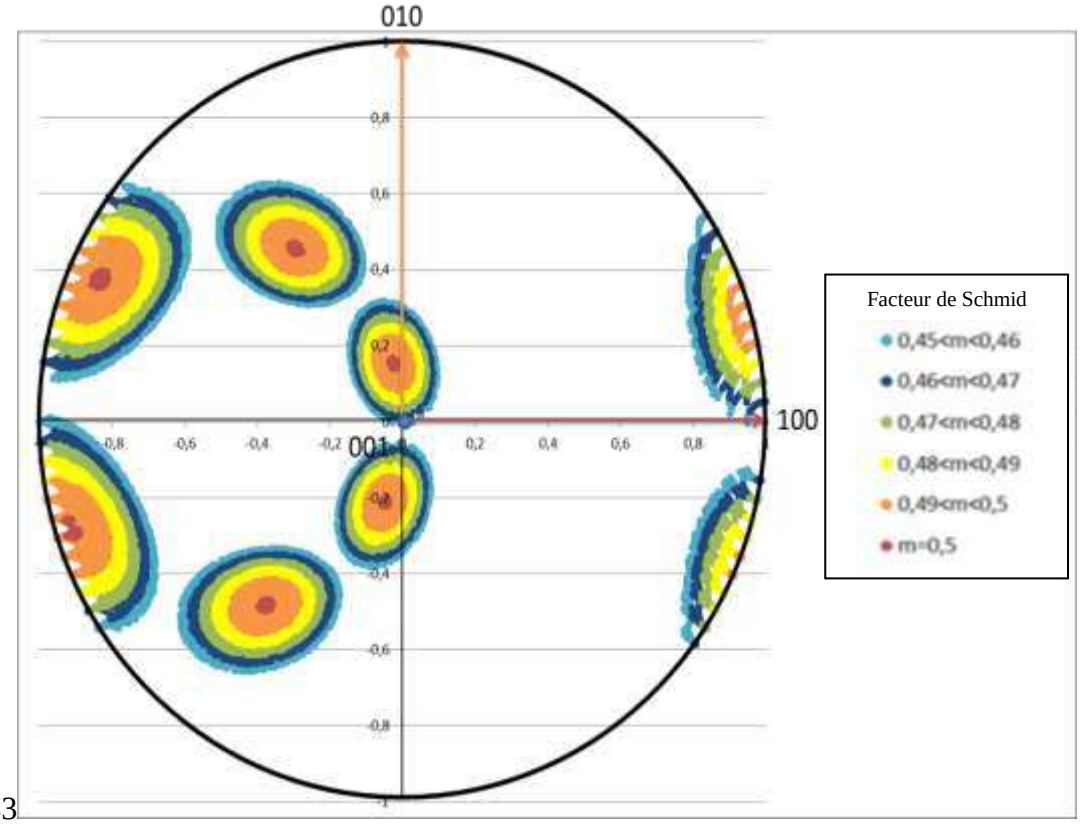
Avant toute analyse, il faut remarquer que considérer un seul variant conduit à faire disparaître les différentes symétries ce qui oblige à construire la figure de pôle complète. Il nous faut focaliser l'analyse de ces figures de pôles sur la direction <001> de la phase β puisque l'un des faits marquants précédemment décrits est que ce sont les grains β orientés selon cette direction qui se déforment le plus et où l'essentiel des processus de plasticité se développent.

Sur les douze variants pouvant apparaître au sein de la phase β, huit sont des configurations favorables (μ>0,45) pour le glissement basal (B1,B2,B3,B4,B9,B10,B11,B12 – seuls la moitié de ces systèmes sont illustrés dans la figure 103, les autres figures étant en annexe), quatre pour le glissement prismatique (P5,P6,P7,P8) et aucun pour le glissement pyramidal (μ<0,45). Autrement dit, dans un grain dont l'orientation cristalline est de type <001> par rapport à l'axe de sollicitation, un variant présent à deux chances sur trois d'être favorablement orienté pour le développement de plasticité au sein d'un système basal. Seul 1 cas sur 3 est par contre favorablement orienté pour développer du glissement prismatique et 0 du glissement pyramidal.

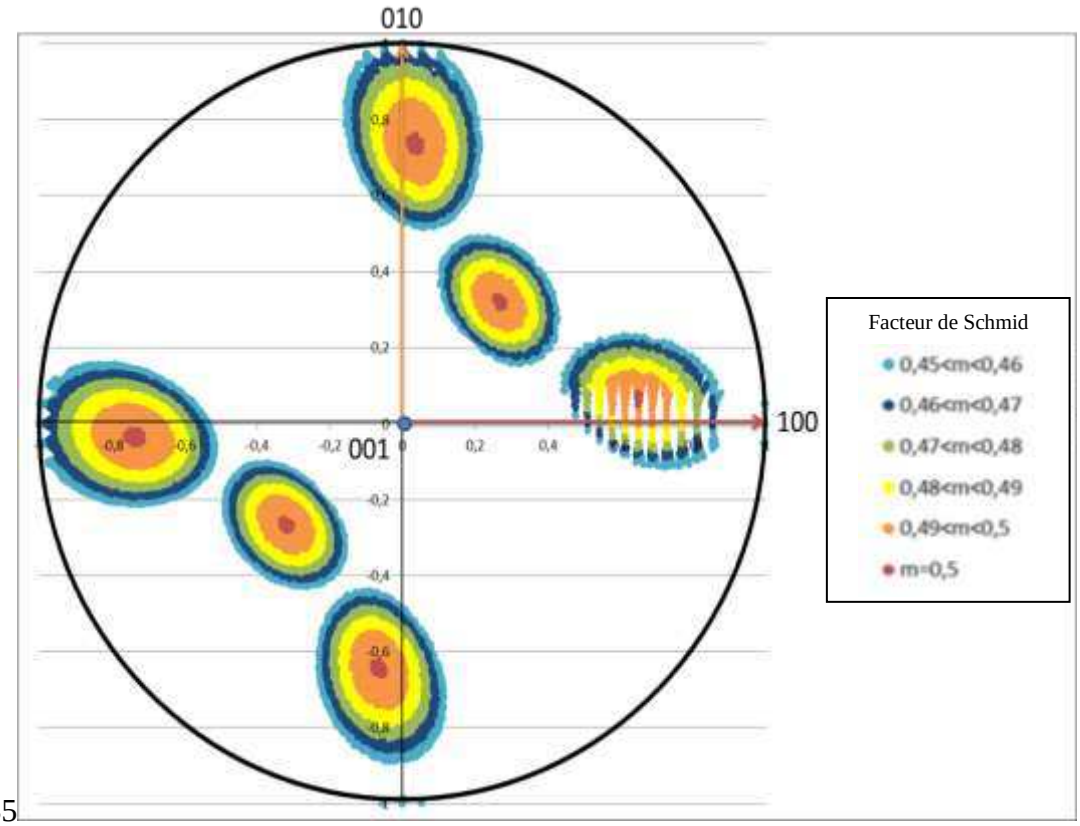
Cette approche « théorique » de la probabilité d'être en présence de configurations combinées phase β/ variants α favorisant tel ou tel système de glissement est en bon accord avec l'observation prépondérante de systèmes activés sur les plans de base dans les grains proches de $<001>_\beta$.


010
Orientation de type <001> mais non équivalente car ici μ=0
Orientation <001> considérée
Plan en relation de burgers en gris sur la
Orientation <001> considérée
001
100
Facteur de Schmid basal n°1
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5
Domaine d'orientation proche <001> si sollicitation dans ce domaine : faible E + fort μ ➔glissement fort probable
Position de l'axe c du variant considéré Orientation <101>

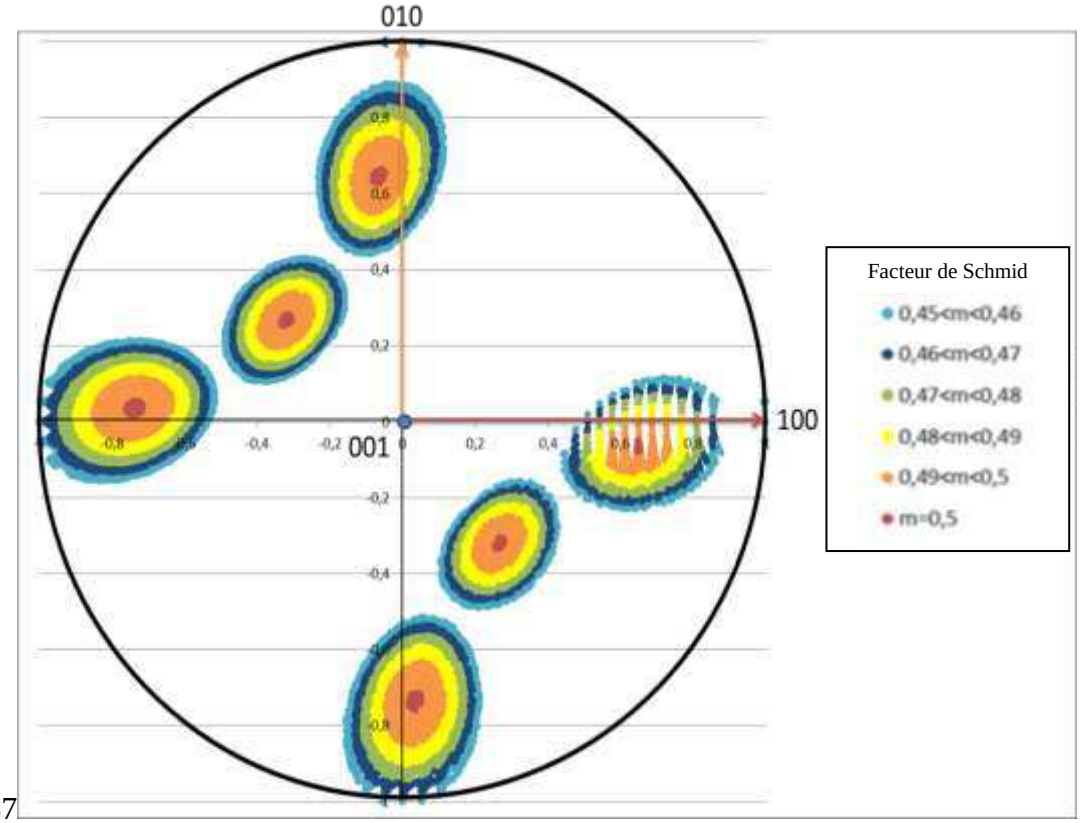
B1


010
001
100
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

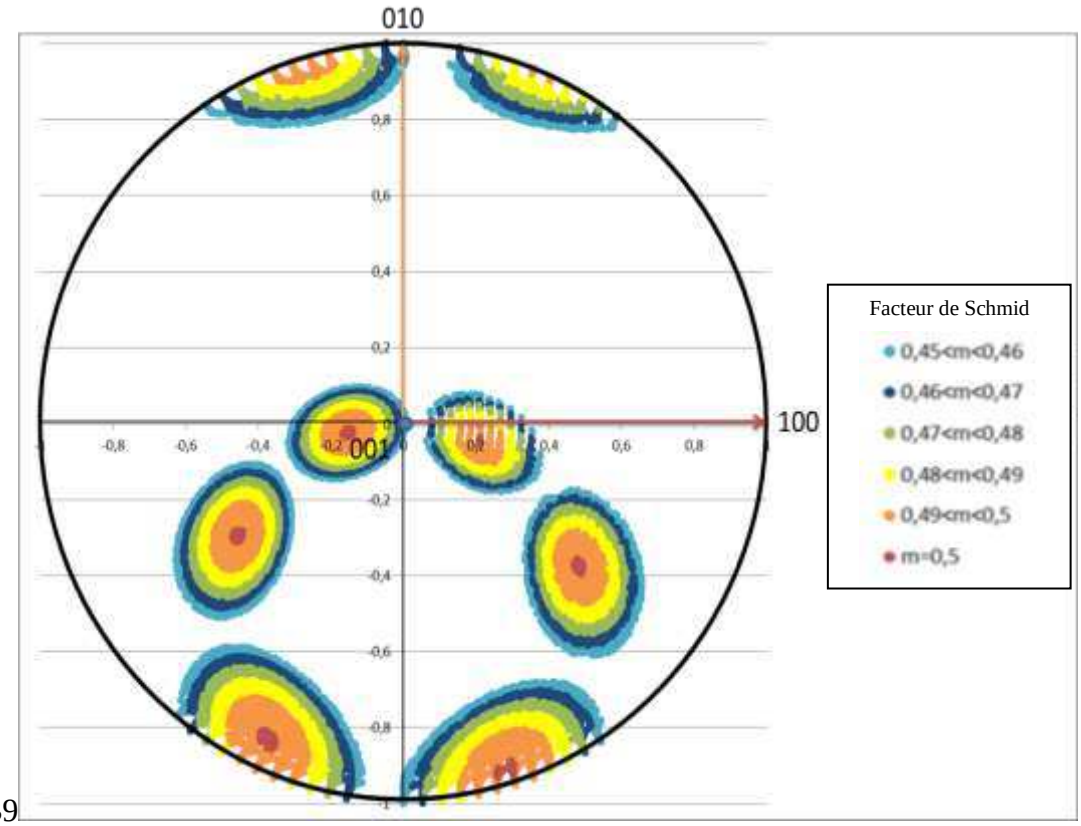
B3


010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

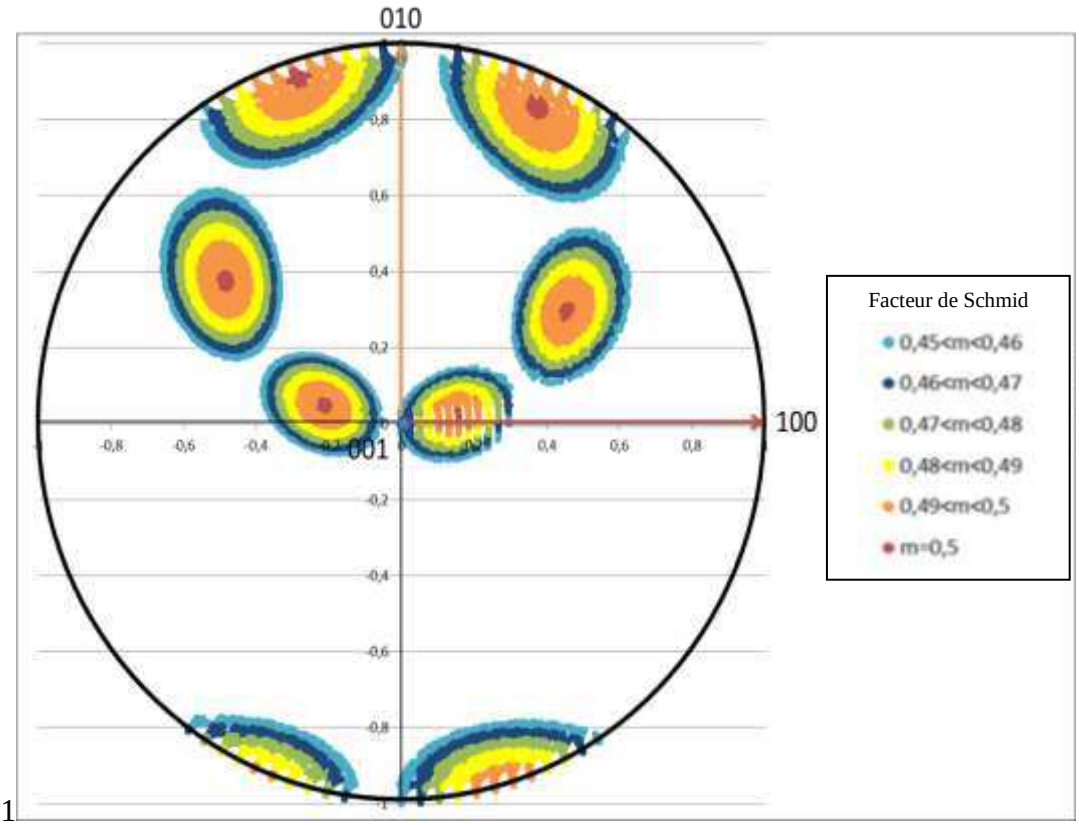
B5


010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

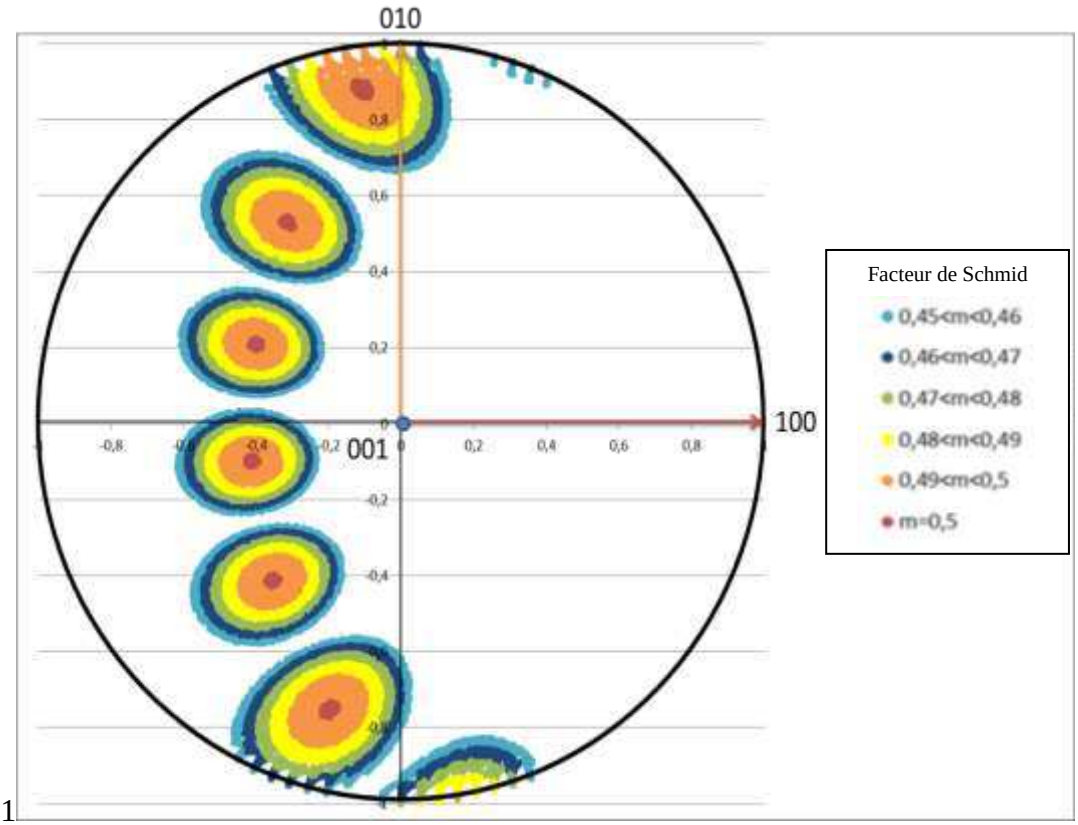
B7


010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

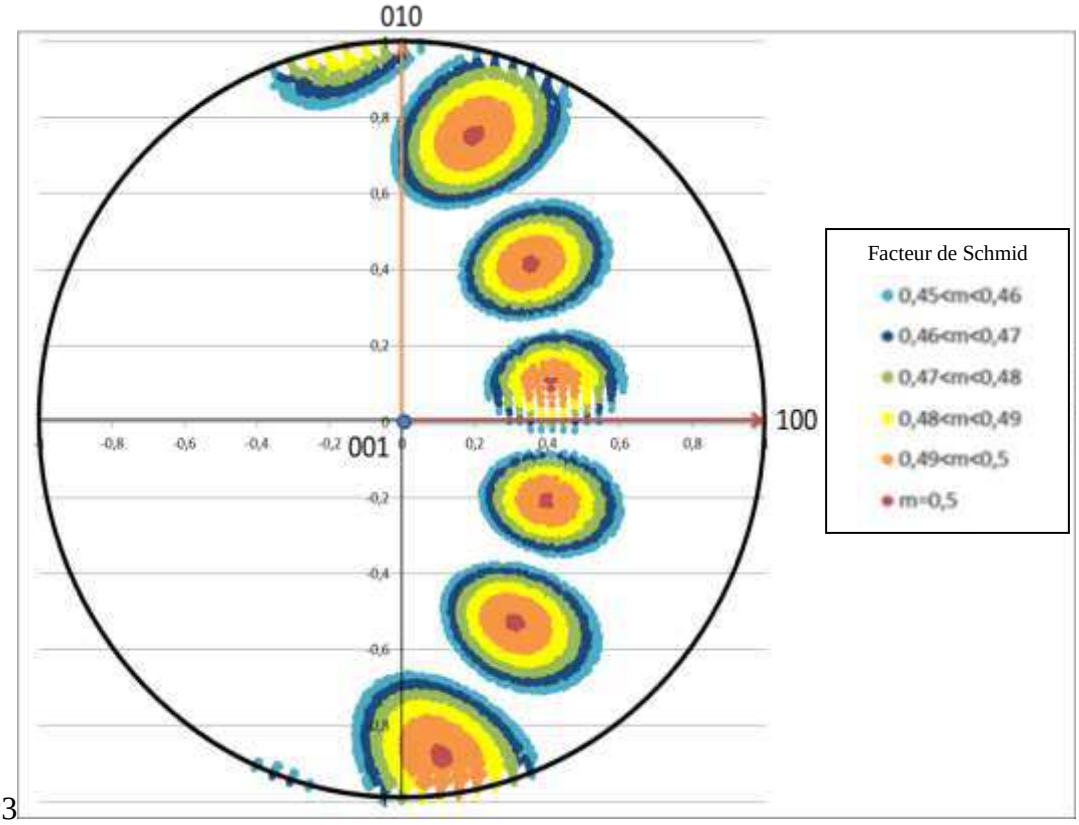
B9


010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

B11

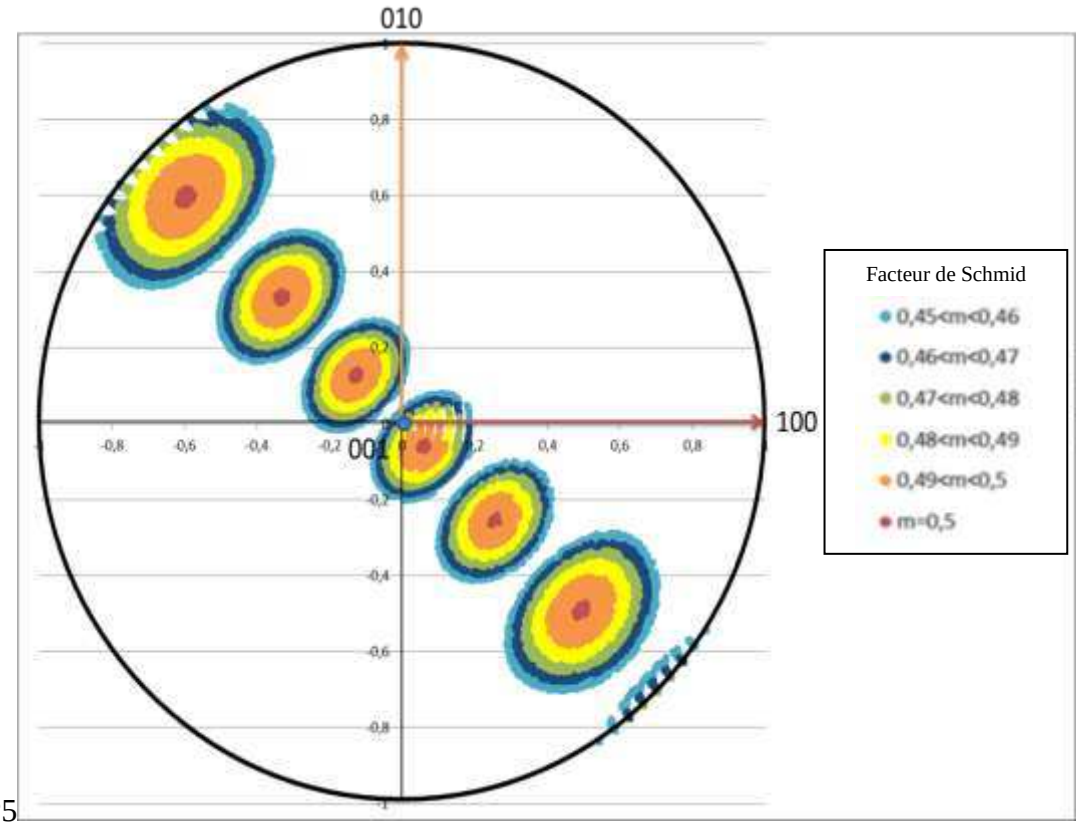

010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

P1

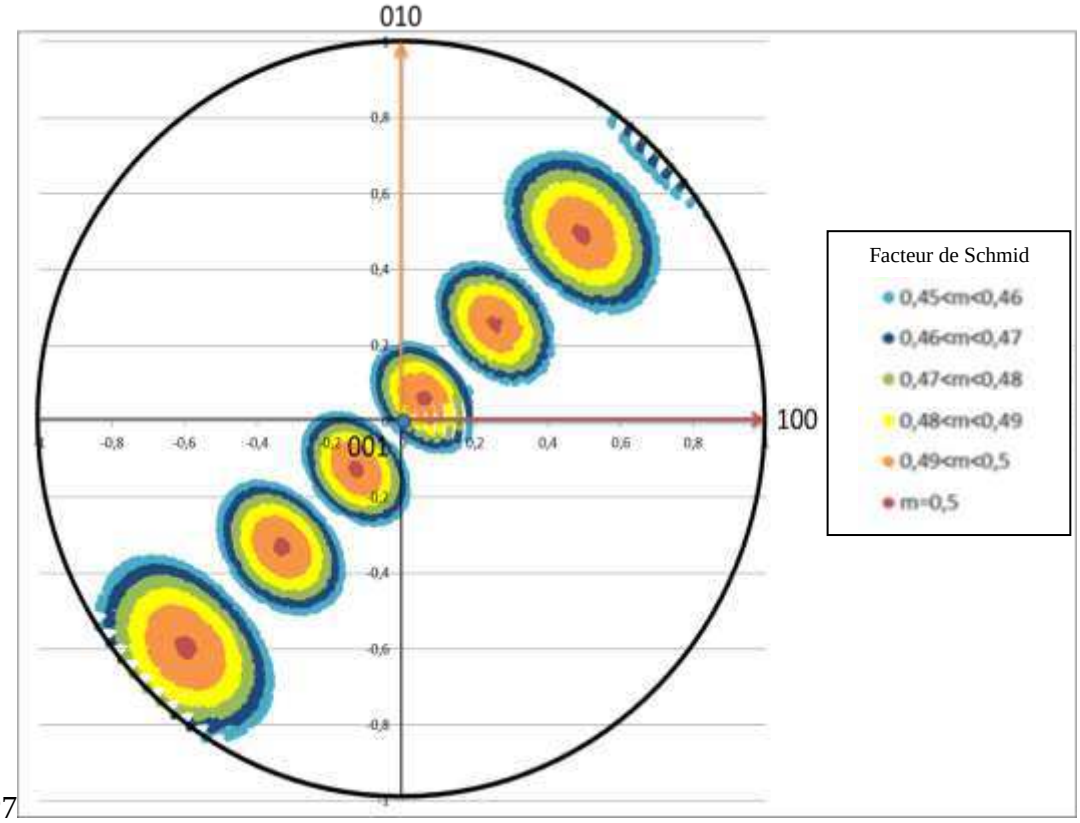

010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

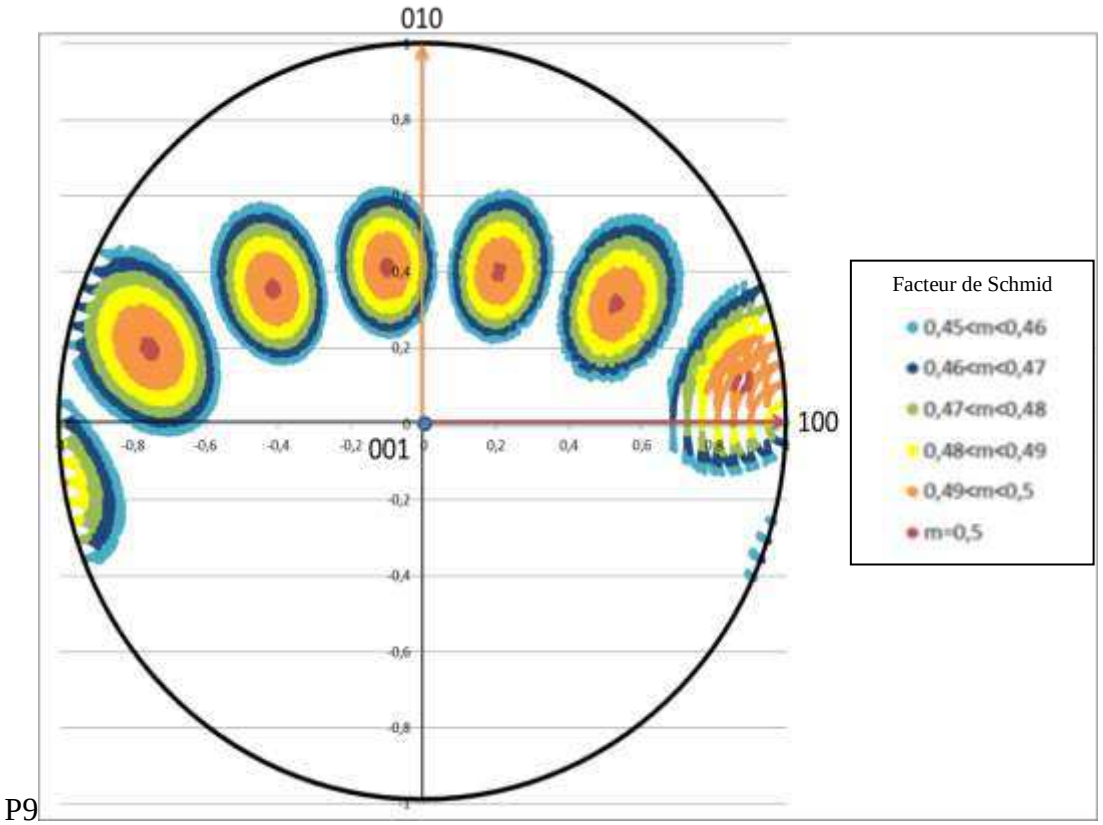
P3

P5

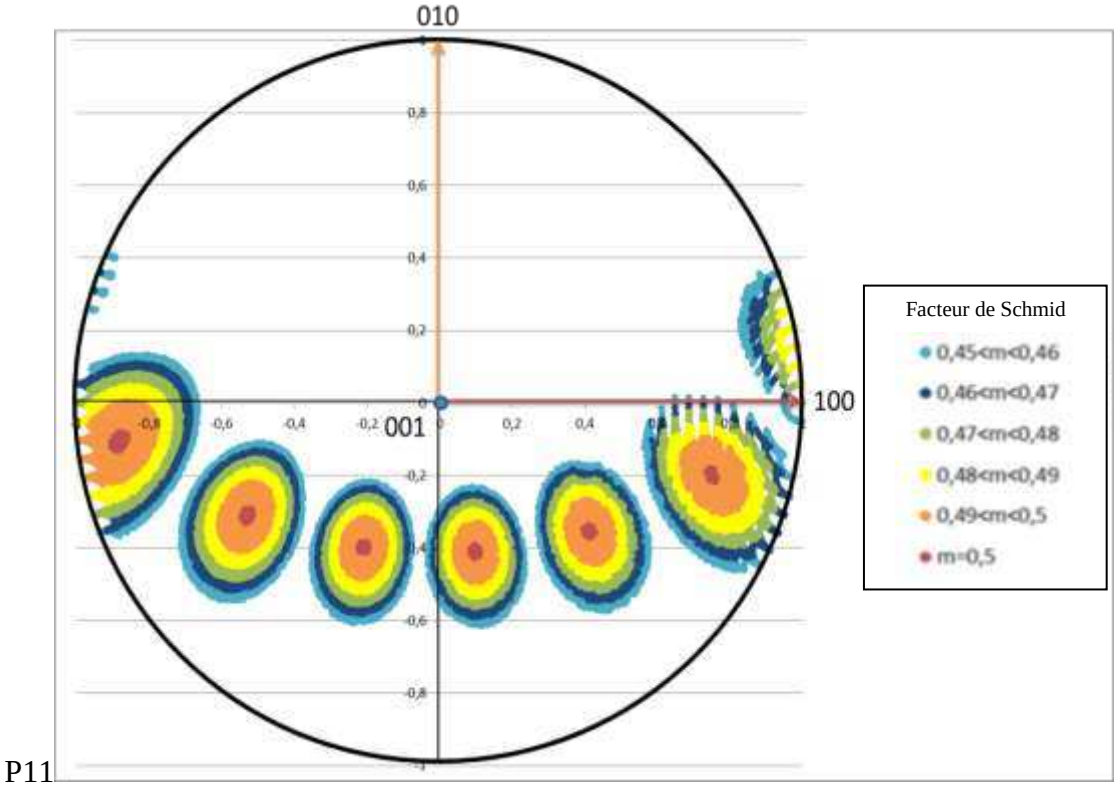

010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5

P7


010
100
001
Facteur de Schmid
0,45<m<0,46
0,46<m<0,47
0,47<m<0,48
0,48<m<0,49
0,49<m<0,5
m=0,5



P9



P11

Figure 103 : Domaines de glissement favorables dans la phase α (domaine de fort facteur de Schmid) en fonction de la nature du système (B pour basal et P pour prismatique) et du variant (variant 1, 3, 5, 7, 9 et 11) en fonction de la direction de sollicitation exprimée selon l'orientation cristalline de β (le point central correspond à une sollicitation selon la direction <001> de la structure cubique centrée).

c.Orientation de la phase β et des variants α : influence sur les mécanismes d'endommagement.

L'influence de l'orientation cristalline de la phase β, sur les mécanismes de déformation et la redistribution des contraintes au sein de l'alliage vient d'être étudiée dans le cadre de sollicitations monotones. L'anisotropie des propriétés mécaniques de la phase β ainsi que le respect des relations de Burgers entre la matrice et les précipités nodulaires et lamellaires se sont révélés être les éléments clés pour comprendre l'hétérogénéité de déformation de grain à grain au sein des échantillons et la prépondérance « statistique » des systèmes de glissement activés de type basal. Dans ce cadre l'orientation β <100> suivant la direction macroscopique de chargement s'est révélée être la plus favorable au développement de la plasticité.

Les observations plus limitées en nombre menées dans le domaine des sollicitations cycliques aboutissent à une seconde situation pour laquelle ce sont les grains dont l'orientation cristallographique est proche de <101> qui semblent jouer un rôle primordial. Alors que plusieurs essais de traction (*in situ* sous MEB ou avec mouchetis) ont pu être réalisés permettant la construction d'une base de données conséquente pour l'analyse des phénomènes élastiques et plastiques, un seul essai de fatigue avec observations réalisées à différents stades de la durée de vie a été effectué. Le rôle spécifique en fatigue des grains <101> qui est proposé ici doit donc être considéré avec précaution, ces seules analyses ne permettant pas d'établir assurément une généralité.

Dans l'analyse précédente concernant la traction monotone, nous avons admis que le matériau pouvait être schématisé par trois éléments distincts : le nodule α où se localisera la déformation plastique, une zone de déplétion entièrement β dans laquelle les processus de déformation plastique ne rencontrent que peu de résistance, et la matrice β-transformée qui est considérée indéformable plastiquement dans un premier temps. C'est cette matrice qui porte l'anisotropie élastique du grain. Il est alors apparu que la combinaison d'un faible module et de variants statistiquement favorablement orientés pour l'activation de systèmes de glissement basal et/ou prismatique favorisent le développement de la déformation plastique dans certains grains, leurs voisins restant globalement déformés élastiquement

Dans le cadre de l'essai de fatigue durant lequel un suivi spécifique de l'endommagement a été réalisé, le niveau de sollicitation reste dans le domaine macroscopique élastique ($\varepsilon = 0{,}8$ %, $\sigma \approx 650$ MPa). Ce niveau de contrainte est également compatible avec un comportement élastique dans l'ensemble des grains conformément aux résultats présentés par G. Martin. Le comportement mécanique de grain à grain semble alors assez similaire bien que l'anisotropie élastique doive toujours être prise en compte (figure 115).

En partant de ces hypothèses, on aboutit à une déformation quasi homogène au sein de l'échantillon pour chaque cycle de déformation. En supposant comme précédemment la matrice β-transformée comme un milieu indéformable plastiquement et comme l'ensemble des autres auteurs dans ce domaine de contrainte, les mécanismes de plasticité peuvent alors se développer au sein de nodules mais également dans la zone de déplétion. Deux scénarii sont alors possibles : l'amorçage d'une fissure depuis une bande de glissement apparaissant au sein d'un nodule et sa propagation à la matrice, ou, l'amorçage dans la zone de déplétion où l'interface semble un lieu privilégié pour l'amorçage facile d'une fissure (lieu de fortes incompatibilités de déformation entre le nodule de phase α et la matrice β).

Si nous explorons le premier processus envisagé, il nous faut alors prendre en compte deux éléments : la contrainte effective à laquelle le nodule est soumis (qui sera évaluée au travers du module d'Young du nodule selon son orientation) et la disponibilité des systèmes de glissement au sein du nodule (qui sera évaluée par une approche de type Schmid également à partir de l'orientation cristallographique locale).

Pour cela nous allons nous replacer dans le cadre où nous considérons un seul nodule et sa zone de déplétion au sein d'une matrice β-transformée indéformable plastiquement. Nous allons fixer la direction de sollicitation macroscopique selon l'orientation de la phase β (c'est-à-dire imaginer une traction selon les axes <001>, <101> ou encore <111> de la maille β) et évaluer le module d'Young de la phase α dans le nodule en fonction des orientations possibles dictées par les relations de burgers. Nous aurons donc 12 cas différents à explorer sachant que dans la pratique, seulement 5 à 7 variants sont présents au sein d'un seul grain β.

Dans le tableau 28 ci-dessous sont indiquées les valeurs du module d'Young selon la direction de sollicitation macroscopique (exprimée en termes d'orientation β) pour un nodule au sein d'une matrice. On voit ainsi que dans un grain dont l'axe cristallin <101> est aligné avec la direction de sollicitation, les variants 1 et 2 (dont le plan de base est aligné avec le plan (101) du cube) ont un module de 145 GPa. Dans un tel nodule, le niveau de déformation sera minimal. À l'exception de ces variants et de certains dans les grains orientés <111> par rapport à l'axe de sollicitation, la plupart correspond à un niveau de propriété élastique assez similaire (100~116 GPa). Ces faibles valeurs sont propices à une déformation plus importante au sein de ces nodules mais ne permettent pas d'expliquer qu'une orientation β présente plus de signes d'endommagement qu'une autre.

De plus, le tableau 30 ci-dessous indique, en fonction de la direction cristallographique β, quel type de système de glissement est favorisé au sein de ce nodule. Si l'on ne considère que les orientations β de type <001> et <101>, on constate que pour l'orientation <001> tous les variants favorisent un système de glissement basal ou prismatique (décrits comme plus facilement activables que les systèmes pyramidaux) alors que seul deux variants sur les douze favorisent un système réputé «glissable» pour les grains orientés <101>. Cela signifie que

tous les nodules présents dans les grains <001> pourront accommoder la déformation plastique cyclique par l'activation des processus de déformation précédemment cités (bandes de glissement) dans les systèmes basal et/ou prismatique. Au contraire, la majorité des nodules présents dans les grains <101> n'auront que peu de possibilités pour développer de la plasticité, les deux seuls variants favorables au glissement prismatique n'étant de plus pas forcément présents dans le grain. La déformation plastique cyclique devra alors être accommodée sous une autre forme.

Numéro de variant	Orientation β <001>	Orientation β <101>	Orientation β <111>
V1	116	145	124
V2	116	145	124
V3	116	100	100
V4	116	100	100
V5	100	107	124
V6	100	107	124
V7	100	107	100
V8	100	107	100
V9	116	107	124
V10	116	107	124
V11	116	107	100
V12	116	107	100

Tableau 28 : module d'Young au sein des différents variants α ((en GPa) selon la direction de sollicitation macroscopique exprimé en termes d'orientation β (orientation <001> signifie sollicitation selon la direction <001> de la maille cristalline β).

auteur	Direction 001	Direction 101	Direction 111	alliage
Martin	34	66	95	Ti-5553, Ti-17
Brandes	35	80	143	beta pur
Reid	64	91	106	Ti-40
Herbig	73	117	147	Beta 21 S
Ledbetter	22	52	97	beta pur
Freour	81	102	112	Ti-17
Tane	48	74	89	Ti-25Nb-Ta-Zr
moyenne	51	83	113	

Tableau 29 : Module d'Young dans les directions principales de la maille β.

Cependant, dans la plupart des cas constatés, l'amorçage des fissures de fatigue apparaissait à la périphérie des nodules. Les quelques amorçages au sein d'un nodule correspondaient bien aux cas des variants 3 et 4 qui conduisent à un facteur de Schmid fort sur les plans prismatiques (plans identifiés lors des observations) et un faible module (niveau de déformation au sein du nodule important).

Numéro de variant	Système basal		Système prismatique		Système pyramidal
V1	<001>				
V2	<001>				
V3	<001>		<101>	<111>	
V4	<001>		<101>	<111>	
V5		<111>	<001>		<101>
V6		<111>	<001>		<101>
V7			<001>	<111>	<101>
V8			<001>	<111>	<101>
V9	<001>			<111>	<101>
V10	<001>			<111>	<101>
V11	<001>	<111>			<101>
V12	<001>	<111>			<101>

Tableau 30 : Direction cristalline de la maille β favorable à un glissement (en fonction du système de glissement) dans un nodule (en fonction du variant) en cas de sollicitation.

Le second processus d'endommagement envisagé consiste à considérer la formation d'une fissure depuis une « interface » nodule/zone de déplétion/matrice lamellaire. Il pourrait être favorisé / accentué par les fortes incompatibilités de déformation locale liées à la différence de caractéristiques / comportement entre le nodule et son environnement immédiat (zone de déplétion et matrice lamellaire). Trois éléments au moins peuvent alors influencer le niveau de déformation local proche des interfaces nodules / zones de déplétion :

- La différence de caractéristique mécanique entre les deux phases (ici nous restons dans le domaine purement élastique) : plus l'écart de module sera grand entre les phases en présence, plus il y aura une différence de déformation importante à accommoder.
- L'accommodation plastique de la phase α : le nodule est un lieu privilégié pour l'accommodation plastique en traction comme en fatigue [55, 56, 76, 84, 85] par production de bandes de glissement, ce processus dépendant fortement de son orientation. Selon que des bandes de glissement seront ou non activées, la redistribution des contraintes et déformations au sein des nodules et donc au voisinage des interfaces se fera différemment.
- L'accommodation plastique de la phase β : dans le cas où les interfaces seraient très sollicitées, l'amorçage de fissures serait également influencé par la possibilité ou non de développement de plasticité au sein de la matrice β en fonction de son orientation locale par rapport à la direction macroscopique de chargement.

Concernant le premier point, le tableaux 28 et 29 nous donnent des indications pour évaluer l'écart de module entre les deux phases considérées. On constate une différence de module entre la zone de déplétion dans un grain β <001> et les nodules en son sein d'environ 70 à 80 GPa. Dans le cas d'un grain β <101>, cette différence n'est plus que de ~40 GPa à

l'exception des 2 premiers variants avec 80 GPa également. Il faut noter que ces constats sont très dépendants des constantes élastiques utilisées dans les modèles numériques (ici données issues de la thèse de G.Martin) permettant de calculer les propriétés élastiques de la phase β et aboutissent à des écarts plus ou moins importants. Comme le niveau de propriétés mécaniques élastiques est similaire dans les nodules, il apparaît logique que la différence de module soit plus importante entre un nodule et une zone de déplétion d'un grain orienté <001> que pour une autre direction (orientation aux plus faibles caractéristiques mécaniques). Une exception peut être envisagée concernant les variants 1 et 2 dont le module est sensiblement plus fort.

Concernant la seconde remarque, nous avons précisé plus haut que tous les nodules dans les grains <001> pouvaient aisément développer de la déformation plastique car quel que soit le variant considéré, un système « glissible » est toujours possible (basal ou prismatique). Au contraire, les nodules dans les grains <101> ne peuvent pas accommoder aisément cette plasticité à l'exception des deux variants V3 et V4 favorables au glissement prismatique, variants pas forcément présents au sein des grains. On peut alors penser que chaque nodule se comporte comme un élément indéformable plastiquement ce qui conduit à ce que, pour certains niveaux de sollicitation, seule la zone de déplétion est susceptible de développer de la déformation plastique cyclique. Ce type de configuration favoriserait l'amorçage de fissures aux interfaces nodule / matrice. Enfin, une dernière remarque peut être faite concernant la déformation au sein des nodules. Différents auteurs [62, 84] et plus particulièrement Huang et al. [76, 85] ont analysé par MET les mécanismes de déformation cyclique dans les nodules dans des alliages de titane. Les mécanismes présentés sont similaires à ceux que nous avons recensés en traction monotone, à savoir la création et la propagation au sein des nodules de bandes de glissements. Ces dernières sont toujours visibles dans les nodules quel que soit le niveau de déformation considéré dans leurs études. Cependant, l'existence d'un réseau de dislocations en périphérie des nodules dès l'état initial peut interférer avec les processus de déformation et d'endommagement. En effet, ces dislocations vont être activées / remises en mouvement lors des cycles de fatigue et pourraient se combiner pour finalement progressivement disparaître grâce à des mécanismes de glissement déviés [76, 85]. Il en résulterait la formation d'une zone sans dislocation au sein du nodule et proche de l'interface nodule / zone de déplétion. Encore une fois un processus qui pourrait favoriser de fortes incompatibilités locales de déformation au voisinage de ces interfaces et donc une transition rapide vers la création de micro-fissures.

Concernant la dernière remarque, il est intéressant de regarder quelles sont les orientations favorables à l'apparition de processus de déformation plastique au sein de cette zone de déplétion que nous considérons composée de phase β uniquement. Pour prendre en compte ce phénomène, nous avons tracé (figure 104) les courbes d'isovaleurs des facteurs de Schmid au sein du triangle standard d'orientation de β pour l'ensemble des systèmes possibles ({110}, {112} et {123} selon <111>). La figure montre que les domaines proches des orientations <001> et <101> sont des domaines très glissables pour la phase β (fort facteur de

Schmid). Cependant, un plus grand nombre de systèmes de glissement présente une valeur élevée de facteur de Schmid maximal vers l'orientation <101> ce qui pourrait favoriser un peu plus la déformation plastique de la phase β dans ce domaine d'orientation. À contrario, les orientations proches du domaine <111> présentent un faible facteur de Schmid maximal. La plasticité dans ces orientations y est plus difficile écartant cette orientation pour le développement des mécanismes d'endommagement.

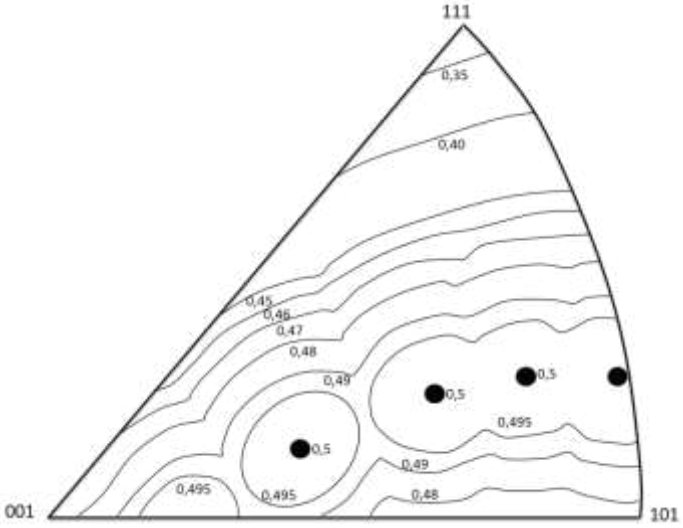


Figure 104 : Iso-courbes de facteur de Schmid maximal pour la phase β (systèmes pris en compte : ({110}, {112} et {123} selon <111>)

Deux différents lieux de forte déformation localisée ont donc été mis en évidence : les bandes de glissement au sein des nodules et l'interface nodule / matrice. Conformément aux observations réalisées en traction et en fatigue dans cette étude et dans la littérature, pour un faible taux de déformation (jusqu'à 0,8% de déformation totale), l'activité plastique se concentre dans les particules « molles » de phase alpha primaire α_p et aux interfaces [62]. Cependant, les dislocations se développant au sein des nodules sous la forme de bandes de glissement semblent en partie confinées au sein des nodules du fait des effets de barrières liés à la présence d'une forêt de dislocations préexistante à l'interface nodule / zone de déplétion. Ce phénomène se traduit d'un point de vue macroscopique par une augmentation du niveau de contraintes cycliques au début de l'essai. En outre ce phénomène a un effet bénéfique sur la durée de vie en fatigue du matériau car il permet de retarder la transmission de la déformation plastique à la matrice et ainsi le développement d'une fissure longue. D'autre part, avec l'augmentation du niveau de déformation ou du nombre de cycles, différents auteurs mettent en avant une augmentation de la densité de dislocations au sein d'un nodule plutôt que leur propagation au reste du matériau. Ce mécanisme introduit un retard supplémentaire de la propagation de l'endommagement au reste du matériau.

Si l'on considère deux grains sollicités dans les directions <001> et <101> de la maille cubique β et soumis à une même contrainte, ils développeront un niveau de déformation

relativement similaire d'après le modèle de G. Martin prenant en compte la matrice lamellaire uniquement. Dans ces deux grains, les nodules devront alors accommoder une déformation cyclique similaire. Pour cela, les processus de glissement dans les nodules devront être activés et plus particulièrement les plans prismatiques puis les plans de base. Dans les grains <001>, quel que soit le variant développé dans le nodule, un système (basal ou prismatique) avec un fort facteur de Schmid (μ>0,45) sera possible et de la plasticité pourra se développer. Dans les grains <101>, deux variants seulement sont propices à la déformation sur des plans prismatiques. Donc hormis dans le cas où l'un au moins de ces deux variants (V3 ou V4) seraient présents, on peut supposer que la déformation se concentrera à l'interface du nodule et de la zone de déplétion, interface qui devient alors un haut lieu d'accumulation de déformations plastiques (en particulier si l'on considère les variants V1 et V2 à très haut module). Dans le cas où l'un des deux variants V3 ou V4 serait présent, les processus pouvant se développer seraient à rapprocher de ce qui est constaté pour les grains <001>.

Dans un tel schéma, lorsque des cycles de fatigue sont appliqués, les grains <001> et <101> peuvent développer des processus de déformation plastique. Cependant, dans les grains <001>, les nodules vont accommoder cette déformation par le mouvement de dislocations sur les plans de base et prismatiques aboutissant à l'apparition de bandes de glissement mais en laissant en périphérie du nodule une zone libre de dislocation. Au contraire, dans les grains <101> aucune accommodation plastique ne sera possible au cœur des nodules, concentrant alors la déformation plastique au niveau des interfaces.

Avec l'accumulation des cycles, bien que le nombre de dislocations dans les nodules des grains <001> augmente considérablement, ces dernières restent confinées, au moins dans un premier temps, au sein des nodules créant des zones étendues de fortes densités de dislocations voire même aboutissant à l'activation d'autres systèmes [76, 85] Dans ce cas la propagation de la plasticité à la matrice environnante est retardée. Dans le même temps, dans les grains de type <101>, l'accumulation de déformation dans la zone de déplétion et sur l'interface avec le nodule se déformant plastiquement favorise l'amorçage de fissures à l'interface. Ce phénomène sera d'autant plus facile qu'un nombre important de systèmes de glissement à fort facteur de Schmid dans la maille β est possible et favorise la propagation de ces fissures.

Finalement, l'observation d'un nombre important de fissures dans les grains orientés <101>, fissures amorcées principalement aux interfaces nodules / zone de déplétion, peut s'expliquer par l'incapacité des nodules au sein de ces grains à accommoder la déformation plastique cyclique par l'activation de systèmes de glissement. Dans le même temps, la formation de bandes de glissement dans les nodules des grains <001> permet au contraire de retarder l'amorçage et la propagation des fissures depuis les nodules qui sont, en traction comme en fatigue, le siège des premiers processus de plasticité. Nous rappelons encore une fois ici que le nombre de grains <101> considéré dans le cadre de cette étude reste très limité

(4 grains au sein d'une même éprouvette). À noter l'exception des grains <101> au sein desquels les variants V3 ou V4 sont présents avec la possibilité de développement de bandes de glissement comme dans les grains <001>.

La multiplication de ces observations ainsi que des analyses fines au MET couplées à la connaissance des configurations cristallographiques à une échelle plus large (orientation des grains par rapport à l'axe de sollicitation) permettraient d'établir une base statistique pour confirmer ou corriger ce scénario.

3.Essais de traction avec suivi de déformation à l'échelle des ex-grains β.

a.Démarche expérimentale

Afin d'aborder quantitativement le rôle des grains β dans les processus de déformation, il a été décidé de réaliser des essais de traction avec évaluations des champs de déformation par corrélation d'images de mouchetis. Des éprouvettes planes sur lesquelles de larges cartographies EBSD sont possibles ont été utilisées.

Pour limiter l'influence des grains voisins de « profondeur » non accessible à l'analyse, la section des éprouvettes a été réduite par polissage (250 μm d'épaisseur pour le Ti-5553 et Ti-10-2-3 et 900 μm pour le Ti-17) pour ne conserver au final qu'une seule couche de grains environ dans l'épaisseur. Des analyses EBSD (figure 105) ont pu être menées sur toute la partie utile (2 mm x 10 mm) avant test mécanique. L'objectif étant d'établir des cartographies de la phase β uniquement, les pas du réseau de mesures étaient larges (4-5 μm).

L'objectif de cette étude était d'évaluer le comportement mécanique individuel des grains lors de l'essai. Pour cela, nous souhaitions établir les cartographies des déformations durant l'essai. La technique de corrélation d'images de mouchetis a été retenue. Elle permet d'obtenir les champs de déformation dans le plan de la surface de l'éprouvette. Nous avons également voulu établir le champ de déformation hors plan. Pour cela, nous avons analysé la surface de l'éprouvette grâce à un Microscope Optique Interférométrique (MOI – en collaboration avec N. Brunetière de l'Institut P'). Cet appareillage (présenté en annexe) permet d'établir avec une grande précision le relief de toute surface. Nous avons donc réalisé une cartographie avant et après essai afin de déterminer le champ de déplacement hors plan.

L'ensemble des informations de champs de déplacement dans le plan et hors plan ainsi que les données cristallographiques (EBSD) caractérisant les agrégats testés ont été transmis à Guillaume Martin comme supports aux développements numériques qu'il a réalisé dans le cadre de sa thèse (CDM/ Promiti).

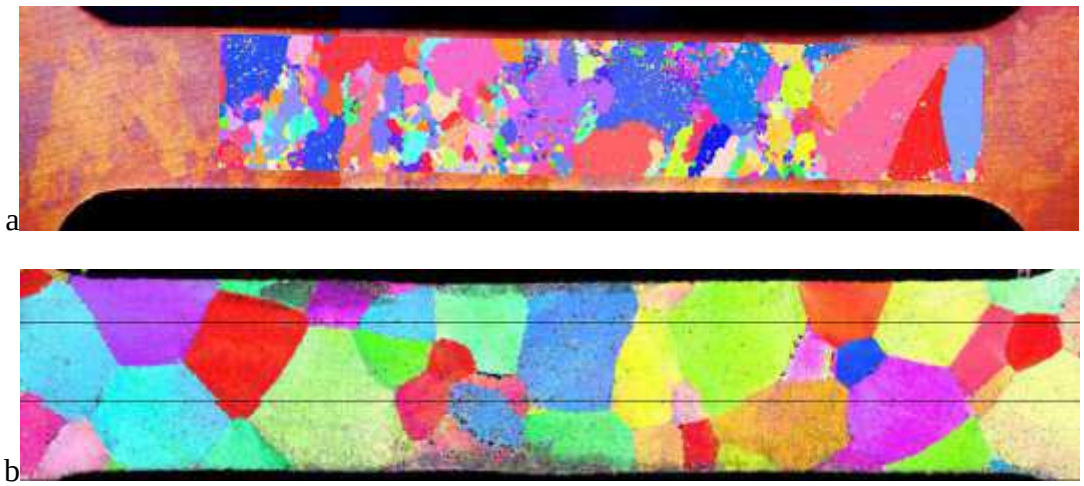


Figure 105 : Cartographie des grains β sur des éprouvettes de micro-traction de faible épaisseur pour des essais de traction avec suivi de marqueur sur Ti-5553 forgé (a) et Ti-17 (b).

La figure 106 ci-dessus montre les cartographies obtenues par analyse EBSD au centre de la partie utile d'éprouvettes en Ti-5553 et Ti-17. On y reconnait la microstructure des grains β comme décrite dans le chapitre 2. Ces cartographies correspondent à l'état initial avant essai de traction.

Sur ces éprouvettes, une analyse fine de topographie a été réalisée par microscopie optique interférométrique (MOI) avant essai. La figure ci-dessous montre le résultat sur l'éprouvette de Ti-5553. Cette cartographie traduit une surface parfaitement plane (hormis les effets de bord), les variations étant de l'ordre de quelques nanomètres.

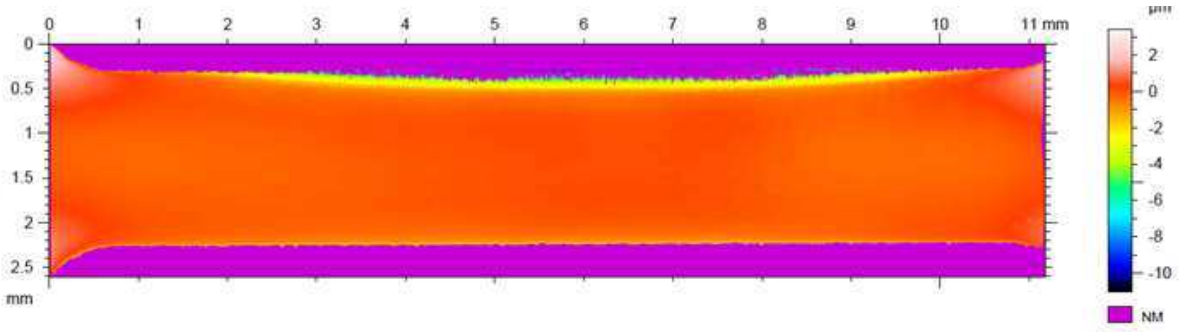
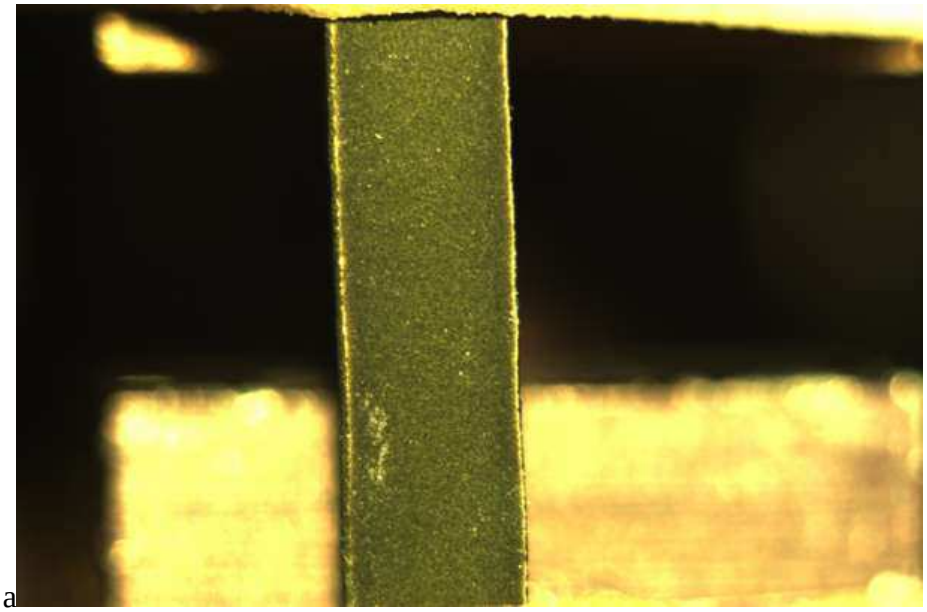


Figure 106 : Cartographie de l'état de surface réalisé par MOI.

Sur cette surface est déposé ensuite un mouchetis (préparation en collaboration avec D. Mellier – Institut P'). Il est constitué de particules de 7 µm de diamètre qui permettront la corrélation des images après essai.

L'essai de traction est réalisé sur une machine conventionnelle de traction (Instron 1362) et le suivi optique des mouchetis est réalisé grâce à un capteur CCD très haute définition (figure 107). La démarche pas à pas est analogue à celle employée lors des essais de traction *in situ*.

a



b

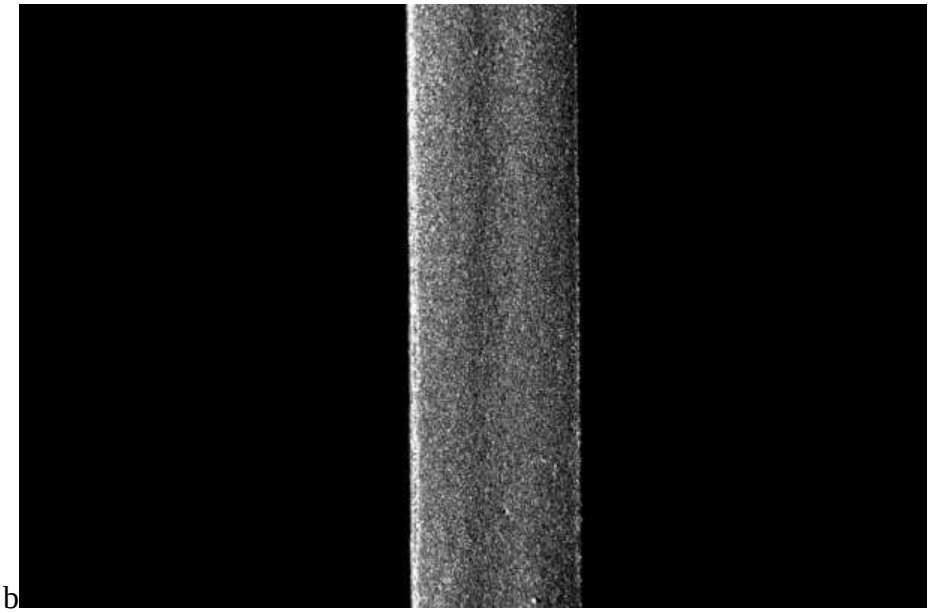


Figure 107 : (a) Image de la partie utile de la micro-éprouvette de traction avec mouchetis prise lors de l'essai à l'état initial ; (b) après traitement pour obtenir un cliché utilisable pour la corrélation d'images.

On dispose au final d'une base de données d'images comme lors des essais de traction *in situ* sous MEB que l'on peut assembler pour réaliser un « film » de l'expérience. Ces images ont été traitées avant toute étape de corrélation d'images afin d'optimiser la qualité de corrélation (transformation des images couleurs en images en niveaux de gris, optimisation du contraste et de la brillance, …). La corrélation d'images est effectuée à l'aide du logiciel « Granu » développé à l'institut P' qui permet d'établir les champs de déplacement et génère un fichier directement exploitable sous Abaqus©.

Un extensomètre est également placé sur la partie utile afin de mesurer la déformation totale macroscopique de la partie utile de l'éprouvette et valider ainsi le résultat global de la corrélation d'images.

Après essai, le mouchetis est enlevé par ultrasons dans un bain d'acétone pour ensuite établir une nouvelle cartographie de l'état de surface par MOI. La figure 108ci-dessous montre le résultat pour le ti-5553. Un relief hétérogène est apparu tout au long de la partie utile (comparaison avec l'état de surface initial de la figure 107).

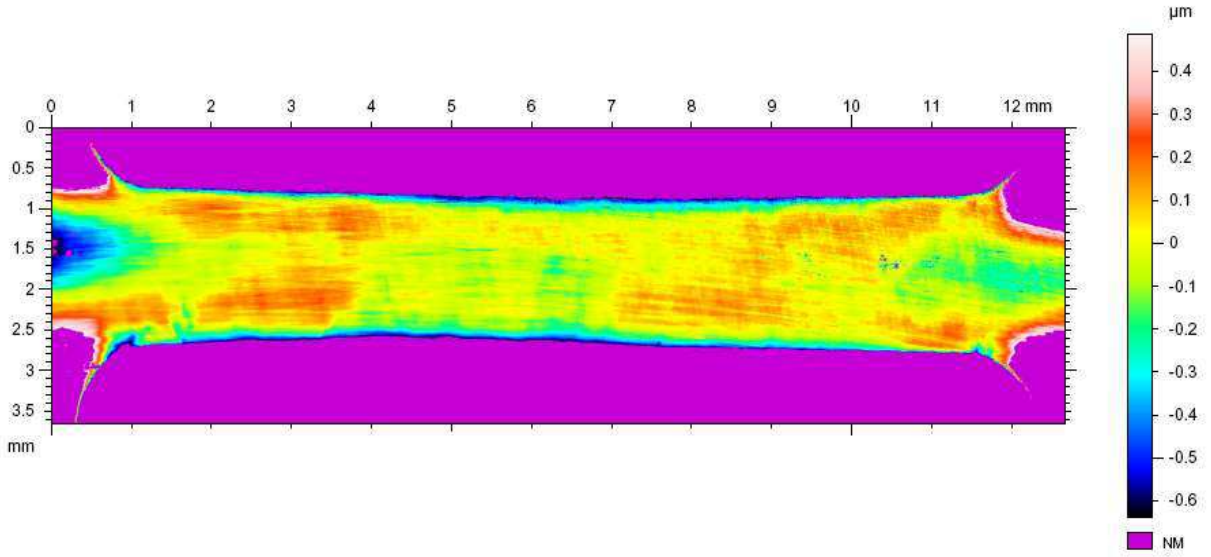


Figure 108 : Cartographie MOI du relief à la surface d'une éprouvette de Ti-5553 forgé après essai de traction (σ=1230 MPa).

b.Résultats des essais de traction sur Ti-5553 et Ti-17

Trois essais ont été réalisés : deux essais sur des éprouvettes de Ti-5553 à l'état forgé et un sur Ti-17 à l'état billette (figure 109). Sur cette figure on voit se développer, sous charge, les champs de déformation dans le plan, pas à pas. La corrélation d'images a permis d'établir les cartographies des champs de déformation qui peuvent être comparées à la microstructure caractérisée par EBSD (figure 110).

La déformation apparaît très hétérogène dans la zone de suivi. Le niveau de déformation (élastique + plastique) locale à l'échelle d'un grain β, pour la dernière étape (1230 MPa), varie de 0,6 à 1,3 %. Cela signifie également que certaines zones de l'éprouvette se sont déformées plastiquement alors que d'autres sont restées élastiques. Ces remarques sont en accord avec les observations à plus fines échelles réalisées lors des essais *in-situ* sous MEB.

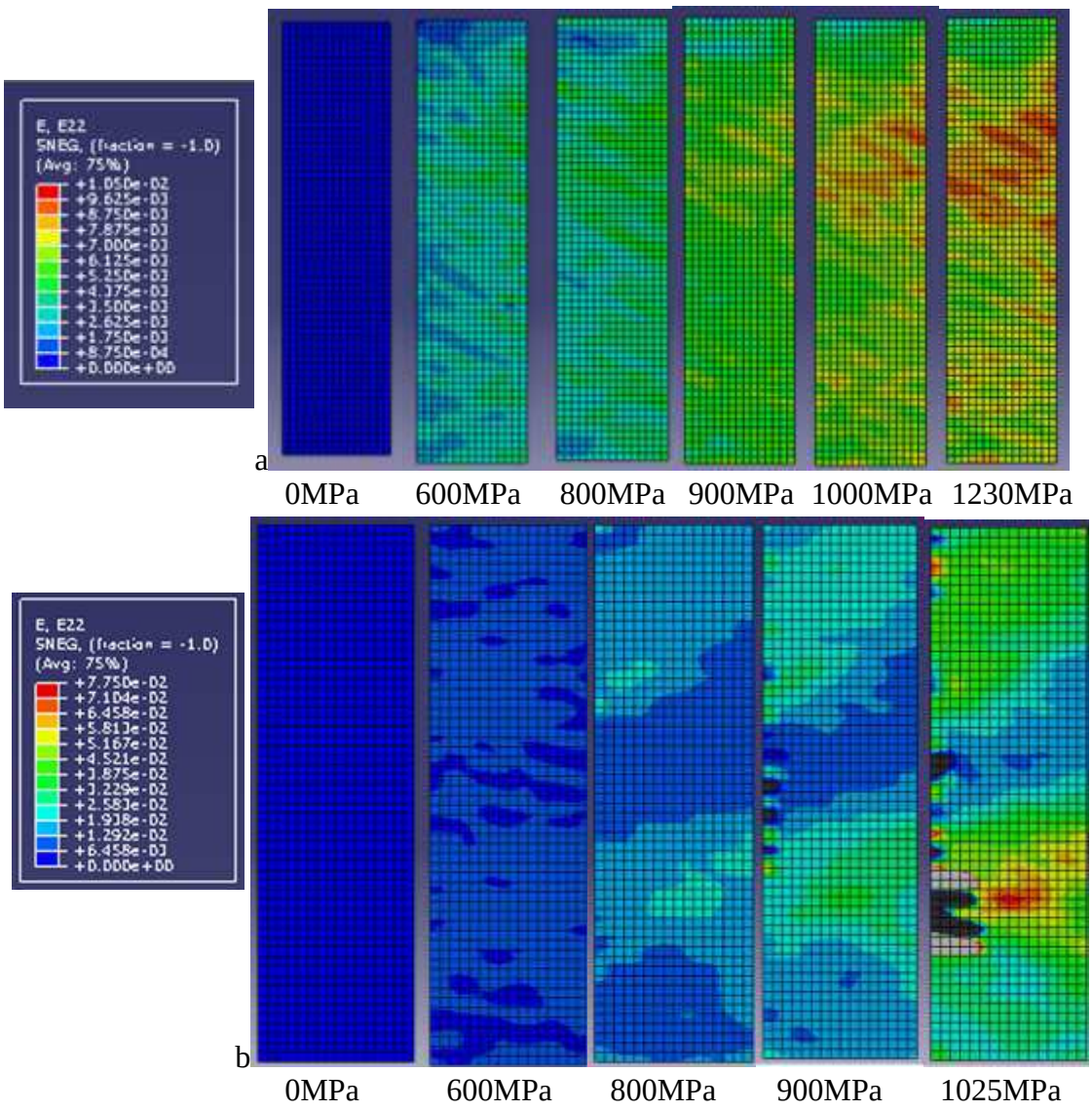


Figure 109 : Champs de déformation calculés sur un essai Ti-5553 (a) et Ti-17 (b).

Sur l'exemple illustré figure 110, les zones où apparaissent les déformations axiales les plus importantes correspondent à celle proche des congés de l'éprouvette où se trouvent plusieurs gros grains orientés proche de <001> par rapport à la direction de sollicitation et également celle plus centrale (bord droit de la partie utile sur la figure) où se trouve également un grain orienté proche <001>. Dans cette dernière zone, la finesse de l'éprouvette ne suffit pas pour se retrouver dans la configuration de type « grain traversant » souhaitée. Bien que la différence d'état de surface avant et après essai soit notable (figure 106 et figure 108), la corrélation entre la déformation hors plan et la microstructure ou la déformation dans le plan reste difficile pour cet exemple.

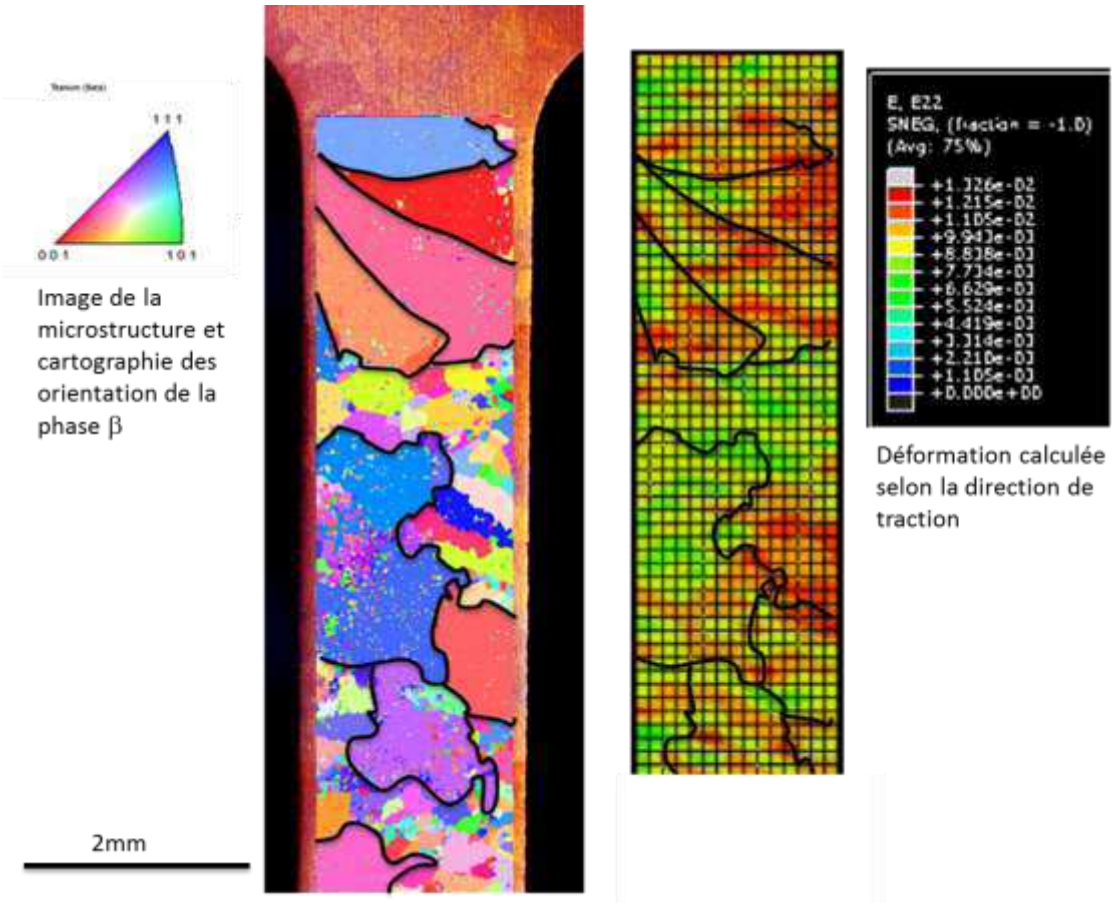


Figure 110 : Comparaison de la cartographie EBSD (codage couleur en fonction de la direction de sollicitation) et des champs de déformation obtenus par corrélation d'images dans le plan de la surface de l'échantillon Ti-5553.

Le fait de conserver une épaisseur plus importante de la partie utile de l'éprouvette en Ti-17 et l'absence de trop petits grains (voir figure 111 ci-dessous), permet de simplifier l'analyse des résultats. La courbe de l'essai a pu être reconstruite grâce aux informations extensomètriques.

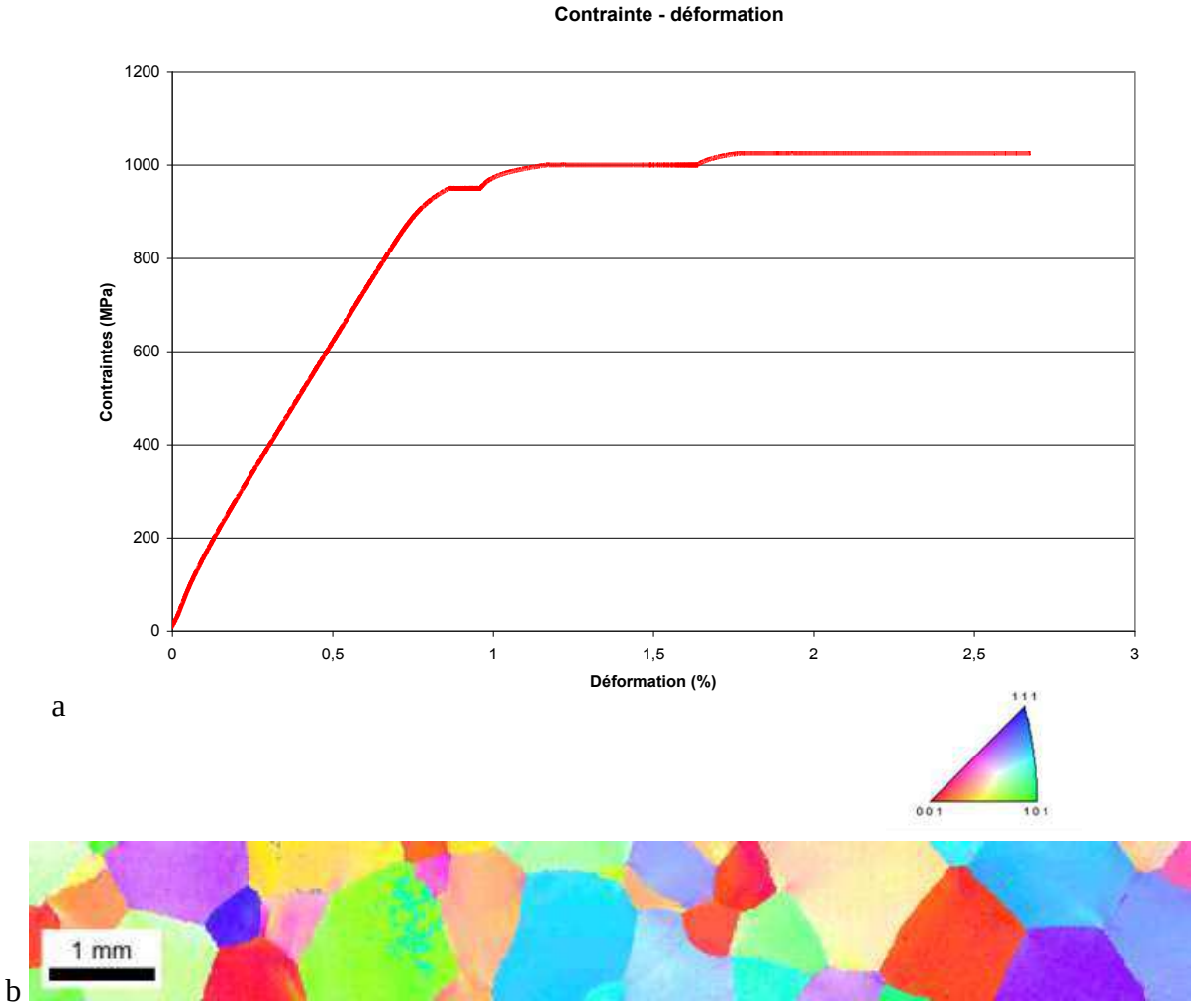


Figure 111 : courbe de l'essai de traction avec corrélation d'images sur Ti-17 et cartographie des orientations cristallographiques en fonction de la direction de sollicitation.

L'essai a été mené jusqu'à la contrainte de 1025 MPa pour une déformation totale finale en charge de 2,70%. Le champ de déformation obtenu à partir de la corrélation d'images est présenté ci-dessous et est comparé à la microstructure.

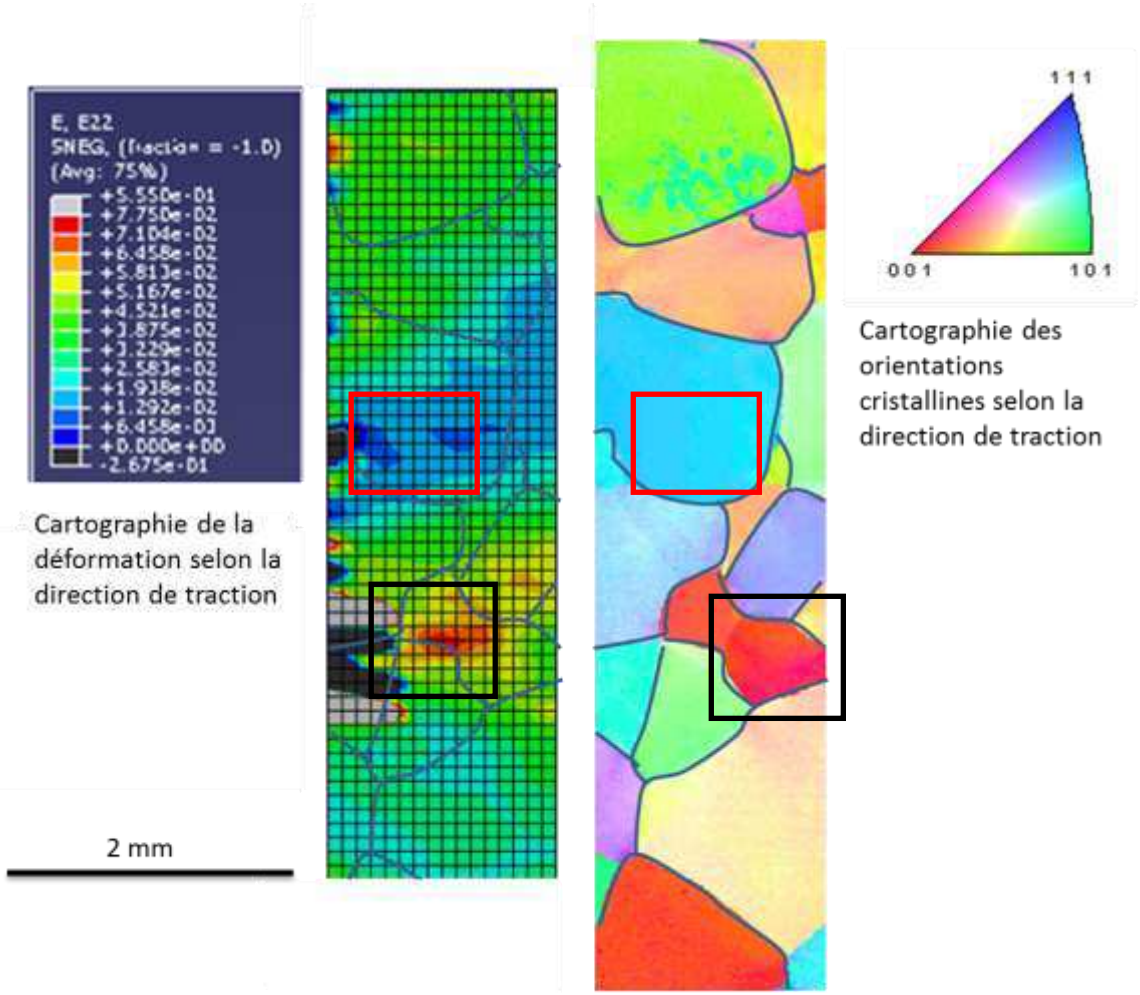
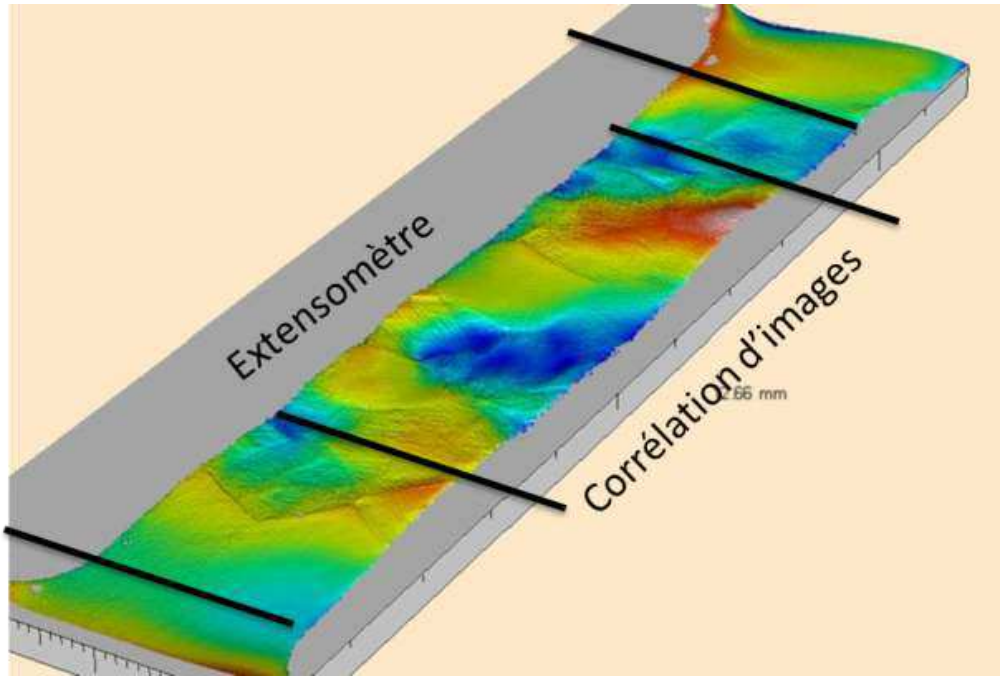


Figure 112 : Comparaison de la cartographie EBSD (codage couleur en fonction de la direction de sollicitation) et des champs de déformation obtenus par corrélation d'images dans le plan de la surface de l'échantillon Ti-17.

Le niveau de déformation moyen calculé (3,5%) sur l'ensemble de la surface sur laquelle le suivi par corrélation a été réalisé est légèrement supérieur à de celui obtenu à partir des données extensométriques (2,7%) concernant l'ensemble de la partie utile de 10 mm. En fait, une partie de l'éprouvette non prise en compte par la mesure de champs lors de l'essai ne s'est que très peu déformée. Elle correspond au groupe de grains présents à l'extrémité droite de l'éprouvette (voir figure 113) dont l'orientation est de type <111> par rapport à la direction de sollicitation. Le fait de ne pas considérer ces grains dans l'évaluation de la déformation par corrélation d'images explique la différence obtenue (3,5% de déformation totale par corrélation d'images / 2,7% de déformation totale mesurée à partir de l'extensomètre). C'est aussi l'occasion de souligner la forte hétérogénéité de déformation d'une zone à l'autre de la microstructure granulaire. Le niveau de déformation calculé le plus important (7,75 %) correspond à un ensemble de deux grains orientés <001> et proches d'un joint de grains (zone encadrée en noir sur la figure 112). Ce niveau de déformation est environ 3 fois plus important que celui donné par l'extensomètre et également 10 fois plus important que la déformation minimale calculée dans la zone (0,65 %) (Zone encadrée en rouge sur la figure 112).

a



b

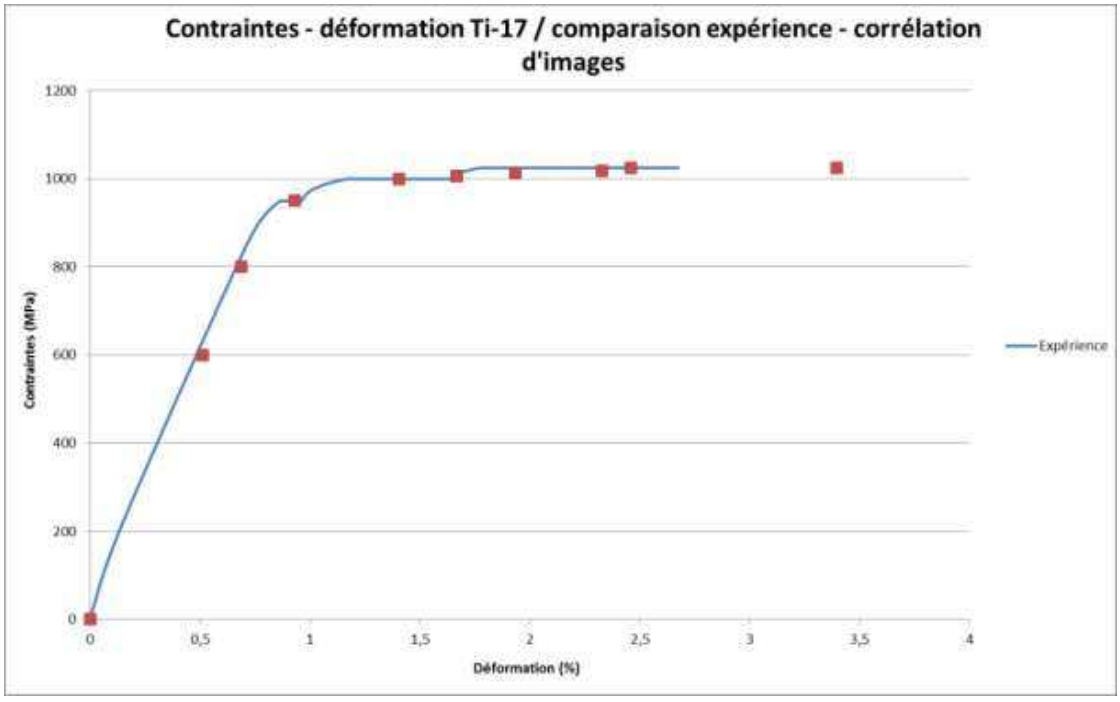
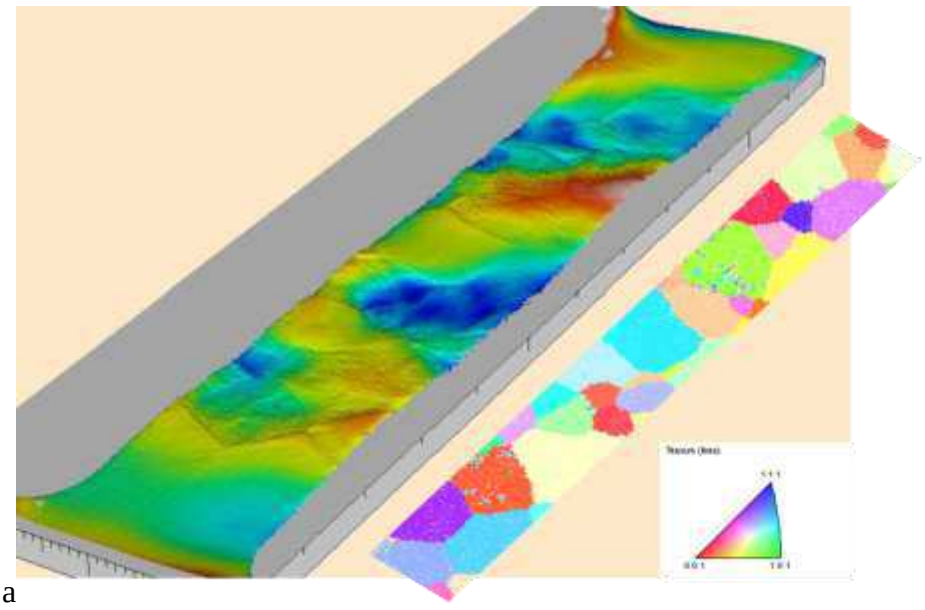
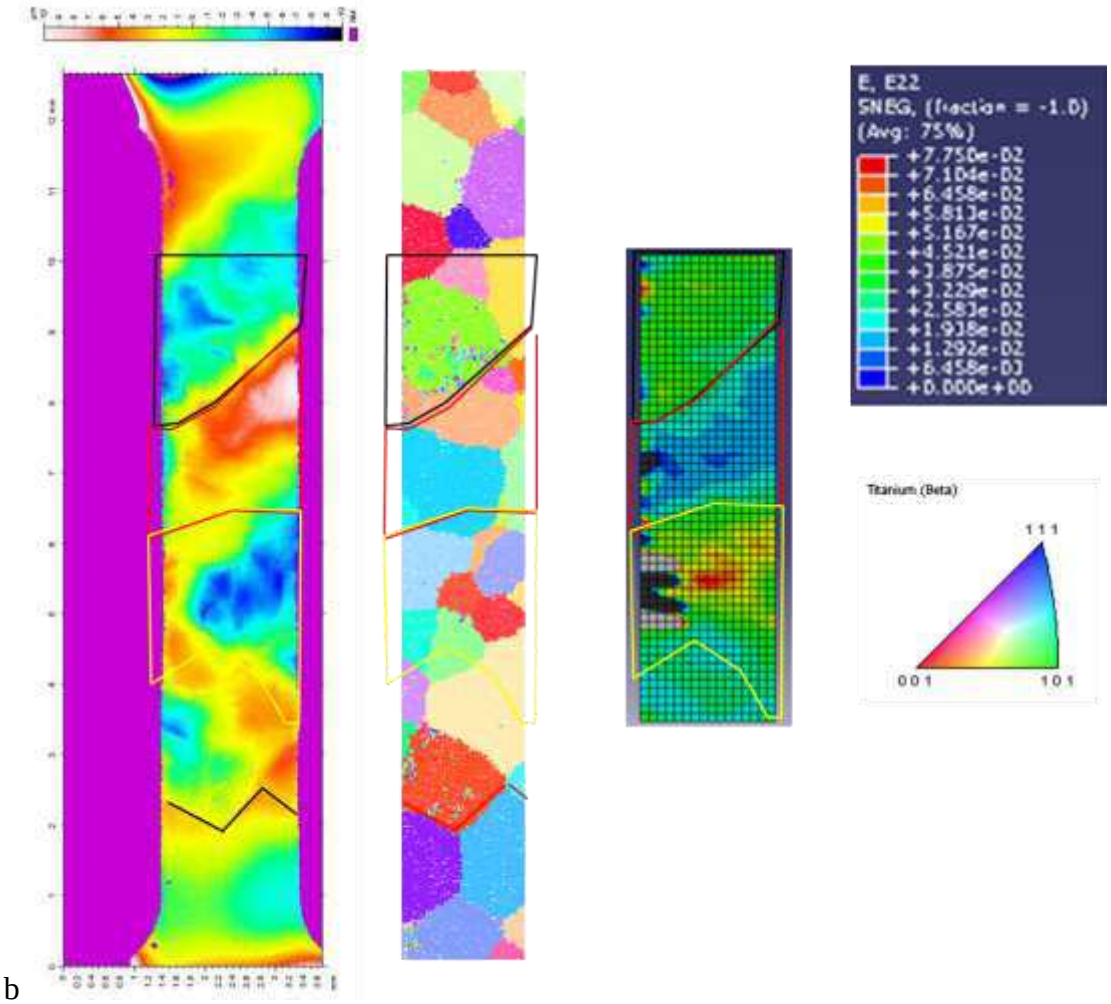


Figure 113 : Représentation du relief à la surface de l'éprouvette après déformation et décharge mécanique + repèrage des zones considérées pour les mesures par corrélation d'images et par extensomètre (a) ; superposition des points issues de la corrélation d'images (intégration de l'ensemble de la déformation de la zone mesurée) et de la courbe expérimentale (b).

L'observation par MOI de l'éprouvette permet d'évaluer l'apparition du relief après essai et déchargement mécanique (figure 113). Cette fois-ci un lien direct avec la microstructure et le champ de déformation dans le plan apparaît clairement (figure 114).



a



b

Figure 114 : (a) : Représentation 3D de la surface (MOI) après déformation et décharge mécanique et comparaison avec la microstructure granulaire β (EBSD) ; (b) : Champs de déformation hors plan (MOI) + microstructure granulaire (EBSD) + champs de déformation dans le plan (Corrélation d'images)

Ces essais confirment le caractère fortement hétérogène de la déformation à l'échelle des grains, et permettent de quantifier cet effet, au moins partiellement. Les grains orientés proche <001> (par rapport à la direction de sollicitation) sont générateurs de zones plus déformées et de façon plus précoce par rapport à leur voisinage. L'orientation cristallographique des grains β est donc bien un paramètre essentiel en ce qui concerne l'apparition des processus de déformation qui mèneront à termes à la rupture.

Une cartographie à la fin de l'essai (déformation totale = 2,7%) et après déchargement mécanique a également été réalisée. La comparaison des orientations cristallographiques des grains avant et après essai est ainsi possible. La figure 115 illustre ce point suivant la direction de chargement et la normale à la surface. Une rotation cristalline de quelques degrés (1° à 7°) de quelques grains ou tout au moins de certaines parties de grains est notée. Cela est cohérent avec l'apparition de reliefs très marqués associés à quelques grains, ceux qui ont le plus tourné.

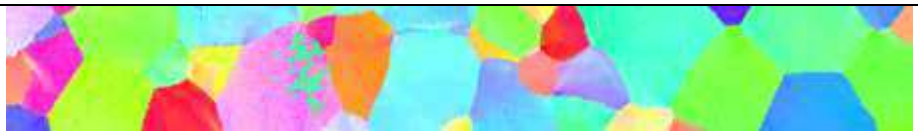
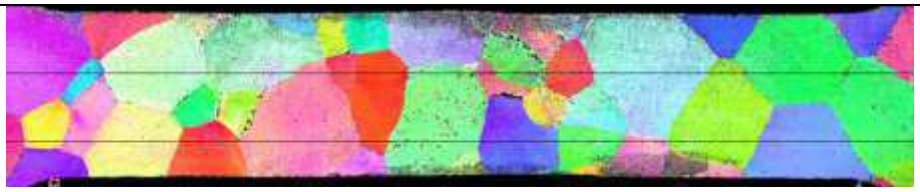
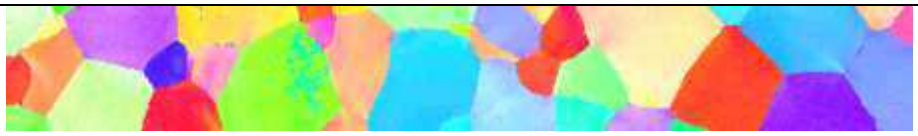
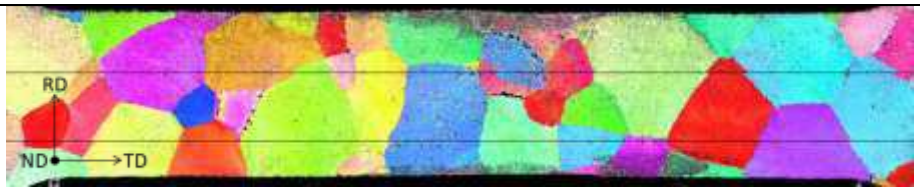
Orientation des grains avant essai selon ND	
Orientation des grains après essai selon ND	
Orientation des grains avant essai selon TD	
Orientation des grains après essai selon TD	

Figure 115 : Comparaison des orientations cristallographiques des grains β avant et après essai selon les directions ND et TD pour l'expérience réalisée sur Ti-17.

Ces différentes données serviront également de données d'entrée aux travaux numériques réalisés au centre des matériaux de Mines ParisTech (G. Martin). Les simulations mises en place ont pour objectif la construction d'un modèle numérique qui rend compte de l'influence au premier ordre de la phase β sur les mécanismes de déformation.

4.Synthèse

Ce chapitre a permis de mettre en évidence le rôle de première importance que tient la phase β dans le comportement mécanique des alliages de titane β-métastable. Que ce soit en traction simple ou en fatigue, l'anisotropie de propriétés élastiques de la phase β joue un rôle

clé dans la redistribution des contraintes et de la déformation au sein du matériau. Le comportement des grains présents dans le matériau varie énormément en fonction de l'orientation de la phase β comme la montre la figure 116 ci-dessous issue des travaux numériques réalisés par Guillaume Martin sur la base des données expérimentales que nous avions transmises.

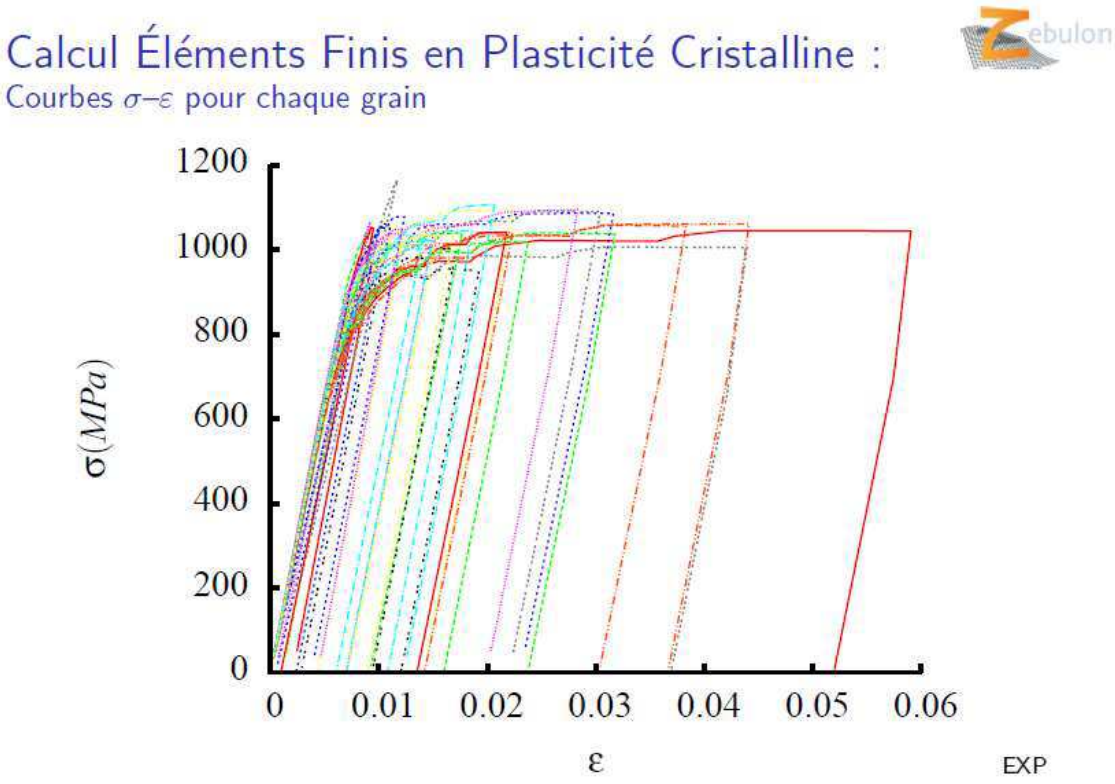


Figure 116 : Comportement de chaque grain dans l'éprouvette simulée de Ti-17 (G. Martin)

On peut voir que la courbe de traction reconstruite pour chaque grain de l'agrégat numérique peut énormément varier. Certains grains atteignent des niveaux de déformation critiques proches de la limite de ductilité évaluée macroscopiquement alors que dans le même temps certains n'ont pas encore atteint le domaine plastique. Que ce soit par les observations ou pour la simulation, ce sont les grains d'orientation proche <001> par rapport à la direction de sollicitation qui se déforment en premier lieu. Il est imaginable que ces mêmes grains puissent être à l'origine du développement de la fissure fatale.

Cependant, bien que les premières observations dessinent une tendance impliquant une influence similaire des grains d'orientation <101> menant à une fissuration dense et localisée au sein de certains grains dans le cadre de la fatigue, aucune simulation n'a été réalisée à ce jour pour voir l'influence de l'orientation de la maille cristalline de la phase β sur l'accumulation de plasticité au sein des grains.

Ces deux remarques soulignent combien l'orientation de la phase β joue un rôle essentiel sur les mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures en fatigue ou traction. La proportion plus forte de systèmes de glissement basal activés constatée lors des différents essais a pour origine la dépendance de l'orientation cristallographique des variants de phase α vis-à-vis de l'orientation de la phase β (conséquence directe du respect des relations de Burgers). Les résultats théoriques de l'analyse des systèmes de glissement possibles dans la phase α en fonction de l'orientation de la phase β (présentés en annexe) montrent que la direction <101> est certes facilement glissible concernant les systèmes de glissement β mais peu glissible pour les systèmes de glissement au sein des variants α pouvant se développer. En effet, seuls deux systèmes de glissement prismatiques sont favorisés ainsi que six systèmes de glissement pyramidaux. Bien que les systèmes de glissement pyramidaux soient nombreux, la littérature montre qu'ils sont en général peu activés. Dans notre étude, l'observation de traces de systèmes pyramidaux est plutôt associée à du glissement dévié à partir de systèmes prismatiques. Ces configurations sont donc assez peu favorables à la plasticité dans la phase α alors qu'elles le sont pour le développement éventuel de glissement dans la phase β. Ceci pourrait expliquer le plus grand nombre d'amorçage de fissures constaté aux interfaces des nodules, donc entre les deux phases en présence.

Différentes méthodes expérimentales ont été développées pour mettre en évidence et évaluer le degré des hétérogénéités de déformation constatées tout au long de l'étude. Ces mesures sont venues confirmer les hypothèses du rôle très important de la phase β. Des simulations de ces expériences sont en cours (G. Martin – centre des matériaux Mines ParisTech) afin de valider l'ensemble des hypothèses formulées sur le comportement des grains, l'anisotropie de la phase β et l'hétérogénéité de déformation en traction et en fatigue.

Discussion/ Synthèse

Discussion / Synthèse

Dans le cadre du projet PROMITI, différents acteurs du monde de l'aéronautique qui utilisent aujourd'hui les alliages de titane β-métastable dans différentes applications pour leurs propriétés spécifiques très intéressantes ainsi que pour leurs propriétés physiques (résistance à la corrosion per exemple) se sont rassemblés autour d'une thématique de recherche large visant à apporter une meilleure connaissance de ces alliages.

Du fait de leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées, les alliages de titane β-métastable font l'objet d'un net regain d'intérêt depuis quelques années pour la conception de composants de structure notamment intégrés dans les trains d'atterrissage. Le projet « PROMITI » développé dans le cadre de la FNRAE a fédéré différents acteurs industriels du secteur aéronautique ainsi que quatre laboratoires de recherche avec pour objectif de mieux cerner les liens entre microstructures et propriétés mécaniques. Quatre thèses complémentaires ont été réalisées.

Les recherches entreprises couvraient à la fois des problématiques liées à la transformation des alliages concernés et la maîtrise des traitements thermiques associés visant à obtenir les microstructures désirées, à la recherche de l'origine des propriétés mécaniques élevées et au développement d'un outil numérique pour aider à la compréhension des phénomènes observés et à la prédiction du comportement de ces matériaux. Ma contribution concernait principalement les processus de déformation et d'endommagement de ces alliages en cherchant à identifier quels éléments microstructuraux et quelles échelles interviennent au premier ordre.

Les connaissances antérieures portant sur des alliages de titane quasi-α et plus particulièrement sur le Ti-64 laissaient à penser que la phase α serait l'élément clé pour comprendre les mécanismes de déformation et le comportement mécanique de l'alliage. De ce point de vue il paraissait également probable que les nodules de phase α allaient jouer un rôle essentiel. À noter que le manque de connaissances des processus de déformation associés à la phase β, minoritaire dans les alliages les plus étudiés, ne nous permettait pas réellement d'évaluer à priori quelle serait son rôle. La réalisation d'essais de traction nous a tout d'abord permis d'établir, ou plutôt de vérifier, l'influence de la microstructure et notamment de la morphologie et des dimensions des lamelles sur la limite d'élasticité, la contrainte à rupture ou encore la ductilité des alliages étudiés. En effet, les tendances constatées sont tout à fait analogues à celles déjà établies pour les alliages quasi-α et α+β.

La microstructure β apparait comme « une base » dans laquelle l'apparition de la phase α a un effet durcissant. Deux types de précipitation sont alors possibles. La première consiste en l'apparition de lamelles dont la taille détermine les propriétés mécaniques (limite d'élasticité et résistance à la traction). Plus les lamelles générées par les traitements thermiques sont fines, plus les propriétés mécaniques sont élevées. Cependant, la ductilité de l'alliage chute dans le même temps. La seconde précipitation possible est la phase nodulaire qui, si elle ne permet pas une forte augmentation des caractéristiques mécaniques, améliore sensiblement la ductilité par rapport aux microstructures entièrement constituées de lamelles fines. Une légère baisse des propriétés mécaniques est alors constatée.

L'éclairage apporté par ces travaux encourage le lecteur à considérer une microstructure avec nodules comme un « composite » associant la matrice β-transformée et les nodules α. Les nodules α apparaissent alors comme des précipités « mous » permettant d'accommoder plus facilement la déformation plastique alors que la matrice assure un haut niveau de propriétés mécaniques.

Le choix du compromis propriétés mécaniques / ductilité se fait sur la microstructure fine en deux temps. Il faut en effet commencer par fixer la taille des lamelles se développant dans la matrice β afin d'assurer de hautes propriétés mécaniques et dans un second temps faire en sorte d'introduire un taux de nodules α adéquat pour assurer le niveau de ductilité nécessaire pour l'application.

Pour cela, deux choix sont possibles. On peut intervenir lors de la transformation de la matière et des opérations de forgeage (instant d'apparition des nodules) suivies par les traitements de vieillissement pour ajuster la microstructure lamellaire, ou alors, en accord avec les travaux d'Amico Settefrati (IJL – Nancy), modifier les traitements thermomécaniques finaux tout à fait capables de générer ces microstructures bimodales. L'analyse qu'A. Setefratti a réalisée des différents traitements thermiques et de leur influence sur les microstructures permet de mieux comprendre les paramètres de traitements thermiques sur lesquels jouer pour obtenir la microstructure de précipitation (morphologie, taille) désirée. Cependant, le forgeage et les étapes de déformation à chaud qu'il n'a pas étudiés sont également bénéfiques pour les propriétés mécaniques grâce notamment à la création de sous-structures de déformation (densité de dislocations, sous-joints, rotation dans la maille cristalline des grains, …).

Les travaux d'A. Setefratti ont également permis, grâce à des approches numériques, de simuler l'apparition et la croissance des nodules et des lamelles par la prise en compte de l'influence de la chimie, des interfaces et de l'énergie élastique. Ces résultats ont permis de lever le doute sur la forme exacte des précipités se développant au sein de la matrice β. L'organisation enchevêtrée des lamelles a été reproduite au travers de simulations par champs de phase expliquant les origines d'une telle organisation spatiale. Ses résultats sont illustrés

dans la figure ci-dessous où l'agencement des lamelles est représenté dans la maille cristalline β ainsi que l'apparence en chevrons des précipités de petites tailles au sein de la matrice.

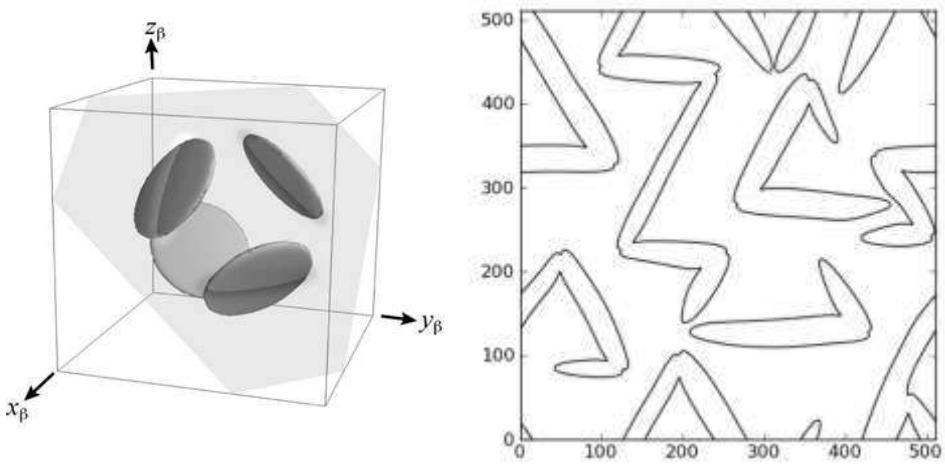


Figure 117 : Illustration des simulations d'A. Setefratti (IJL – Nancy) sur la précipitation et la croissance des lamelles. Disposition et formes des précipités dans la maille cubique (a) et interfaces des précipités dans le plan en relation de burgers illustrant la disposition en chevrons des lamelles (b).

Pour comprendre l'origine du niveau élevé des caractéristiques mécaniques des microstructures les plus performantes étudiées, il est certes nécessaire de bien connaître ces microstructures dans les détails, mais il faut également étudier les mécanismes de déformation qui s'y développent. En ce sens, les résultats établis par Nicolas Escalé (CEMES – Toulouse) contribuent significativement à mieux comprendre le comportement de ces alliages aux échelles les plus fines et notamment à établir les micro-mécanismes de plasticité qui s'y développent.

Ces propriétés sont intimement reliées aux mouvements des dislocations et aux obstacles qui s'opposent à ces mouvements. N. Escalé a ainsi pu identifier différents éléments contribuant chacun pour une part aux propriétés mécaniques. Dans les nodules α où les premiers stades de plasticité se manifestent, trois effets « durcissant » ont été identifiés. Le premier est un durcissement structural associé à la présence de nano-précipités au sein de la maille cristalline de la phase α sur lesquels s'épinglent les dislocations en mouvement. Le second est l'ordre à courte distance limitant la vitesse de déplacement des dislocations. Le dernier est la structure de cœur des dislocations vis qui se déplacent très rapidement dans une direction et très lentement dans le sens transverse.

Un autre point important est le confinement de la plasticité (bandes de glissement) dans les nodules dû au rôle de barrière que jouent les fortes densités de dislocations préexistantes en périphérie interne des nodules. Les observations réalisées dans la phase β ont également montré un confinement de la plasticité, un réseau dense de dislocations (forêt) se formant sans apparition de bande de glissement. Les obstacles à cette échelle sont cependant difficile à identifier et leur contribution aux propriétés mécaniques n'est pas quantifiable. De même,

dans les lamelles fines, la plasticité qui s'y développe est très confinée et ne semble pas se propager à la matrice. N. Escalé a proposé la schématisation suivante (figure 118) des différents obstacles à la propagation des dislocations.

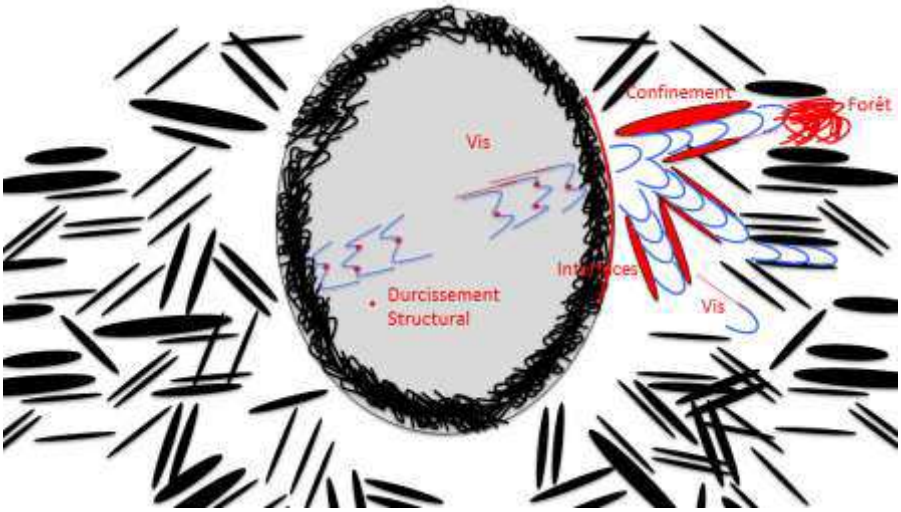


Figure 118 : Représentation schématique du chemin de propagation des dislocations au sein des alliages de titane β et des différents obstacles par N. Escalé [62].

Lorsque l'on étudie les processus de déformation à une échelle plus large (au MEB), ce qui a été fait dans notre étude, on retrouve l'expression de ces mécanismes élémentaires identifiés au MET : confinement des bandes de glissement dans les nodules, glissement dévié par des obstacles au sein des nodules, rôle barrière des interfaces, … La caractérisation de chacun de ces processus est moins fine mais les analyses effectuées sur un grand nombre de zones permettent plus facilement de dégager les processus les plus représentatifs tout en conservant localement l'information sur la direction macroscopique de chargement mécanique.

Un des objectifs initiaux de cette étude était de se concentrer sur le rôle de la phase β dans les processus de déformation et d'endommagement, cet aspect étant généralement non abordé voire négligé dans les travaux portant sur les alliages classiques α pour lesquels la fraction volumique occupée par cette phase reste limitée à quelques pourcents. Comme nous l'avons montré, la phase β présente un comportement mécanique fortement anisotrope. Cette caractéristique concerne la phase β seule mais aussi en présence des lamelles α_s après vieillissement. Elle favorise une plus grande déformation des grains dont l'orientation cristalline de la maille cubique est de type <001> ou proche <001> (direction présentant dans tous les cas les propriétés élastiques les plus faibles). Si l'on considère en première approche le matériau polycristallin comme un agrégat de sous-domaines indépendants les uns des autres, que le comportement mécanique macroscopique est la somme des comportements de chacun des grains. Si chaque grain est régit dans le domaine élastique par la loi de Hooke ($\sigma = E.\varepsilon$), pour une charge macroscopique imposée, c'est alors le module d'Young du grain

qui règle le niveau de déformation dans les grains et conduit à ce que les grains <001> ou proches <001> soient les plus déformés élastiquement

Il est alors crucial de quantifier l'anisotropie de propriétés mécaniques de la phase β mais également de la matrice β-transformée. Une façon d'aborder le sujet a été la réalisation d'essais de micro-dureté instrumentée sur un échantillon pour lequel un traitement thermique adapté a permis de faire grossir la taille des grains et de retenir 100 % de la phase β. La surface de l'échantillon avait été au préalable cartographiée complètement par EBSD. L'évaluation à partir de ces expériences d'un module d'indentation proportionnel au module d'Young n'est cependant pas concluante, la sollicitation locale sous l'indenteur étant probablement trop multiaxiale pour dégager sans ambigüité des tendances concernant le module perpendiculairement à la surface. Une autre méthode, plus coûteuse en temps et en moyens, serait de réaliser des essais de traction sur des éprouvettes monocristallines entièrement β-métastable pour des orientations cristallines particulières et déterminées préalablement. Ceci constitue une perspective importante, voire un passage obligé, si l'on souhaite à termes évoluer vers des simulations de type calcul d'agrégats.

La phase β a une autre influence, moins directe, sur les mécanismes de déformation. Cela concerne l'organisation entre la matrice et les variants α qui se forment en respectant les relations de Burgers. Les analyses expérimentales ainsi que les simulations montrent que ce sont les grains orientés <001>β ou proche <001>β qui se déforment en priorité. Comme nous l'avons souligné, cette orientation <001> peut générer des variants qui sont orientés suivant la direction de chargement favorablement pour une activation des systèmes de glissement dans le plan de base. Ceci explique la prédominance générale de lignes de glissement sur ces plans plutôt que sur des plans prismatiques et/ou pyramidaux Cependant, l'analyse cristallographique réalisée sur les différents alliages montre que seul un nombre limité de variants apparaît au sein de l'alliage et ceci de façon totalement indépendante de la direction de chargement mécanique appliquée à termes en traction ou en fatigue. Il est donc toujours possible que les variants à priori les plus favorables au glissement basal ne soient pas toujours ceux réellement apparus dans les grains considérés. Ces aspects ajoutent de la difficulté à rendre compte, à termes, du comportement mécanique de ces alliages par des simulations de type calculs d'agrégats si l'on n'intègre pas explicitement les variants réellement apparus dans les microstructures. En d'autres termes, la simple connaissance de l'orientation β ne suffit pas à prédire les premiers instants de la plasticité. Une alternative pourrait consister à introduire une approche probabiliste sur des tirages de variants en nombre et en orientation. Ce type d'approche a été réalisé dans le cadre des travaux de modélisation de G. Martin.

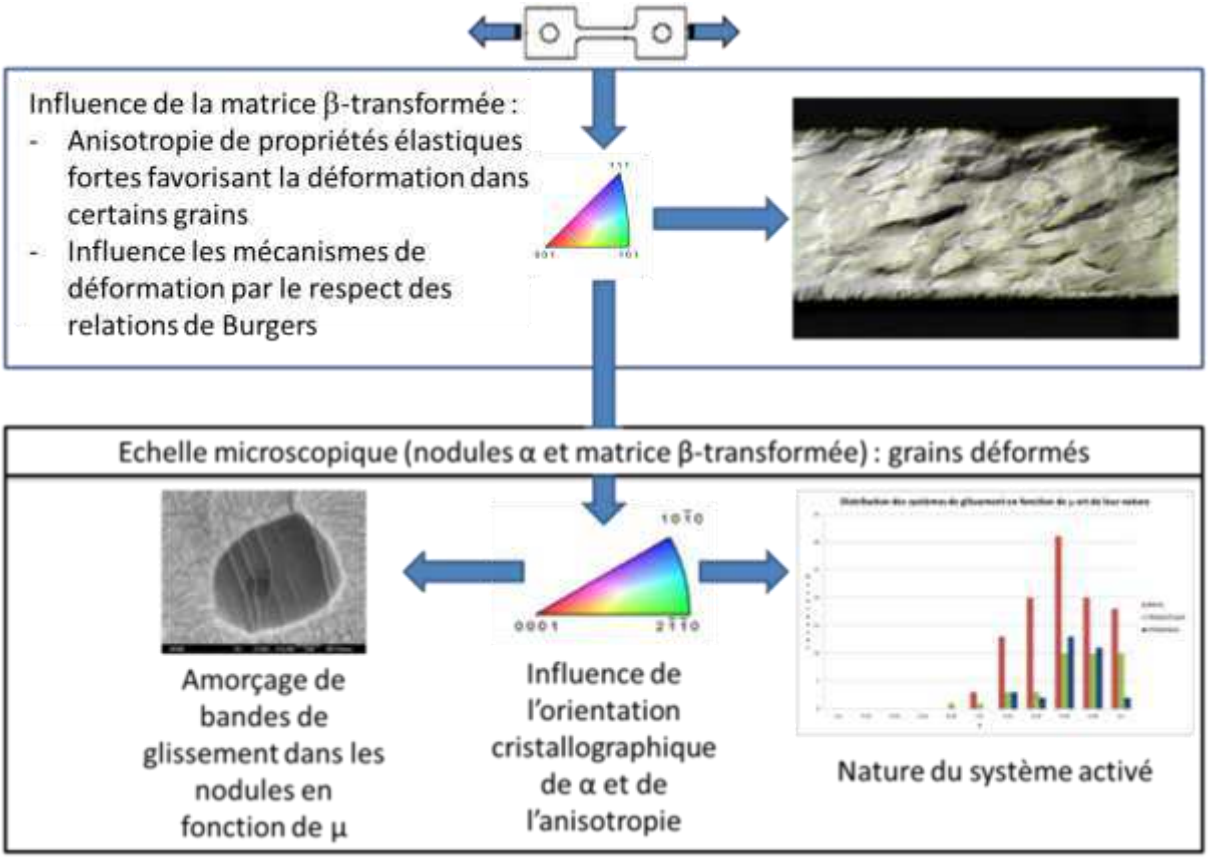


Figure 119 : Schéma proposé figure 96 complété par l'ajout de l'influence du grain β.

La figure 119 schématise les différentes échelles intervenant et la contribution de l'orientation cristallographique des nodules. .

Cette sélection de variants pourrait être influencée par les procédés thermomécaniques et/ou les traitements thermiques appliqués à la pièce. Un enjeu de nouvelles éventuelles études serait d'évaluer s'il est possible d'ajuster le choix de variants par un traitement adapté et/ou s'il est possible de passer outre les relations de Burgers pour générer une population aléatoire de variants. La génération d'une population de variants choisis pourrait également aboutir à la limitation, voire à l'effacement de l'anisotropie de la matrice β-transformée et ainsi contribuer à l'obtention d'un matériau plus homogène sur le point de vue mécanique. Si cette possibilité existe, cela demanderait une maîtrise très avancée des procédés de mise en forme et des traitements thermiques associée à une compréhension totale des phénomènes métallurgiques qui n'est pas encore à l'ordre du jour. L'analyse du fût des éprouvettes testées en fatigue a également été conduite pour identifier la nature des configurations liées à l'amorçage de fissures. Bien que les cas de figure étudiés soient peu nombreux, les grains dont l'orientation est proche de <101> semblent plus favorables au développement de l'endommagement. Deux localisations des fissures sont identifiées : la plus courante concerne les interfaces nodules/matrice, la moins courante des bandes de glissement de type prismatique se développant au sein des nodules. L'influence de l'anisotropie de propriétés

mécaniques de la matrice β-transformée se traduit par la localisation des fissures au sein de quelques grains seulement. C'est le « contraste » de propriétés mécaniques entre cette matrice et les variants réellement développés au sein des nodules qui conduit à quelques configurations particulièrement favorables à la formation des fissures de fatigue. Localement ces configurations conduisent notamment à l'accumulation de plasticité aux interfaces et donc à des situations d'incompatibilités de déformation qui deviennent alors le moteur de la fissuration. Là encore, la modification des variants présents, si la possibilité de passer outre les relations de Burgers était envisageable, ouvrirait des perspectives en matière d'amélioration des propriétés en fatigue. Il faut de plus avoir à l'esprit que si une voie de traitement était trouvée pour ajuster au mieux les variants il faudrait à termes qu'elle soit compatible avec les exigences de traitements industriels, ce qui constitue une difficulté majeure supplémentaire. À noter qu'aujourd'hui la maîtrise des différentes étapes de traitements permet l'obtention d'une microstructure fine nodules / lamelles très homogène (forme, taille, fraction) au sein des grains et de grain à grain. Il conviendrait donc également de ne pas affecter cette caractéristique.

L'autre piste d'optimisation possible à laquelle les résultats établis dans ce travail nous invitent concerne la phase β à une plus grande échelle. En effet, la taille, la morphologie mais surtout l'orientation cristallographique des grains β influencent au premier ordre le comportement mécanique de l'alliage. Il a en particulier été mis en évidence une forte anisotropie de propriétés élastiques de la phase β et donc de la matrice β transformée incluant les lamelles α secondaire, avec pour répercussion des différences de comportement de grain à grain. L'ensemble des observations et analyses réalisées ne concerne que des volumes de matière réduits. Cela suggère de ne pas conclure définitivement sur le rôle des différents paramètres microstructuraux concernant les mécanismes de déformation et d'endommagement. Il faut également garder à l'esprit que les prélèvements de matière à partir desquels l'étude a été réalisée peuvent présenter des différences notables d'un bout de billette à l'autre en termes de fibrage, de texture, etc. On a pu notamment noter la présence d'une plus grande proportion de grains <001> dans la matière étudiée. L'existence de fortes hétérogénéités dans la microstructure β, que ce soit sur le plan morphologique (taille et forme de grains) ou cristallographique (texture), ouvre la voie à d'éventuelles optimisations des alliages par des modifications lors des opérations de forgeage.

Pour aller dans ce sens, il est utile d'évaluer l'impact des textures sur les propriétés mécaniques en traction et en fatigue. Deux choix s'offrent alors à nous pour l'analyse de ces phénomènes. La réalisation d'essais physiques sur des échantillons dont la microstructure β est modifiée de façon maîtrisée ou l'emploi d'outils de simulation. Jouer sur les conditions de forgeage n'étant pas dans les capacités des laboratoires réunis pour le programme PROMITI, c'est uniquement vers la seconde option que le groupe de recherche s'est dirigé. Dans ce cadre, les travaux de Guillaume Martin (Centre des Matériaux – Mines Paristech) on en

particulier permis le développement d'une approche micromécanique en plasticité cristalline appliquée à des calculs d'agrégats au sein de laquelle il était possible de faire varier les paramètres « matériaux », les lois de comportement et les textures. Une part importante de son travail a porté sur des simulations du comportement des micro-éprouvettes de traction utilisées lors de nos essais de traction avec mouchetis comme l'illustre la figure 120 ci-dessous :

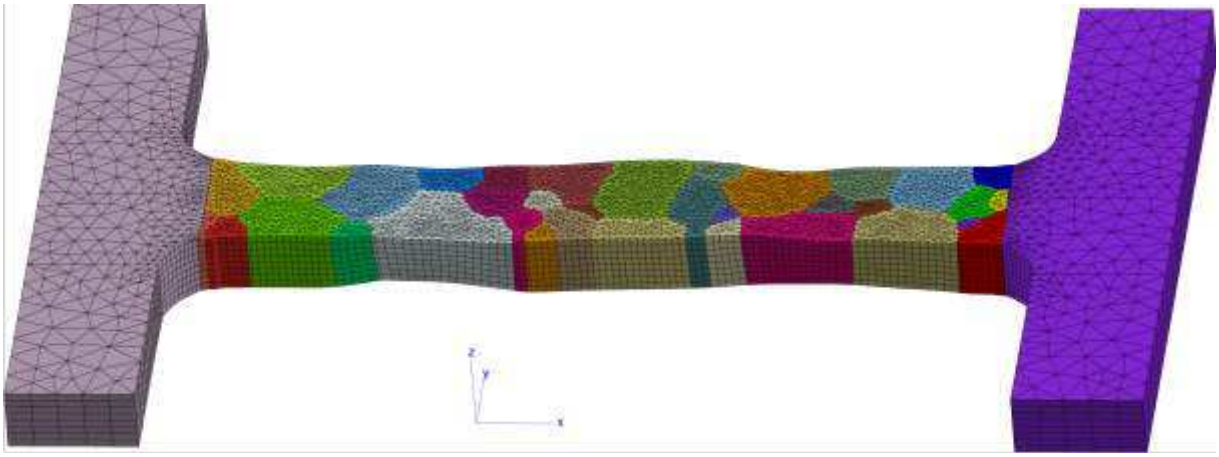


Figure 120 : Modélisation de la micro-éprouvette de traction Ti-17 (σ=1025 MPa) par G. Martin.

Dans le même esprit, nous avons également réalisé des simulations numériques sur des « boites de grains » reconstruites (en collaboration avec L. Signor – Institut P') à partir de cartographies EBSD réalisées sur différents échantillons (micro-éprouvettes, dureté). Afin de simplifier au maximum la problématique, nous avons placé notre étude dans le cadre d'un comportement tout d'abord purement élastique en utilisant une loi de comportement viscoplastique à écrouissage cinématique non linéaire dont seule la partie élastique (permettant de rendre compte de l'anisotropie de propriétés élastiques) a été activée. Pour cela l'UMAT « cristal ECP » a été utilisée dans sa version « locale ». Nous avons également intégré la phase β par l'introduction des paramètres de Ledbetter et suivant la méthodologie introduite par Lewis [86]. Ces considérations ont permis de réaliser des calculs très rapides sur des grands ensembles de grains (modélisation en 2D « extrudé » de plus de 200 grains) comme présenté ci-dessous figure 121 :

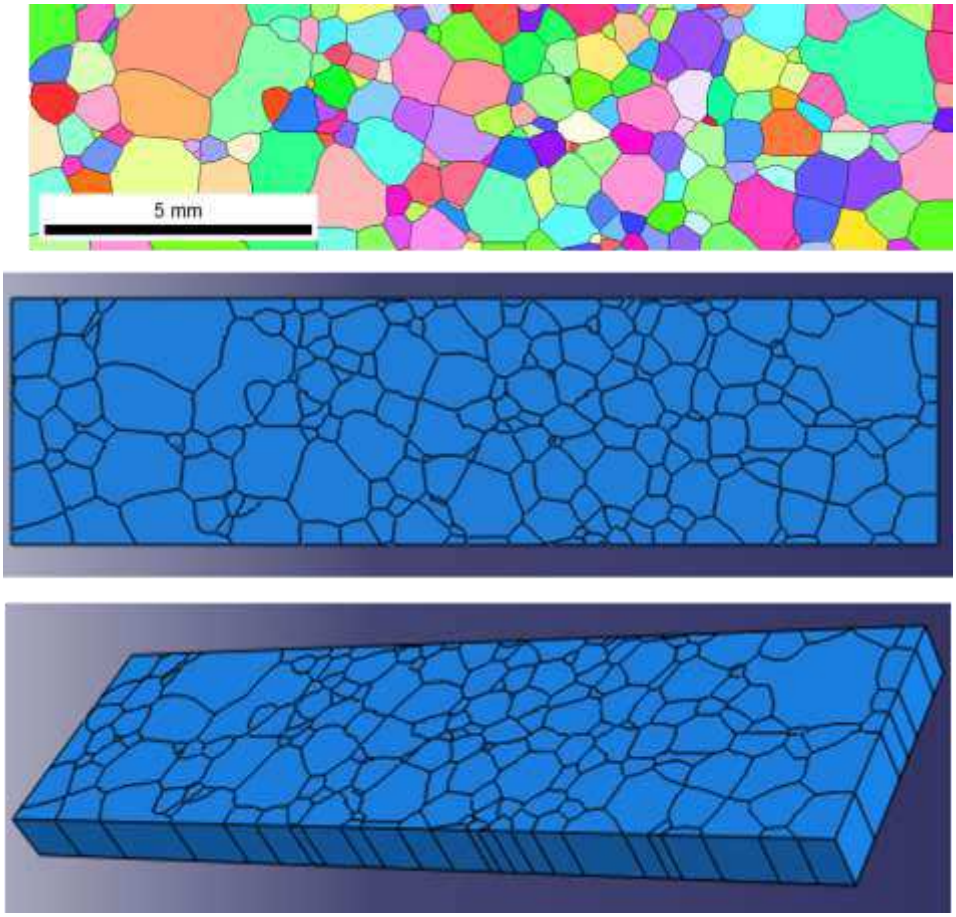
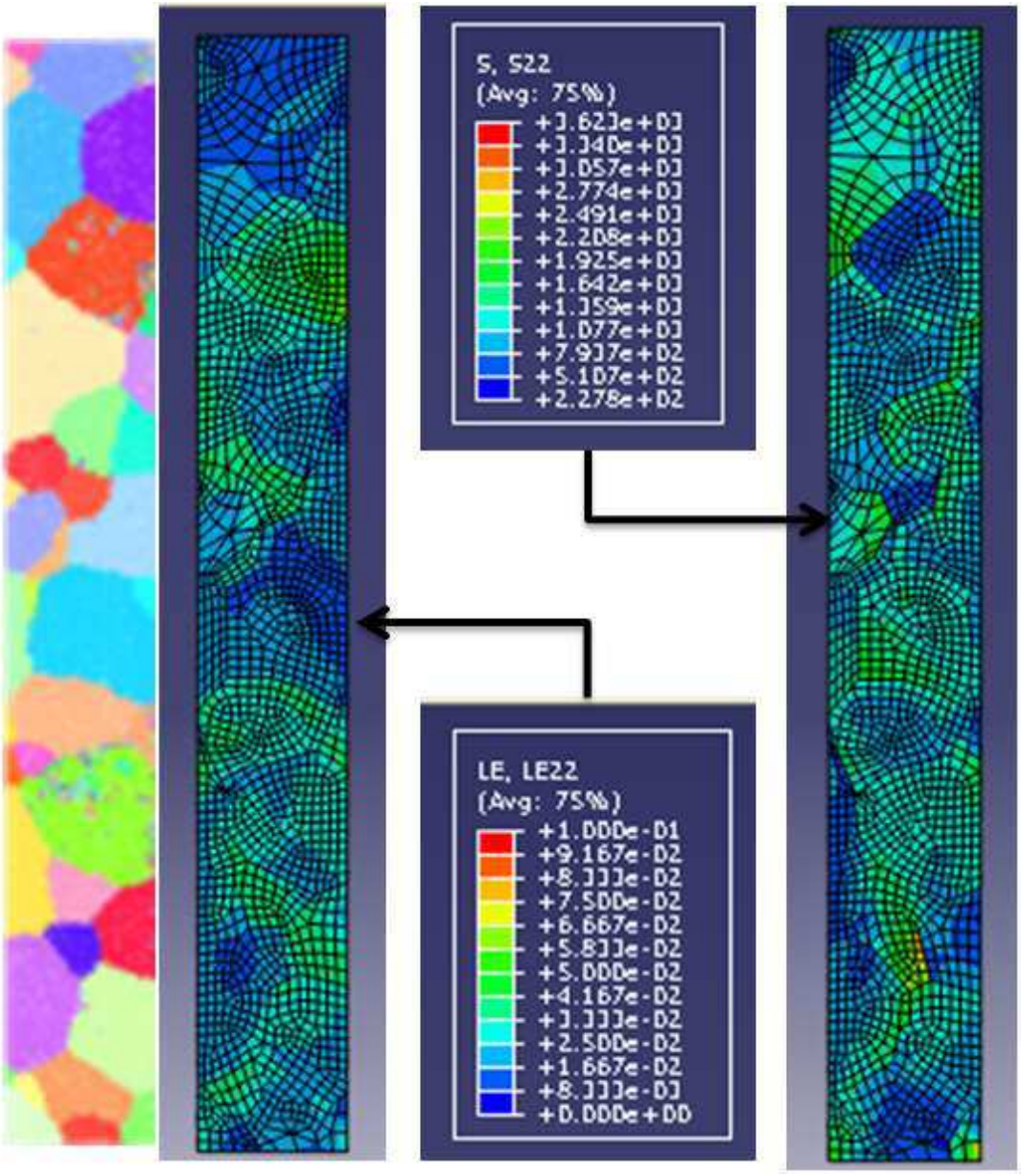


Figure 121 : construction d'une boite de grains à partir des données EBSD (L. Signor)

La simulation des expériences avec suivi de mouchetis par ce simple modèle élastique a permis de donner de bons résultats pour un temps de calcul de quelques minutes. La volonté de ce calcul n'est pas de rendre compte parfaitement de la réalité physique mais d'avoir un outil simple, rapide, et suffisamment efficace apte à simuler les effets d'anisotropie élastique. La simulation intégrant le comportement plastique était plus l'objet des travaux de G. Martin. Les résultats de la simulation sont illustrés ci-dessous figure 122 :


S, S22
(Avg: 75%)
+3.621e+03
+3.340e+03
+3.057e+03
+2.774e+03
+2.491e+03
+2.208e+03
+1.925e+03
+1.642e+03
+1.359e+03
+1.077e+03
+7.937e+02
+5.107e+02
+2.278e+02
LE, LE22
(Avg: 75%)
+1.000e-01
+9.167e-02
+8.333e-02
+7.500e-02
+6.667e-02
+5.833e-02
+5.000e-02
+4.167e-02
+3.333e-02
+2.500e-02
+1.667e-02
+8.333e-03
+0.000e+00

a

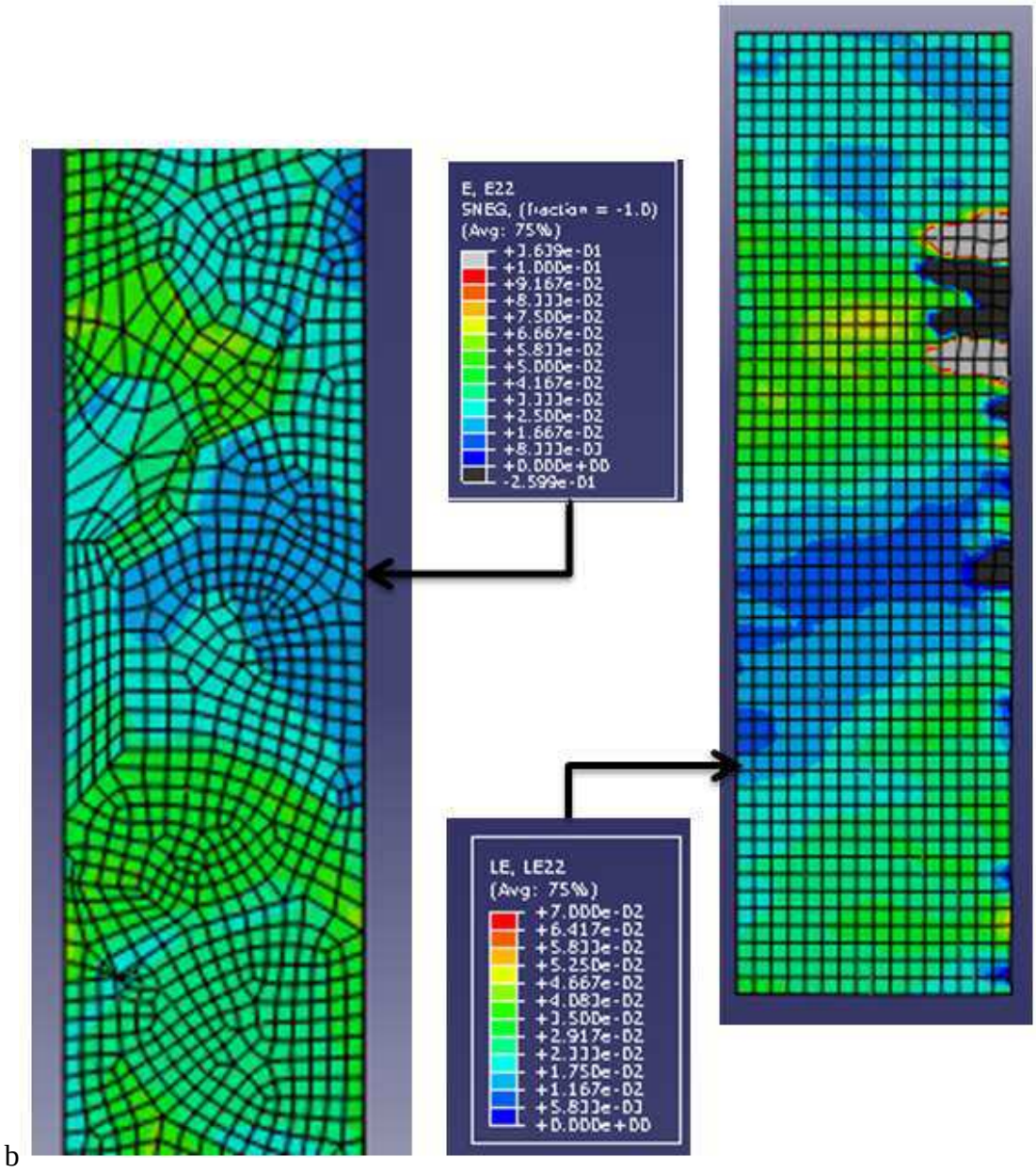


Figure 122 : Modélisation de l'expérience de traction conduite sur le Ti-17 : comparaison des données EBSD, champ de déformation dans l'axe de sollicitation (LE22) et champ de contraintes selon cette même direction (S22) (a) et comparaison du champ de déformation simulé (LE22) (encadré dans la figure a) et obtenu par corrélation d'images de mouchetis (E22) (b) pour σ = 1025 MPa.

La simulation montre, pour le domaine élastique, une forte redistribution des contraintes et de déformation dans l'éprouvette avec une déformation beaucoup plus importante dans les grains orientés <001> et une contrainte plus forte atteinte dans les grains <111> (paramètres de Ledbetter utilisés). Les champs de déformation et les niveaux atteints sont également comparables avec les données issues de la corrélation d'images. Cette simulation permet de valider l'utilisation du modèle pour nos besoins qui concernent principalement un chargement mécanique macroscopique élastique ou quasi-élastique.

Cette approche permet en outre d'aborder l'influence des textures en jouant sur les orientations associées aux grains du même agrégat. Dans une première étape des simulations ont été réalisées sur une boite de grains (figure 121) mais dont tous les grains possèdent la même orientation (<001>, <101> ou <111>), configurations que l'on peut considérer comme correspondant aux cas limites.

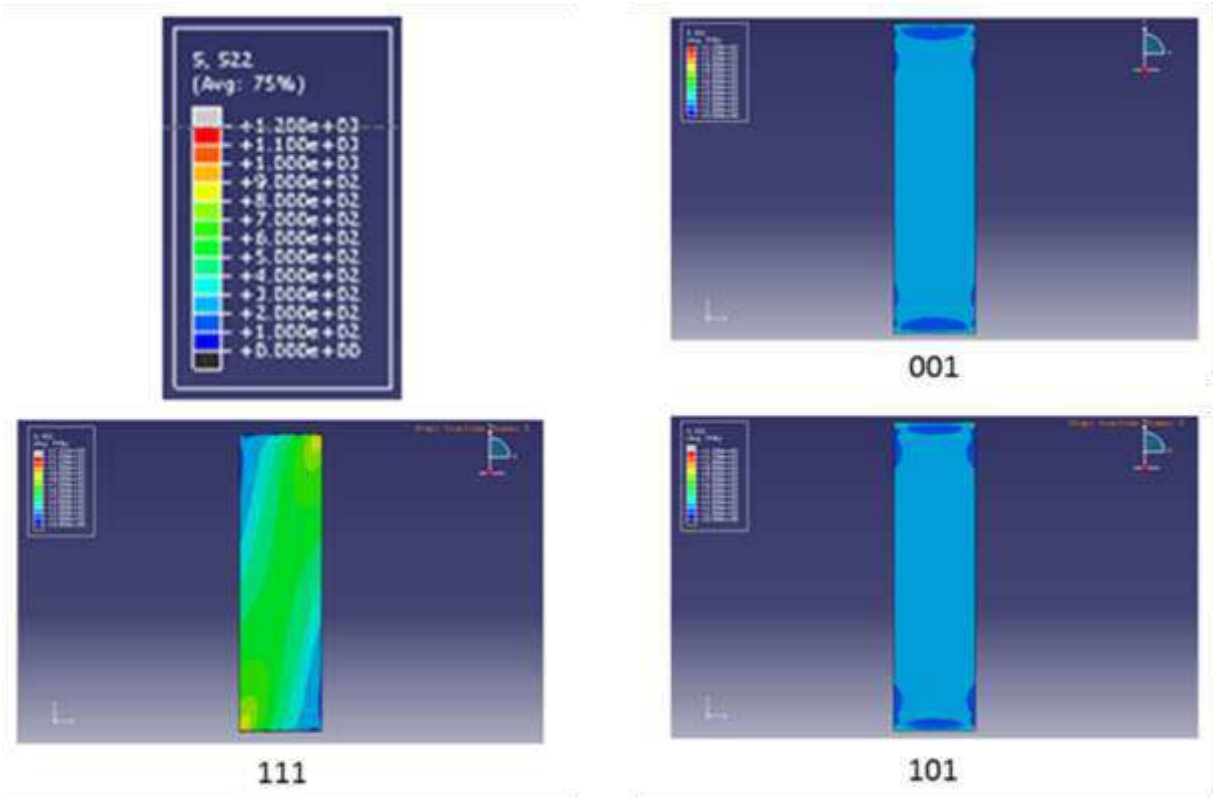


Figure 123 : Champs de contraintes pour une déformation totale de 0,5% dans une boite de grains dans les orientations de tous les grains sont de type <001>, <101> et <111>.

Les résultats, comparés par exemple pour une déformation totale de 0,5% (figure 123), sont assez similaires pour les orientations <001> et <101> alors que pour l'orientation <111> des niveaux de contraintes nettement plus élevés apparaissent. La forme du champ, curieuse sur les bords de l'éprouvette, s'explique par les conditions aux limites qui bloquent le déplacement transverse générant des contraintes de cisaillement dans l'ensemble. Dans la suite logique nous avons repris le modèle « entièrement orienté <001> » en y intégrant une bande de grains orientés <111> au centre et en travers de la boite. Un grain isolé <111> a également été ajouté comme le montre la figure 124 ci-dessous où les résultats de la simulation sont présentés pour une déformation totale de 0,5%.

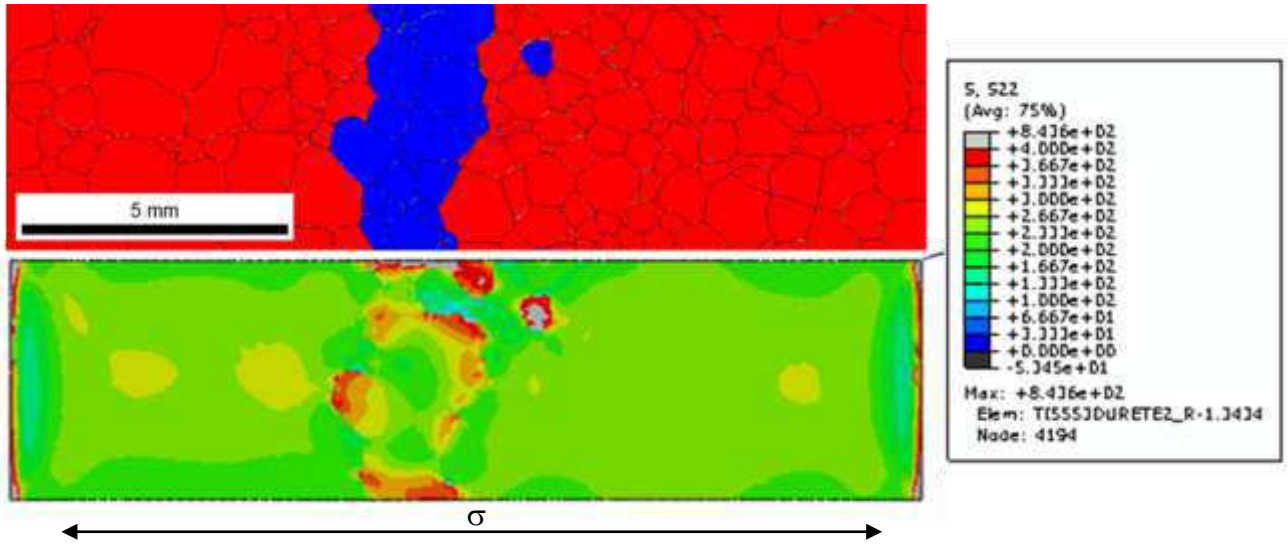


Figure 124 : Modélisation d'une texture de type <001> (grains rouges) et <111> (grains bleus) et cartographie de contraintes associée pour un niveau de déformation totale de 0,5%.

On observe que la présence d'un agrégat « dur » constitué de grains <111> génère des contraintes fortes à la frontière de cette « macrozone » et à l'intérieur des grains <111>. Cette contrainte augmente énormément dans le cas d'un grain isolé. Ce résultat de simulation tend à montrer que la présence de textures génère très localement de fortes contraintes qui peuvent, dans la pratique, être responsables d'hétérogénéités en déformation très importantes. Nous n'avons pas pu pousser nos analyses plus loin par manque de temps mais cet outil numérique pourra à terme permettre de tester différentes configurations de textures afin d'aider à identifier les cas critiques. La modélisation pourra également être très facilement adaptée pour rendre compte du comportement de grains constitués de matrice β-transformée. On pourra également tenter de modéliser à l'aide d'une boite de grains de type nid d'abeille le comportement mécanique issu d'une texture identifiée sur une pièce industrielle lorsque de telles données existeront.

En intégrant les mécanismes de plasticité dans la phase β et en utilisant le maillage généré à partir de l'expérience Ti-17, nous avons pu simuler le comportement de l'éprouvette jusqu'à « rupture » (dépassement du niveau de ductilité maximale constaté sur alliage billette). Pour cela, nous avons intégré seulement douze des systèmes de glissement conformément à l'approche de Ledbetter (permettant l'obtention de résultats satisfaisant) en utilisant les paramètres matériaux du 316L comme première approche. Comme le montre la figure 125 ci-dessous, le grain rouge (orienté <001>) est à l'origine de la rupture dans la simulation, confirmant la criticité d'une grande zone défavorablement orienté (ici un gros grain dans un ensemble d'une vingtaine de grains).

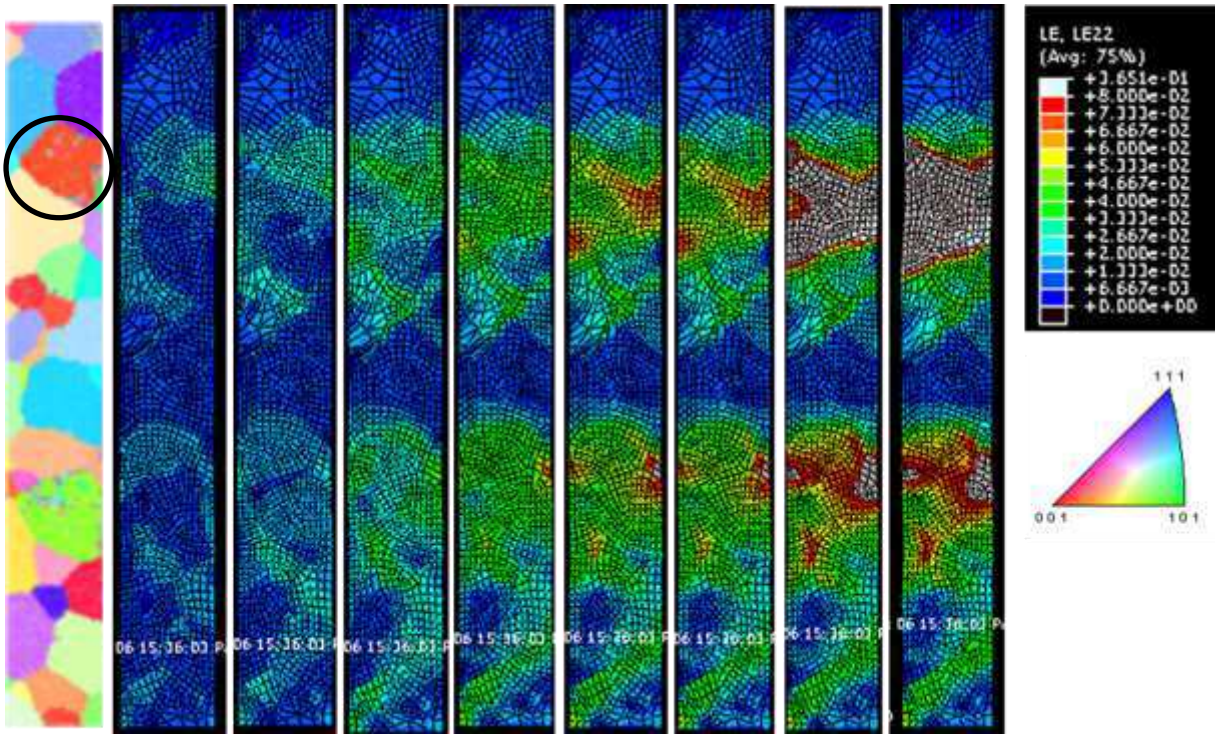


Figure 125 : Modélisation de l'expérience Ti-17 avec une loi de comportement élasto-plastique (L. Signor) et évolution de la déformation dans le sens de traction au cours de la simulation (déformation de 2% imposé).

La déformation se localise, dès le début du domaine plastique, dans les grains <001> ou proche <001>. Par la suite, la déformation s'étend à l'ensemble des grains à l'exception des zones d'orientation proche <111>. La rupture intervient finalement dans le grain <001> indiqué et proche de l'interface. La déformation est également importante dans son entourage proche hormis les grains <111> situés au-dessus de lui.

Cette illustration montre que l'approche numérique uniquement élastique volontairement simple que nous avions utilisée auparavant peut être avantageusement complétée par la prise en compte du comportement plastique du matériau. Dans ce domaine, les travaux numériques développés par G. Martin seront beaucoup plus complets et précis que cette approche (mais également beaucoup plus couteuse en ressources).

Ces contributions, mêmes modestes, permettent de percevoir l'intérêt des démarches de simulation numérique pour tenter de rendre compte de l'influence de la phase β pour les alliages de titane β-métastable et d'ouvrir vers les possibles effets de textures liées aux grains β. La confirmation de l'existence de telles textures sur des pièces industrielles, la compréhension de leur formation et l'influence sur les propriétés mécaniques pourra compléter les pistes soulevées dans le cadre du projet de recherches PROMITI sur les points forts et les points faibles de ces alliages. Il sera par contre plus difficile d'explorer les gains possibles de propriétés mécaniques par l'optimisation de la microstructure fine lamellaire α et/ou nodulaire α tant que les hétérogénéités de comportement à l'échelle des grains β ne seront pas mieux gérées. Un certain parallèle apparait de ce point de vue avec les efforts à

faire pour réduire la dispersion de durée de vie en fatigue dans le TA6V. L'idée est alors d'évoluer vers une meilleure gestion de la taille des grains β et des textures associées qui pourrait être obtenue par des traitements thermomécaniques optimisés notamment durant les premières étapes d'élaboration et de forgeage.

Conclusion

Conclusion

Dans ce manuscrit, j'ai souhaité proposer au lecteur les éléments nécessaires à la compréhension des sujets abordés en cherchant tout d'abord à inscrire mes travaux dans un cadre plus général concernant l'utilisation des alliages de titane. Pour cela, l'analyse bibliographique reprend les principes généraux liés à l'élaboration et la réalisation de pièces industrielles puis se focalise sur les relations microstructures / mécanismes de déformation / propriétés d'usages. Même s'il reste encore beaucoup de choses à comprendre, le bilan qui est fait démontre une bonne maîtrise de ces aspects pour les alliages de titane α ou quasi-α. Cette analyse montre par contre que les connaissances sur les liens microstructures / propriétés sont nettement plus parcellaires pour les alliages β-métastable qu'ils soient assez récents comme le Ti-5553 ou plus ancien comme le Ti-10-2-3. L'intérêt actuel pour l'utilisation à large échelle de ces alliages dans certaines applications industrielles aéronautiques a conduit à de multiples études ces dernières années avec en particulier celles développées dans le programme PROMITI supporté par la Fondation Nationale de Recherche pour l'Aéronautique et l'Espace (FNRAE).

Ma contribution dans ce cadre concerne plus particulièrement les premiers stades de la déformation et/ou de l'endommagement qui constituent des points critiques pour l'usage de ces matériaux au sein de composants aéronautiques tels que les tiges principales de trains d'atterrissage. Il est en effet crucial de bien maîtriser ces aspects pour préciser le domaine d'amplitude de sollicitation acceptable pour ces matériaux à faible écrouissage et haute limite d'élasticité sans prendre le risque d'amorcer des fissures de fatigue notamment. Des essais mécaniques de type traction, fatigue, fissuration, ont été réalisés sur de multiples microstructures métallurgiques des alliages Ti-5553, Ti17 et Ti10-2-3 qu'elles soient industrielles ou conçues de manière plus académique. La microstructure bimodale du Ti-5553 (matrice β transformée à précipitation α lamellaire fine avec présence de nodules α) utilisée industriellement par Messier Bugatti Dowty a été centrale dans ce travail. L'étude comparée du comportement et de la résistance en traction et fatigue de l'ensemble de ces microstructures a d'ailleurs permis de confirmer l'excellent compromis que cette solution permet. Elle combine un haut niveau de caractéristiques mécaniques à peine plus faible que pour des solutions entièrement lamellaires, une excellente résistance à l'amorçage de fissures en fatigue ainsi que des vitesses de propagation en fissure longue du même ordre que celles obtenues pour les versions lamellaires. Les essais réalisés notamment *in situ* sous MEB, les observations et les différentes analyses ont permis de souligner le rôle essentiel des nodules de phase α primaire sur ces aspects. Il apparait en particulier que les premiers stades de plasticité correspondent au développement de bandes de glissement au sein de ces nodules. En

fatigue, cette plasticité confinée finit par produire des micro-fissures au sein des nodules ou aux interfaces avec la matrice transformée. Leur propagation à la matrice entourant les nodules ne se réalise que tardivement ce qui explique le retard à la formation de longues fissures et les durées de vie en fatigue plutôt intéressantes par rapport à des microstructures entièrement lamellaires par exemple. Tous les nodules ne conduisent pas à ces processus de déformation plastique et d'endommagement. De ce point de vue, il a clairement été montré que l'orientation cristallographique locale joue un rôle essentiel. Les systèmes de glissement qui se développent font intervenir le plan de base ou les plans prismatiques et pyramidaux, les conditions favorisant cette activité correspondant relativement bien à de forts niveaux de facteur de Schmid. Un fait marquant obtenu durant ce travail concerne la très grande hétérogénéité de comportement mécanique de grain β à grain β. Les observations et mesures montrent en effet que des grains sont fortement déformés plastiquement alors même que d'autres sont encore sollicités dans leur domaine élastique. Cette hétérogénéité est particulièrement marquée dans la mesure où les grains β considérés sont le plus souvent millimétriques. Son origine est clairement directement associée à la très forte anisotropie de propriétés élastiques de la maille β cubique centrée. Ces aspects ont été validés par des mesures EBSD, des mesures de champs mécaniques 2D (corrélation d'images de mouchetis) et 3D (microscopie optique interférométrique) développées à l'échelle des grains ainsi que par des simulations en élasticité et plasticité cristalline appliquées à des calculs d'agrégats.

L'ensemble de ces analyses conduit donc au double constat qu'une très forte hétérogénéité de déformation élastique se met en place à l'échelle des grains β du fait de l'anisotropie élastique de la phase cubique centrée et que les premiers stades de plasticité correspondent à la formation de bandes de glissement au sein des nodules de phase α primaire. C'est naturellement dans les grains β favorablement orientés pour atteindre des déformations élastiques élevées que les premières bandes de glissement se forment dans les nodules, accentuant ainsi l'hétérogénéité de distribution spatiale de la déformation plastique. À ces effets il faut ajouter les premiers stades de plasticité intrinsèques à la matrice cubique centrée qui sont cependant beaucoup plus difficiles à caractériser et quantifier.

Les relations de Burgers qui lient les deux phases α et β sur le plan cristallographique rendent les choses encore plus complexes. Nous avons en particulier montré que la nature des glissements actifs dans les nodules (basal, prismatique, pyramidal) n'est pas équiprobable dans les grains β qui se déforment le plus (<001> en traction et <101> en fatigue). Les analyses et calculs réalisés qui considèrent toutes les solutions possibles de variants α pour une orientation β donnée expliquent la prédominance de l'activité basale. Si ces résultats établis à partir d'un grand nombre de cas permettent effectivement de rendre compte des processus de déformation plastique dans les deux phases, les configurations cristallographiques qui conduisent à l'amorçage de fissures de fatigue sont moins établies. Seules des tendances ont été proposées qui mériteraient des analyses en plus grand nombre,

les conditions d'apparition des fissures aux interfaces nodules / matrice restant en particulier à préciser.

Les perspectives de ce travail sont multiples.

Aux fines échelles, il conviendrait notamment de mieux comprendre les processus de transmission des bandes de glissement des nodules à la matrice β transformée au travers des zones de fortes densités de dislocations préexistantes en périphérie des nodules et/ou de la zone de déplétion les entourant. De ce point de vue, l'outil MET me semble indispensable. C'est d'ailleurs également le cas pour tenter de mieux comprendre les mécanismes de déformation de la phase β elle-même.

Le degré d'hétérogénéité de comportement à l'échelle des grains β est tel qu'une des perspectives naturelle de ce travail est d'étudier les effets de textures macroscopiques qui ne manqueront pas d'exister dans les composants de structure compte tenu des procédures de mise en forme.

Sur ces deux aspects, à l'échelle des nodules comme des textures de grains β, des possibilités de modifications des gammes de traitements thermomécaniques pourraient ouvrir des voies d'optimisation de cette classe de matériaux.

Un autre type de perspective concerne la mise en place d'outils de modélisation / simulation qui rendent compte de ces différents aspects. Les difficultés sont nombreuses puisqu'il s'agit de considérer des phases imbriquées morphologiquement, des effets d'échelles (taille nodule / taille de grains), les relations de Burgers liant strictement les deux phases, l'anisotropie au moins des caractéristiques élastiques de chacune des phases, des processus de déformation plastique très différents d'une phase à l'autre, … Autant de domaines pour lesquels le cadre de modélisation n'est pas en place aujourd'hui d'une part et pour lesquels les données expérimentales ne sont pas toujours faciles d'accès d'autre part !

Annexes

Annexes

1.Présentation des moyens expérimentaux spécifiques à l'étude

a.Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Dans le cadre de ces travaux nécessitant la caractérisation des microstructures métallurgiques à différentes échelles mais en particulier à de fines échelles, l'utilisation de la microscopie électronique s'est imposée. Le «pouvoir de résolution» d'un microscope optique est en effet limité par la longueur d'onde de la lumière visible et la qualité des lentilles, des ensembles de lentilles et de la conception des microscopes a beau avoir encore progressé ces dernières années, la résolution spatiale est intrinsèquement limitée à environ 0,1 µm dans le meilleur des cas. Pour observer des détails plus fins, il faut diminuer la longueur d'onde du faisceau éclairant la cible ce qui conduit en particulier à l'usage d'un faisceau d'électrons au sein d'un MEB. Au-delà d'une très bonne résolution spatiale de l'ordre du nanomètre, ce type de microscope permet d'accéder aisément à une très large gamme de grandissement de x10 à x100000 voire plus, tout en ayant une profondeur de champs très importante en comparaison de la microscopie optique.

Dans ce travail, les observations microstructurales, que les échantillons soient ou non déformés / fissurés / rompus, ont été réalisées sur un MEB conventionnel JEOL 6400, les analyses EBSD et les essais *In-Situ* ont été réalisés sur un MEB JEOL 6100 et les observations plus fines et cartographies détaillées ont été réalisées sur un MEB FEG (canon à émission de champ) JEOL 7000F. Ces techniques étant aujourd'hui conventionnelles, nous ne les développerons pas ici. Nous expliciterons juste l'influence de certains des paramètres de réglages jouant un rôle primordial dans nos observations.

- **La distance de travail** : Les différentes lentilles constituant la colonne du microscope permettent la mise au point du faisceau d'électron à différentes distances de la lentille objectif. Ce paramètre, appelé WD (Working Distance), influe directement sur la résolution de l'image. Une augmentation de WD augmente la taille de sonde du faisceau et diminue la résolution spatiale. La profondeur de champ est par contre améliorée, l'angle d'ouverture du faisceau diminuant. A contrario, une faible distance de travail permet d'obtenir une excellente résolution avec une profondeur de champs légèrement amoindrie. Selon le type d'échantillon et d'images recherchées, la valeur de WD sera ajustée généralement entre 5 et 15 mm. Dans le cas du développement des essais mécaniques *in situ*, pour des raisons d'encombrement de la machine employée, la valeur de WD est de 15mm. Une distance élevée est également parfois obligatoire dans le cas de faciès de

rupture encombrants. On notera également ici que le fonctionnement du microscope impose dans certains cas une valeur de WD = 15 mm. C'est en effet la distance de travail pour laquelle les parties de l'objet observé, horizontales sur le porte objet, apparaissent comme telle sur l'écran. Ce choix facilite l'exploitation des essais *In-Situ* en alignant l'axe de sollicitation sur l'horizontale des images, ou bien encore l'analyse des données EBSD (voir plus loin).

Taille de sonde et poire d'interactions : Sous le faisceau, les interactions entre les électrons incidents de forte énergie et la matière conduisent à l'émission de différents rayonnements (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, rayons X,…) provenant d'un volume appelé « poire d'interactions » (figure A1). La résolution spatiale des images dépend très largement du volume de cette poire d'interactions qui est très dépendante elle-même de la tension d'accélération. Plus l'énergie des électrons incidents est élevée, plus la profondeur de la poire est importante. La résolution dépend aussi de la nature du rayonnement choisi pour construire ces images. Plus précisément, selon le type d'électrons choisis, la zone de réémission est plus ou moins large affectant ainsi directement la résolution des images. De même, suivant le signal considéré, la nature des images est différente : les images en électrons secondaires reproduisent la topographie de surface à fine échelle tandis que les images en électrons rétrodiffusés provenant de couches plus profondes sont susceptibles de faire apparaître des contrastes de composition chimique voire d'orientation cristalline. Pour de l'imagerie « fine », on privilégiera l'utilisation des électrons secondaires avec un courant de sonde faible alors que pour l'EBSD l'utilisation des rétrodiffusés et une condition nécessaire.

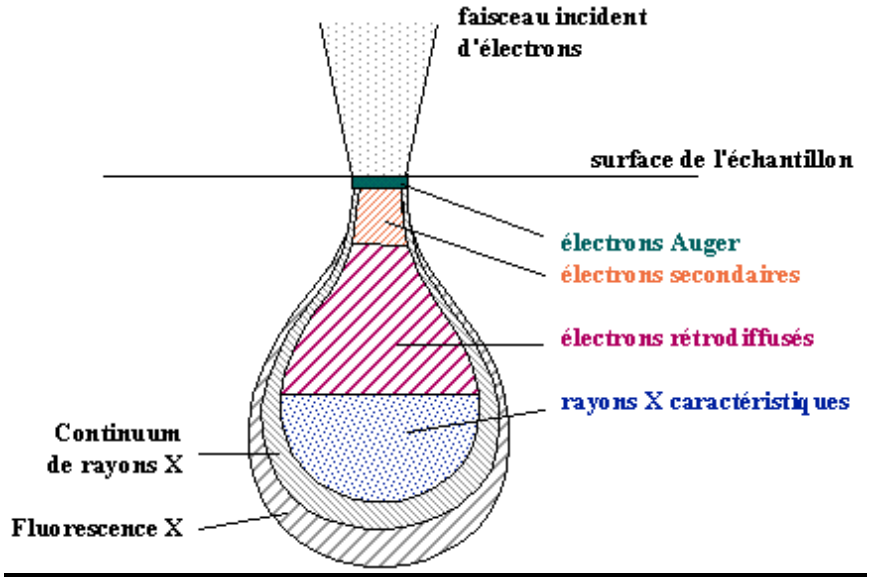


Figure A 1 : Schéma de la « poire d'interactions ».

Une autre façon de jouer sur la résolution spatiale consiste à diminuer la taille de la sonde en modifiant les courants au niveau des lentilles condenseur. Plus les courants dans les lentilles condenseur sont élevés, plus la sonde est de petite taille ce qui améliore la résolution des images. Dans le même temps cette sonde porte un courant électronique faible ce qui n'est pas favorable au rapport signal/bruit. Ces différents points conduisent à la notion de compromis entre résolution et bruit de fond qu'il faut ajuster en fonction notamment du grandissement.

Résolution d'image et temps d'acquisition : deux autres paramètres également ajustables par l'utilisateur sont la résolution spatiale au sens de la taille de sonde que l'on ajuste via le réglage des lentilles condenseurs et le temps d'acquisition. Plus la sonde est de petite taille (forts courants condenseurs / faible courant de sonde) plus les détails apparaissent sur le cliché. Il faut cependant garder à l'esprit que plus le courant de sonde est faible, moins la quantité d'informations collectée est élevée conduisant à un rapport signal/bruit défavorable. Le temps d'acquisition fixe quant à lui le temps de collecte d'informations pour un seul et même point de l'image. C'est notamment par l'augmentation de ce temps que le rapport signal/bruit est amélioré. Gardons à l'esprit qu'augmenter ce temps d'acquisition est non seulement chronophage mais rend aussi les observations sensibles aux perturbations extérieures, aux vibrations et autres instabilités de faisceau.

b.La technique EBSD

Utilisant les propriétés ondulatoires des électrons et leur capacité à faire diffracter un réseau cristallin, la technique EBSD associée au MEB est un outil relativement récent parfaitement adapté à la détermination d'une orientation cristalline locale. Le principe repose sur la diffraction des électrons rétrodiffusés et la création d'un diagramme de Kikuchi capté grâce à un écran de phosphore associé à un capteur CCD. Le principe suivant consiste à indexer ces diagrammes de diffraction. Il faut pour cela se placer dans des conditions géométriques spécifiques (notamment une inclinaison très importante de 70° favorisant la diffraction, mais aussi tension d'accélération, distance de travail, …) pour lesquelles le système est calibré et introduire dans le logiciel des informations élémentaires relatives au(x) matériau(x) étudié(s) comme le groupe de symétrie des phases et les paramètres de maille associés. La figure A2 illustre ce principe.

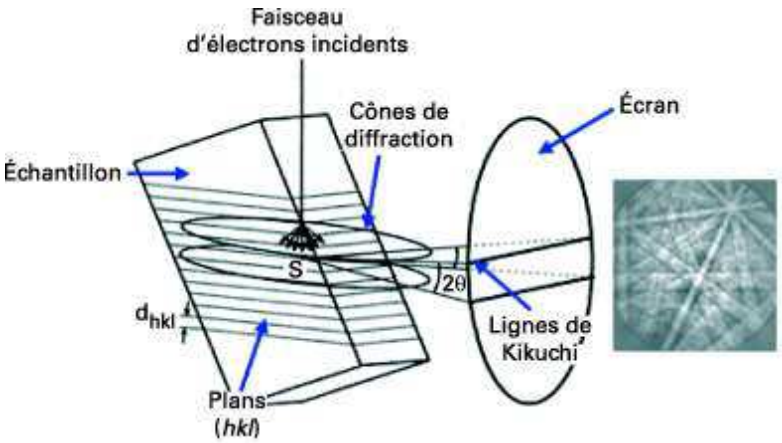


Figure A 2 : Principe de diffraction des électrons rétrodiffusés et formation des bandes de Kikuchi sur l'écran de phosphore du système EBSD.

Le processus d'indexation consiste tout d'abord à acquérir les diagrammes de Kikuchi. Grâce à l'automatisation survenue ces dernières années et au perfectionnement des moyens informatiques, le traitement de ces images est devenu particulièrement efficace. Il passe par une transformation mathématique de l'image en un diagramme de Hough où chaque point correspond à l'intersection des lignes de Kikuchi et donc à un pôle cristallographique particulier (figure A3). Il est alors plus aisé de procéder au repérage des pôles les plus intenses et donc à l'indexation du cliché. A chaque point de la surface, cette analyse permet d'identifier la phase en présence et son orientation cristallographique codée via trois angles d'Euler. Différents paramètres tels que IQ et IC sont également calculés pour qualifier la « qualité » de diffraction (IQ) relative aux défauts en présence (dislocations, écrouissage résiduel, …) ainsi que le degré de fiabilité de l'indexation (IC). L'ensemble de ces opérations prend une fraction de seconde selon la qualité de préparation des échantillons et les performances du système utilisé.

Ce mode de fonctionnement étant parfaitement réglé et stabilisé, il devient possible de programmer le balayage d'une certaine surface par le faisceau d'électrons pour construire des cartographies. Dans les cas étudiés correspondant à des zones très étendues, il est possible d'associer à ce fonctionnement un pilotage en déplacement de la platine porte-objets du microscope pour ensuite associer des cartographies.

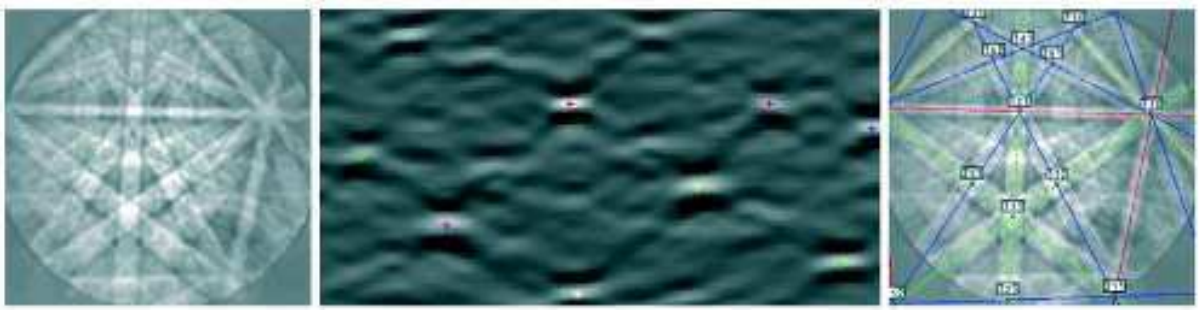


Figure A 3 : Transformation d'image par l'opérateur de Hough et indexation des bandes correspondantes.

Sur le plan expérimental, ces analyses se déroulent au sein de la chambre d'un MEB. Les échantillons doivent être placés inclinés avec un angle de « tilt » de 70°. Cela influence directement la résolution spatiale, la sonde interceptant la surface étant une ellipse d'une part et la zone carrée de l'échantillon apparaissant sur l'écran correspondant effectivement à un rectangle d'autre part. Une correction de l'astigmatisme peut alors améliorer la qualité d'image de même que l'usage des fonctions « dynamic focus ».

c.Microscopie optique interférométrique

Le microscope optique interférométrique dont l'accès a été possible grâce à la participation de N. Brunetière de l'institut P' est tout d'abord un microscope confocal. C'est donc un microscope permettant la réalisation d'un ensemble de clichés de très faible profondeur de champs (de l'ordre de la centaine de nanomètres). Ces clichés sont ensuite traités par des logiciels informatiques afin de les assembler et de construire une représentation en 3D de l'objet étudié. L'utilisateur voit donc une image reconstruite par l'ordinateur.

En effet, pour qu'une image soit nette, il faut que l'ensemble de la scène soit dans la profondeur de champs de l'objectif. Plus le grandissement est important, plus la profondeur de champ est réduite aboutissant rapidement à un cliché en grande partie flou lors d'observations de surfaces à faible relief.

Pour régler cette difficulté, on multiplie les clichés à différentes distances de l'objectif par un mouvement vertical d'un ensemble optique (mouvement asservi par un actionneur piézo-électrique) tout en traitant l'image pour ne conserver que les points nets. On obtient alors une coupe optique de l'objet dont on connait la position spatiale. En assemblant ces coupes, on peut alors reconstruire le profil de l'objet.

La résolution en hauteur d'un tel équipement est de l'ordre de quelques nanomètres, la résolution dans le plan étant de l'ordre du micromètre. La figure A4 donne un exemple de profil obtenu sur une pièce de 1 euro.

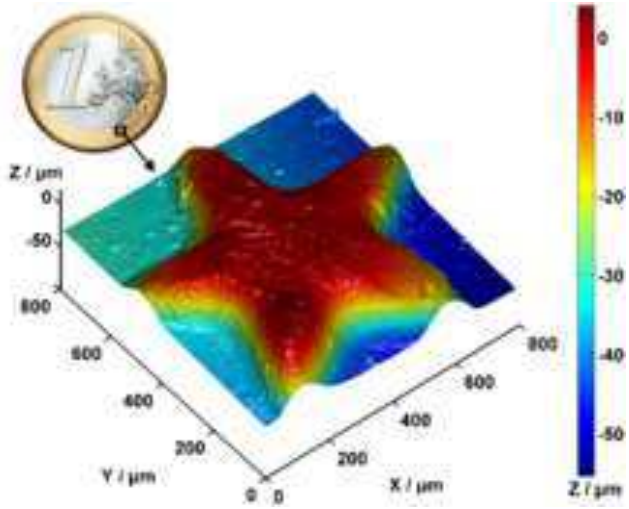


Figure A 4 : Exemple d'analyse par microscopie confocale.

2.Figure de pôles inverse et résultats de l'analyse théorique de l'anisotropie de la phase β.

a.Principe de construction d'une figure de pôles

La construction d'une figure de pôle repose sur la projection stéréographique. Cette méthode permet de représenter une demi-sphère privée d'un point sur un plan. Le point utilisé pour la projection est appelé pôle. La projection d'un point Z à partir du pôle S aboutit à la construction du point Z' situé sur la droite SZ et sur le plan de projection (figure A5).

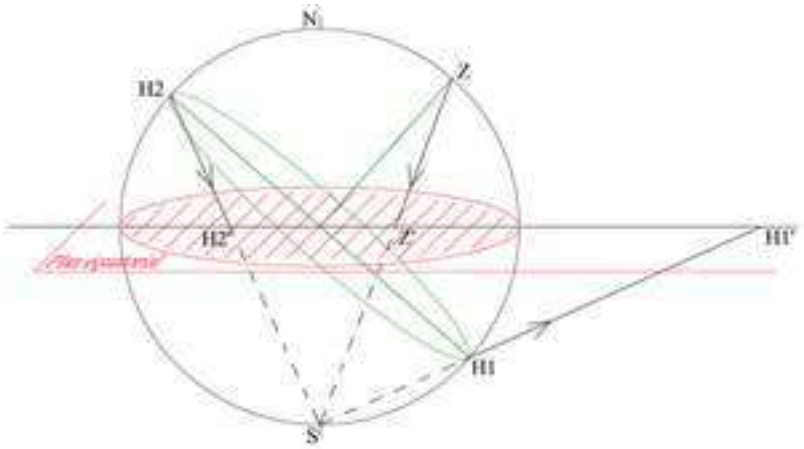


Figure A 5 : Principe de projection stéréographique.

On peut alors représenter assez facilement les directions cristallographiques grâce à cette méthode. Le plus souvent l'usage consiste à ne présenter que les figures de pôles inverses réduites aux triangles « standards » en exploitant les symétries possibles liées aux phases considérées. De même chaque point de la figure (i.e. chaque direction) est associé à un code couleur. Ce dernier peut traduire une information comme un niveau de propriété élastique, ou un facteur de Schmid. Cela permet d'établir des représentations graphiques de l'espace cristallographique complet.

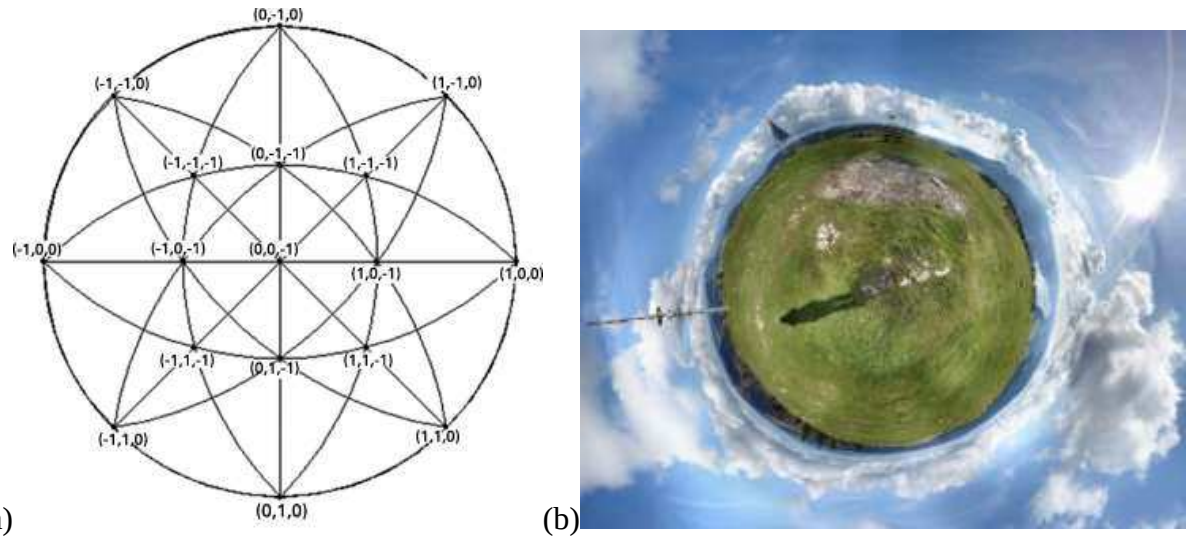
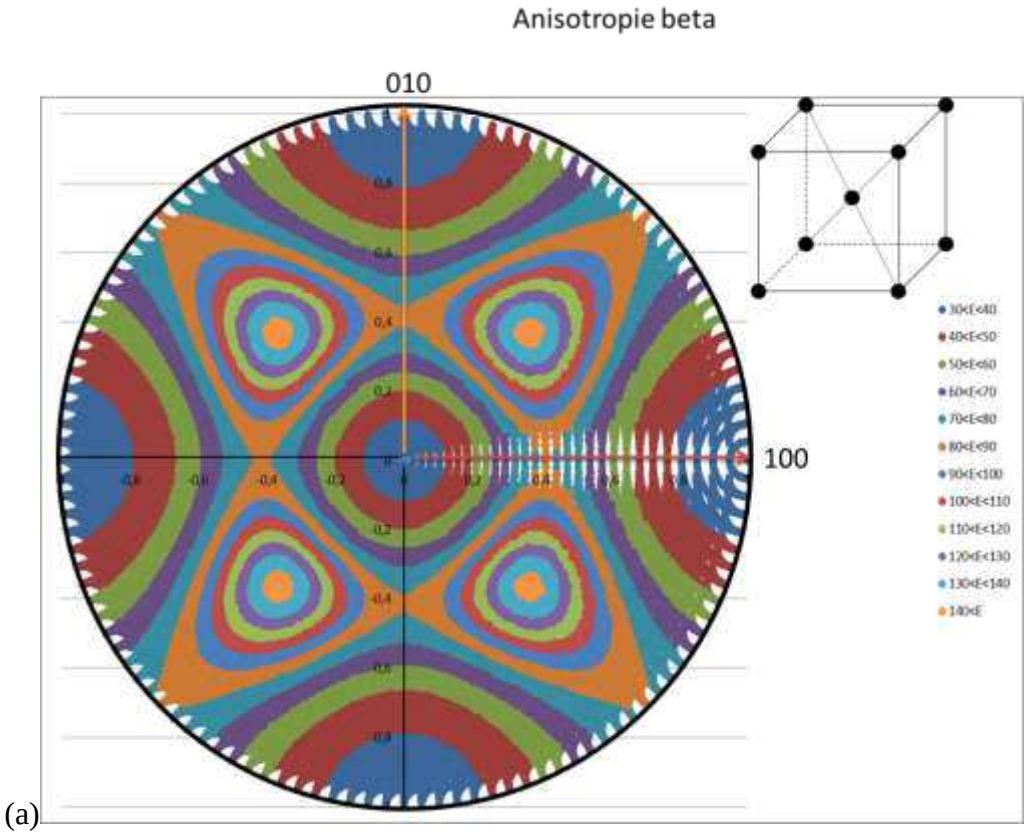
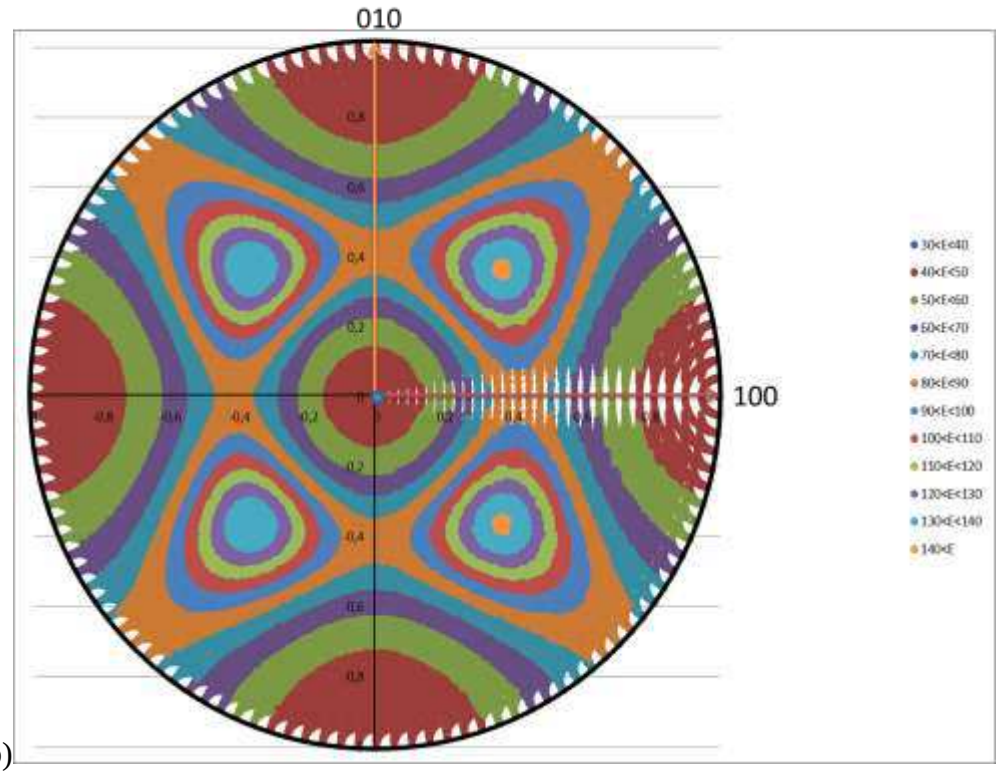


Figure A 6 : Projections stéréographiques : (a) pôles <001> d'un maille cristalline cubique alignée sur les axes principaux ; (b) Images modifiée pour illustrer le principe de projection stéréographique, la référence étant le personnage debout au centre de la photo [google].

b.Ensemble des figures de pôles inverses (IPF) sur l'anisotropie de la phase β (en complément du chapitre 5).

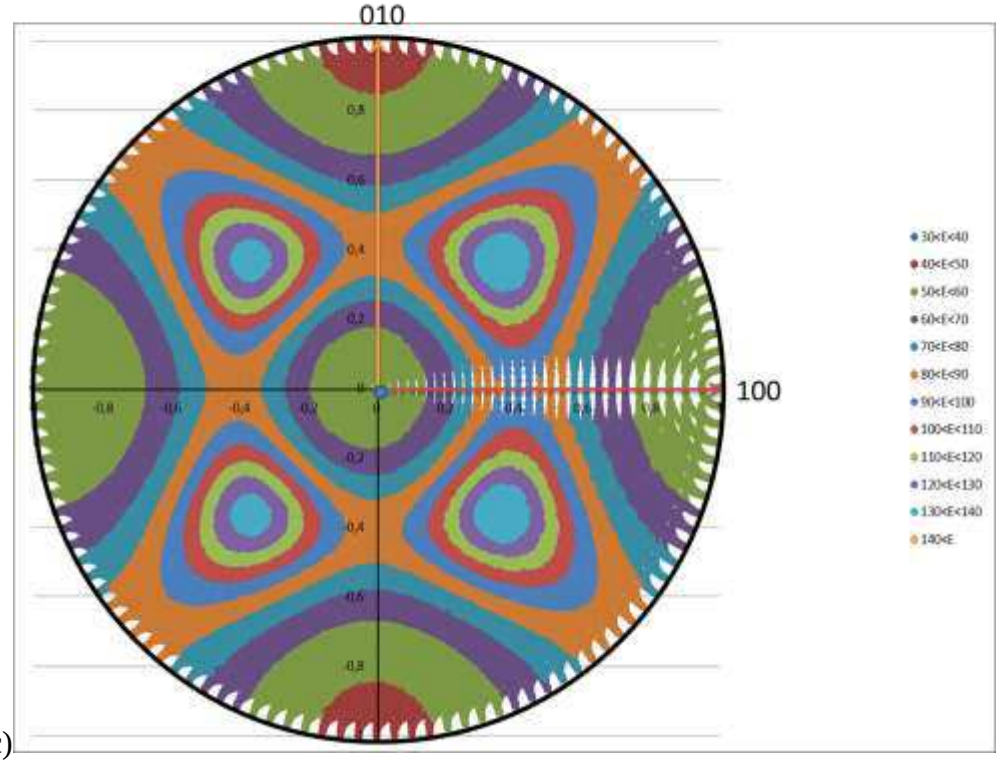


Anisotropie alpha 1&2 + beta 10/90



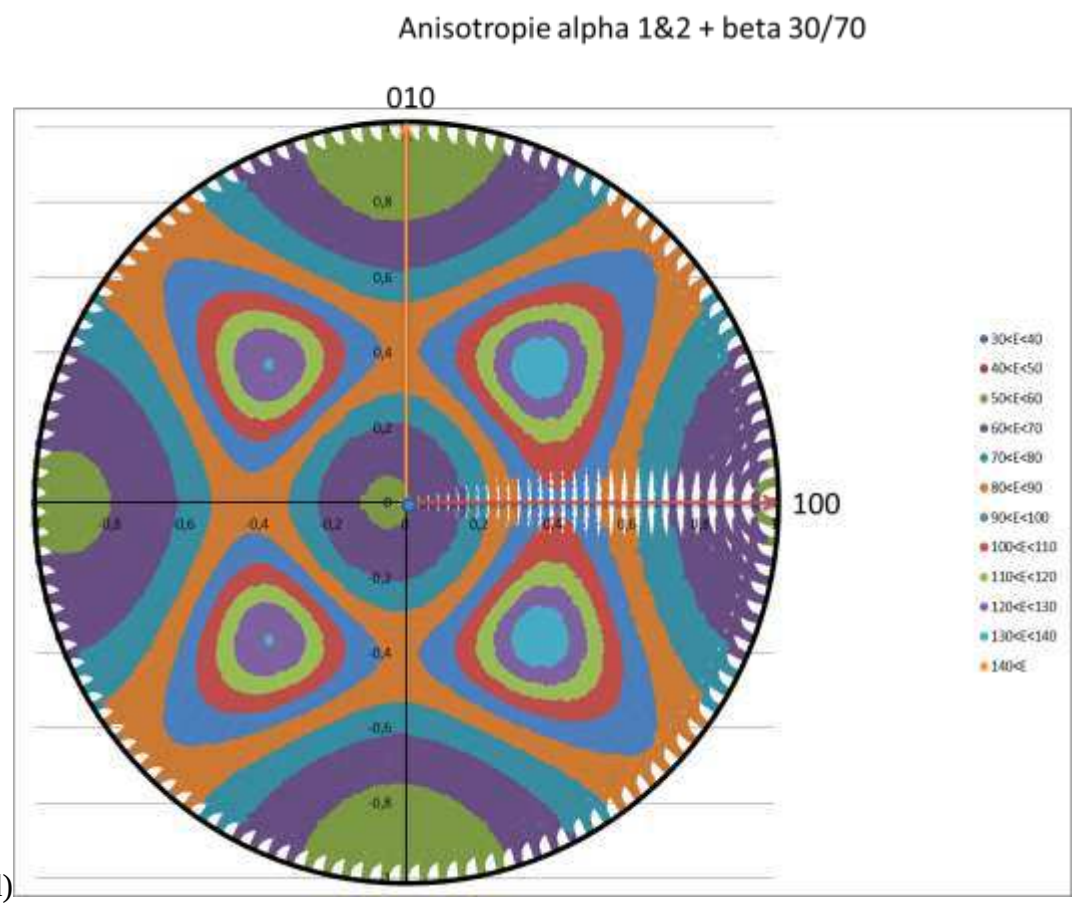
(b)

Anisotropie alpha 1&2 + beta 20/80

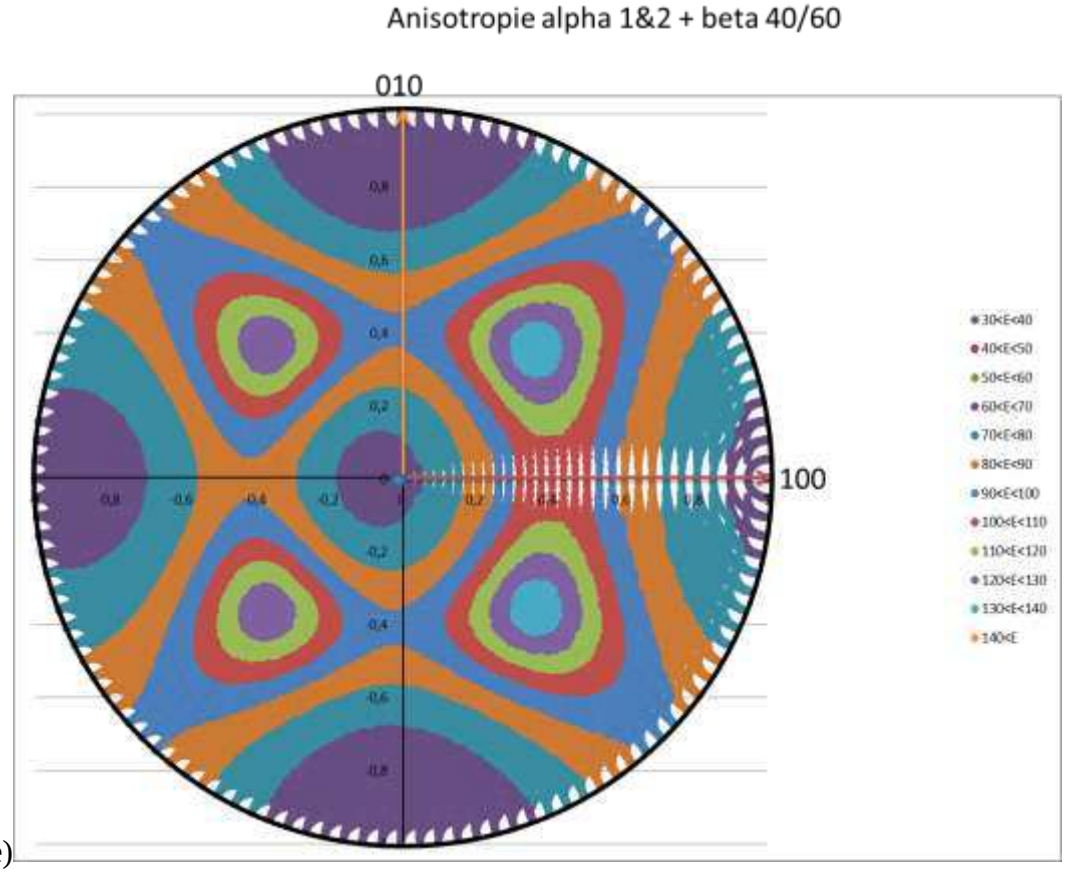


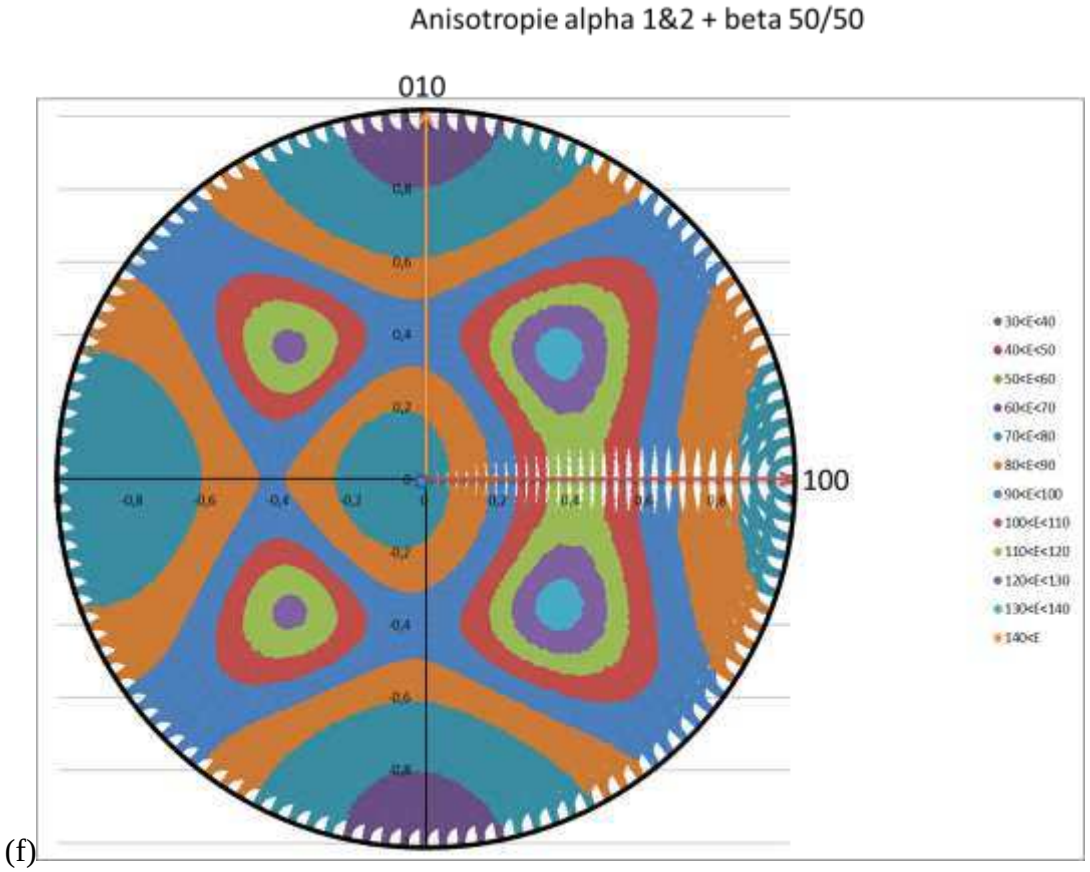
(c)

(d)

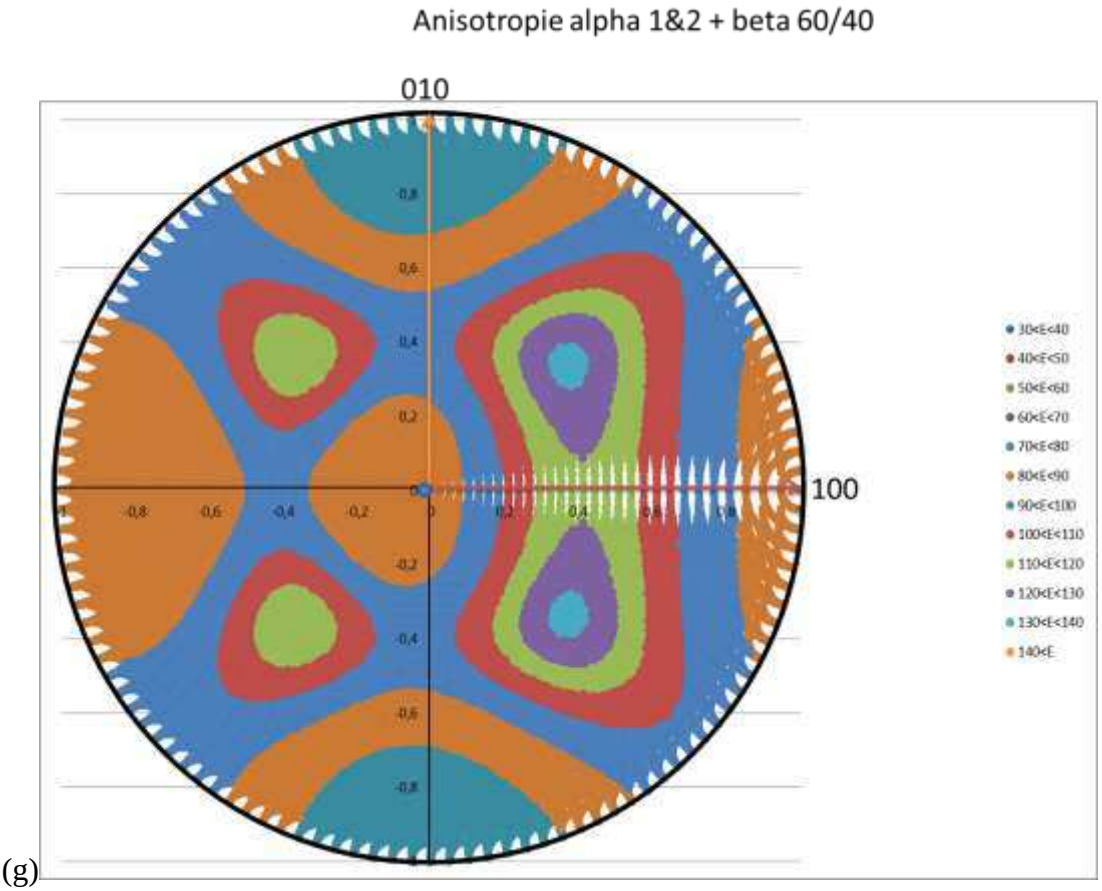

Anisotropie alpha 1&2 + beta 30/70
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E

(e)

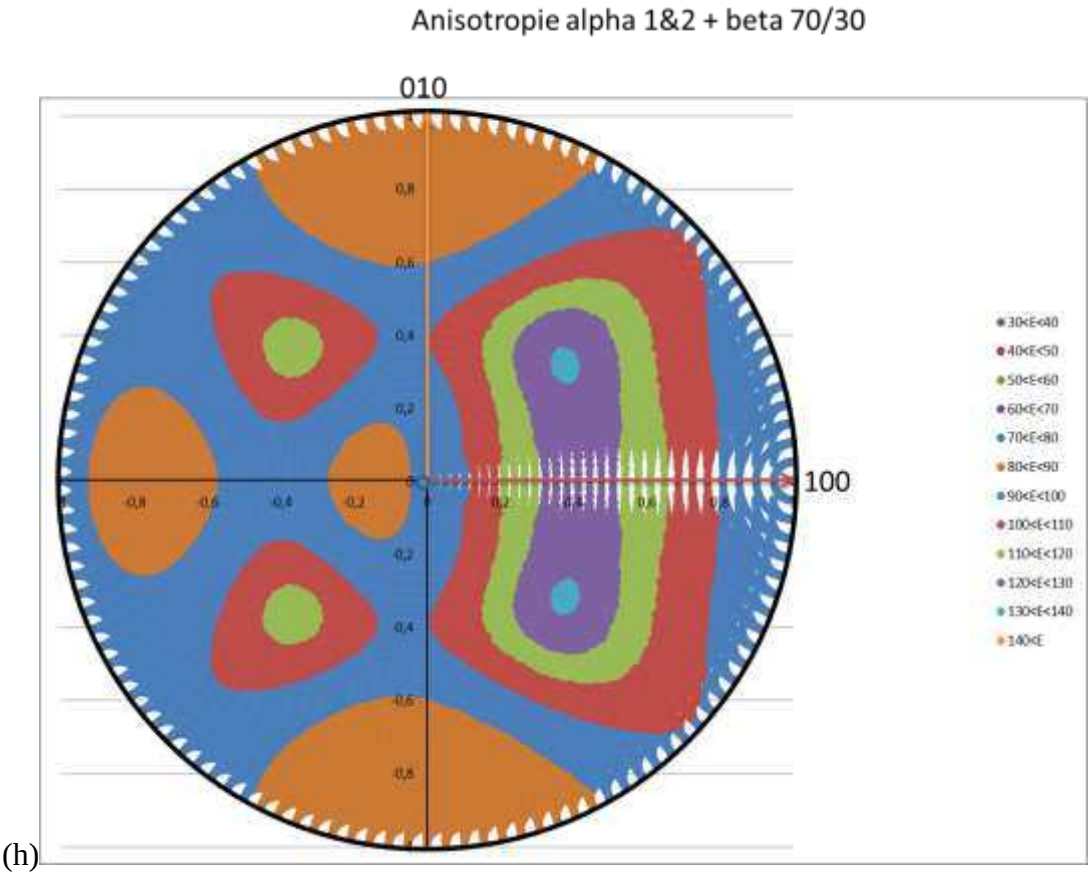

Anisotropie alpha 1&2 + beta 40/60
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E


Anisotropie alpha 1&2 + beta 50/50
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E

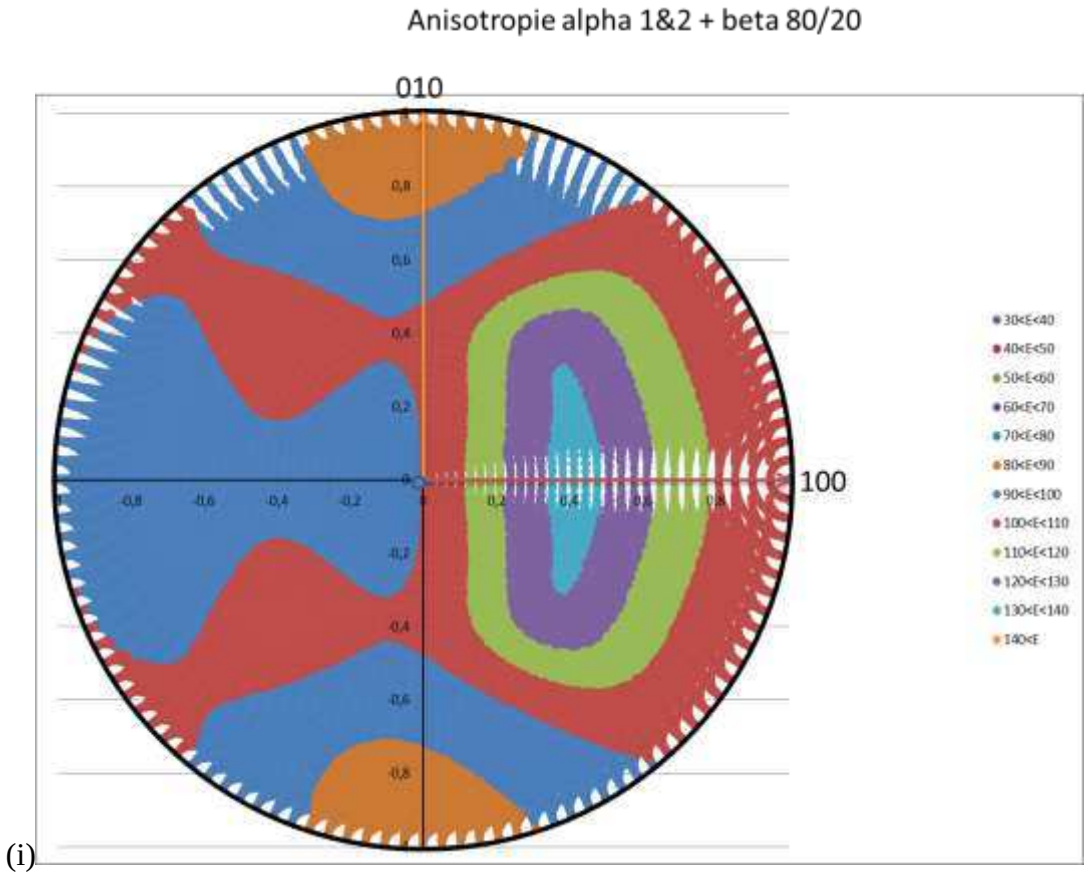
(f)


Anisotropie alpha 1&2 + beta 60/40
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E

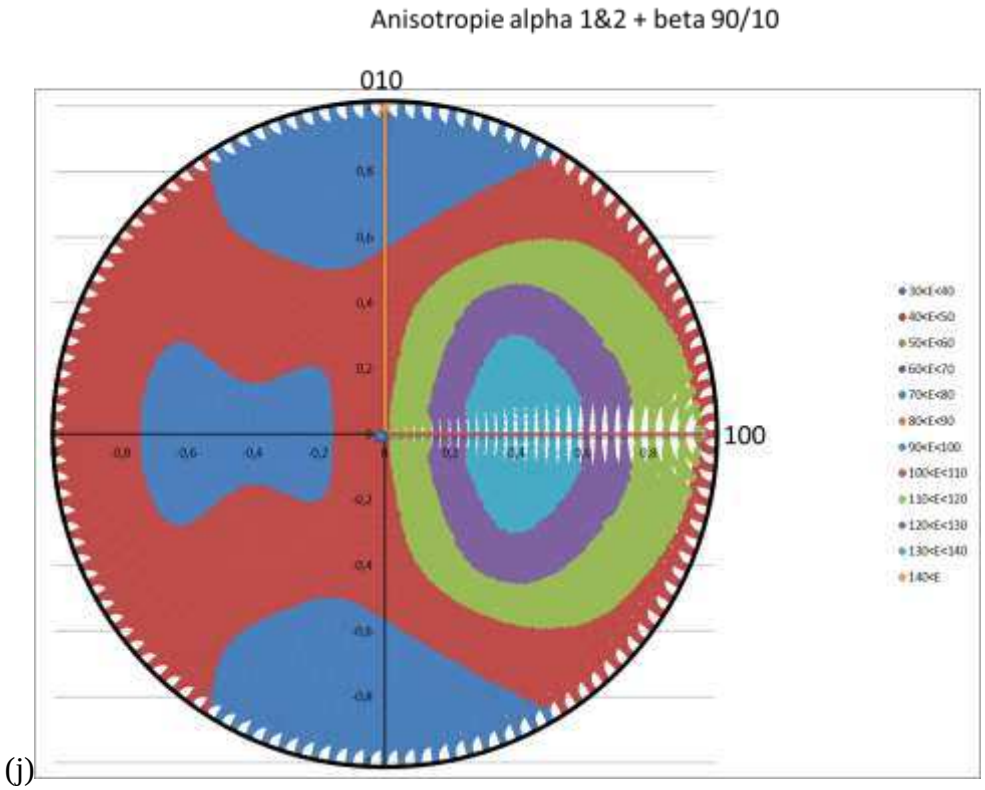
(g)


Anisotropie alpha 1&2 + beta 70/30
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E

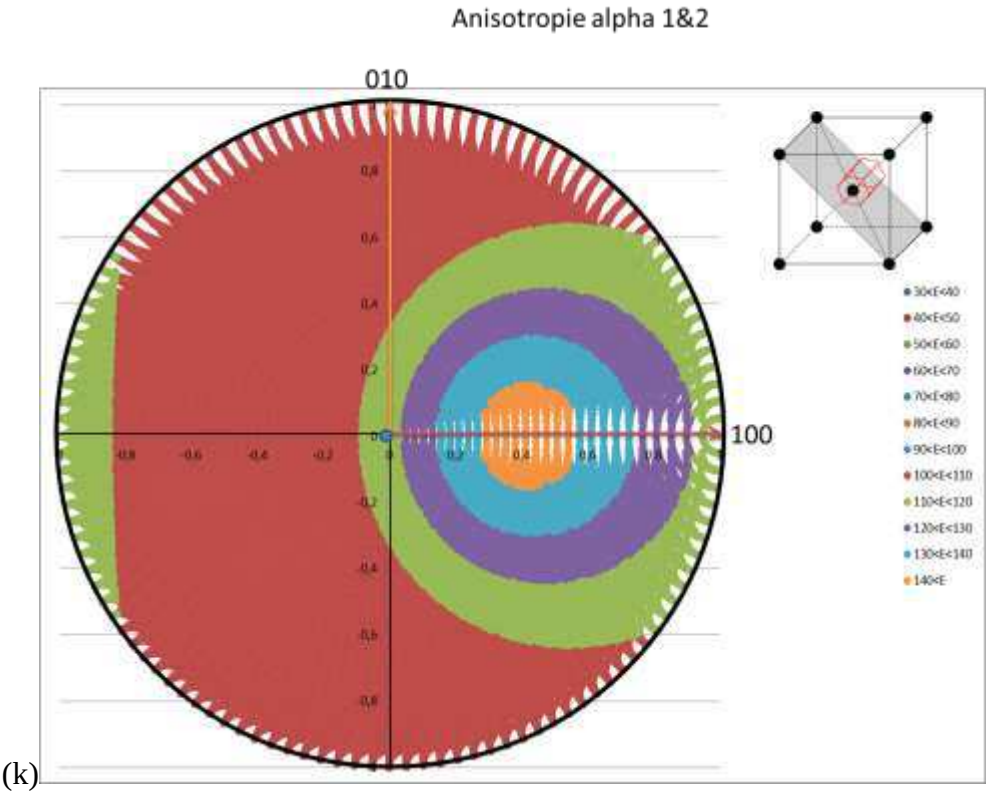
(h)


Anisotropie alpha 1&2 + beta 80/20
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E

(i)



(j)

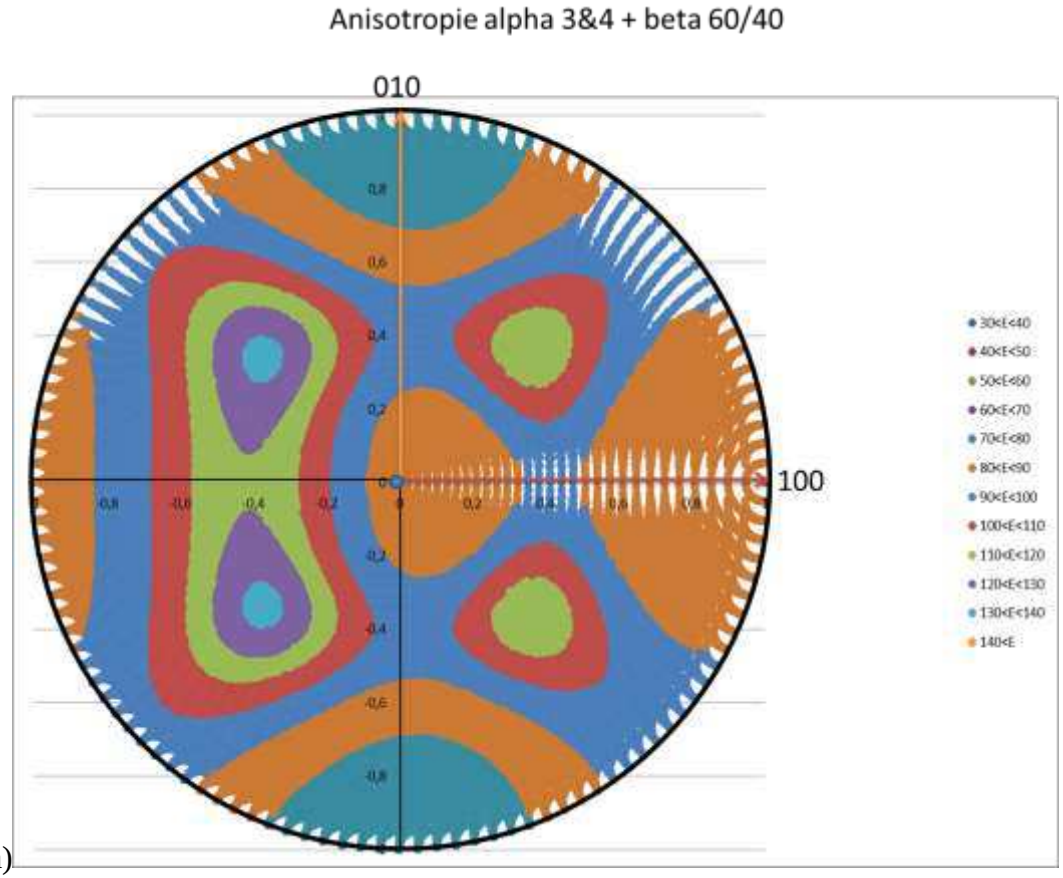


(k)

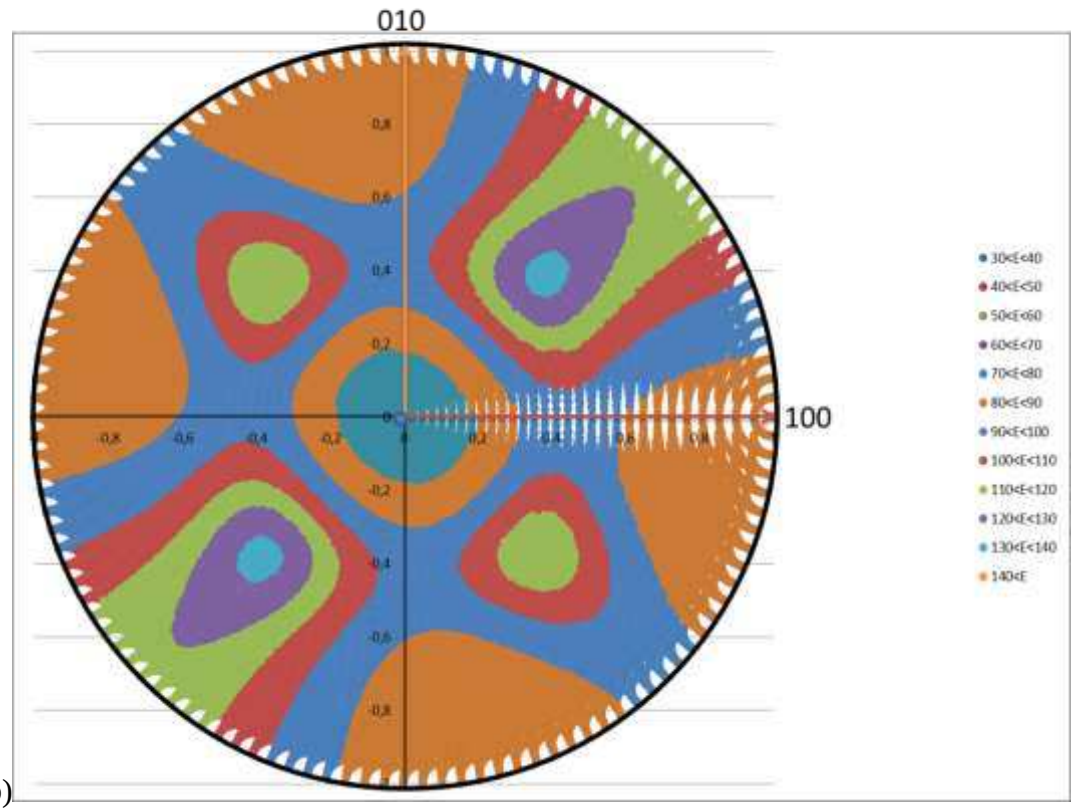
Figure A 7 : Ensemble des figures de pôles inverses sur l'anisotropie du titane (α+β) pour différentes compositions de phases : du cas de la phase β seule (a) au cas de la phase a seule (k) en passant par différentes proportions des deux phases. A noter que sur ces figures, seuls les variants 1 et 2 de la phase α sont considérés (axe <c> dans la direction [101] β).

Ces différentes IPF (représentées dans le repère cristallographique de la maille β) présentent l'évolution des propriétés mécaniques élastiques (utilisation des paramètres matériaux de Ledbetter) entre un matériau 100% β et un matériau 100% α avec entre ces deux états une estimation des propriétés mécaniques par une loi simple de mélange du matériau biphasé (par étape de 10% d'introduction de phase α). Un couple de variants est représenté sur cette même cartographie car il partage la même direction d'axe <c> (élément discriminant pour les propriétés de la phase α). Les figures ci-dessous présentent les cartographies des propriétés mécaniques élastiques estimées des autres couples de variants aux proportions de phases généralement mesurées lors des analyses microstructurales (60% α / 40% β). La considération d'un seul couple de variants fait perdre le caractère symétrique de ces figures et oblige à la représentation complète des orientations, les figures de pôles inverses réduites aux triangles standards ne le permettant pas.

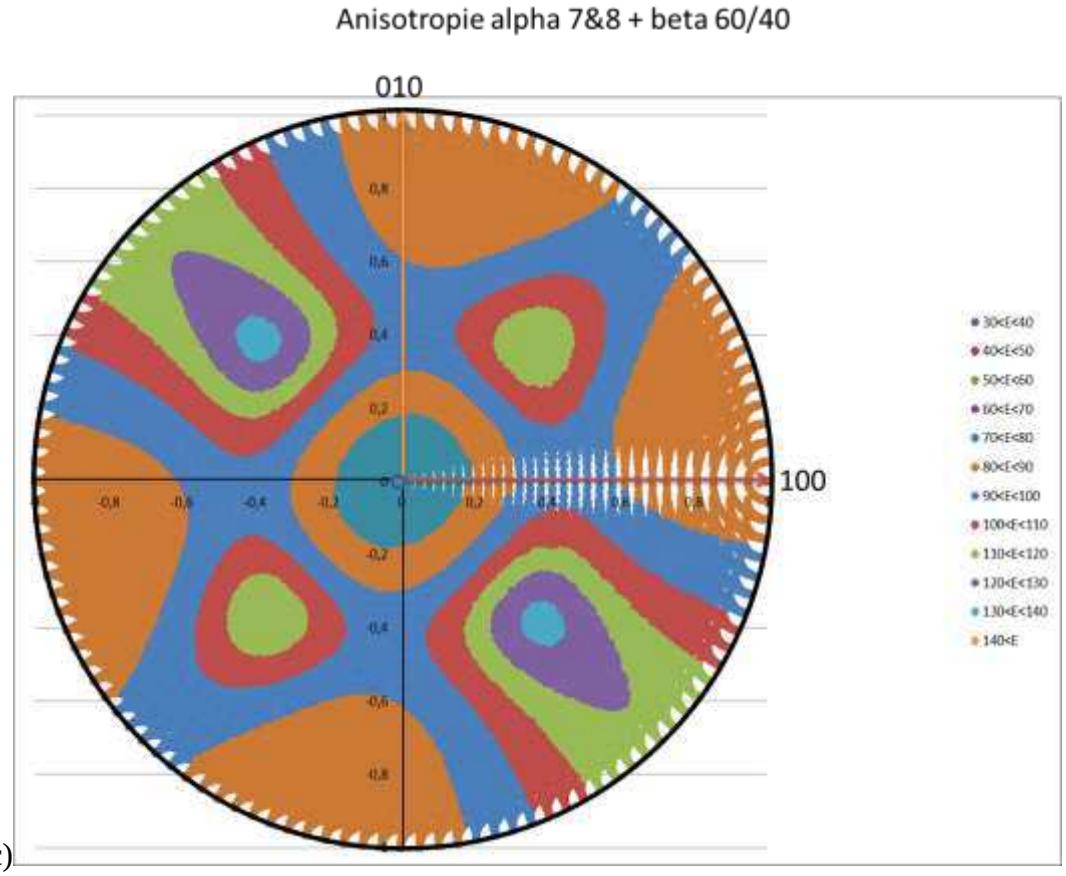
(a)



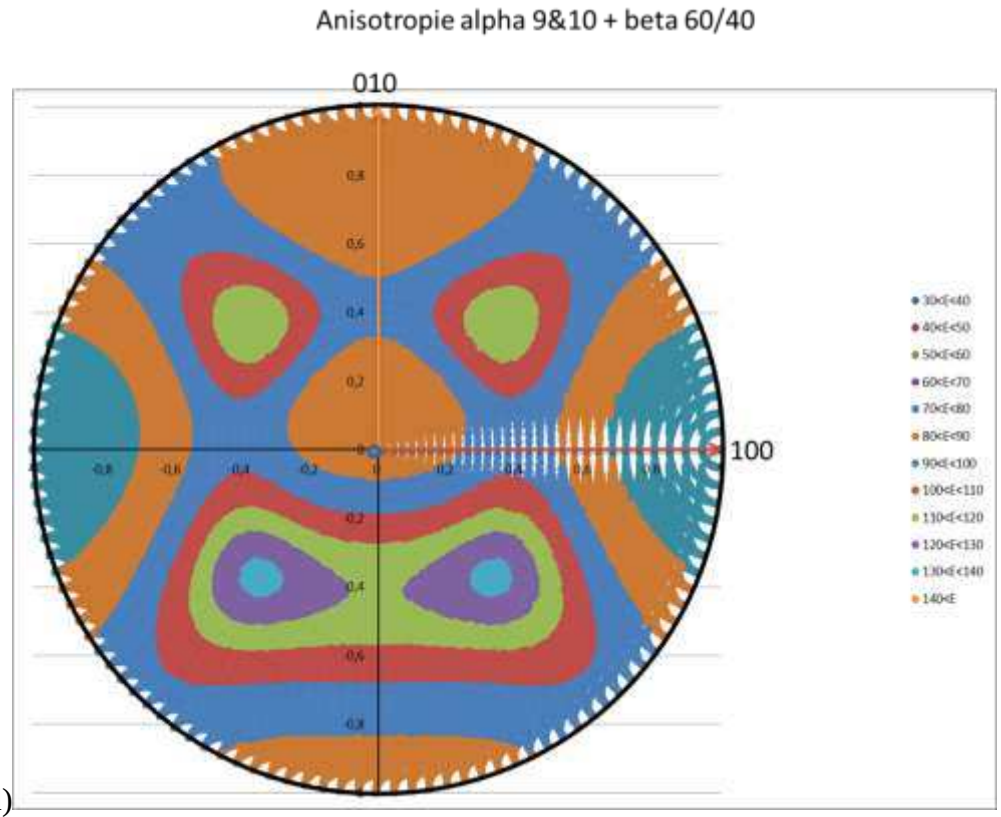
(b)


Anisotropie alpha 5&6 + beta 60/40
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E

(c)


Anisotropie alpha 7&8 + beta 60/40
010
100
30<E<40
40<E<50
50<E<60
60<E<70
70<E<80
80<E<90
90<E<100
100<E<110
110<E<120
120<E<130
130<E<140
140<E

(d)



(e)

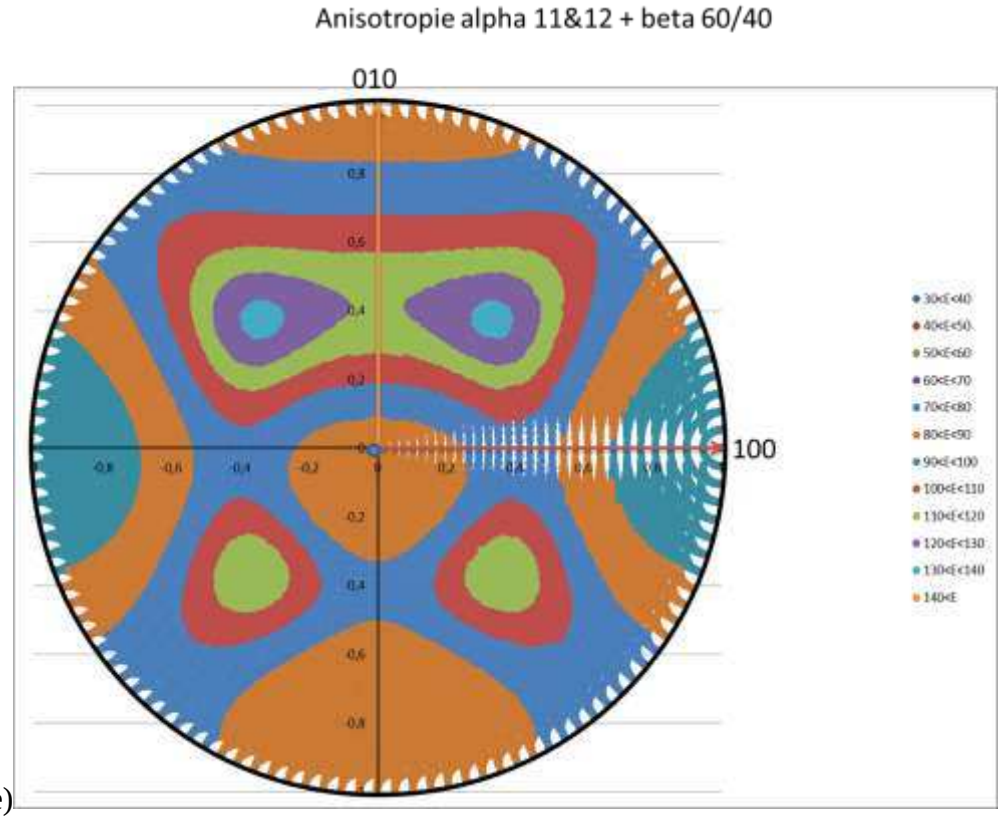


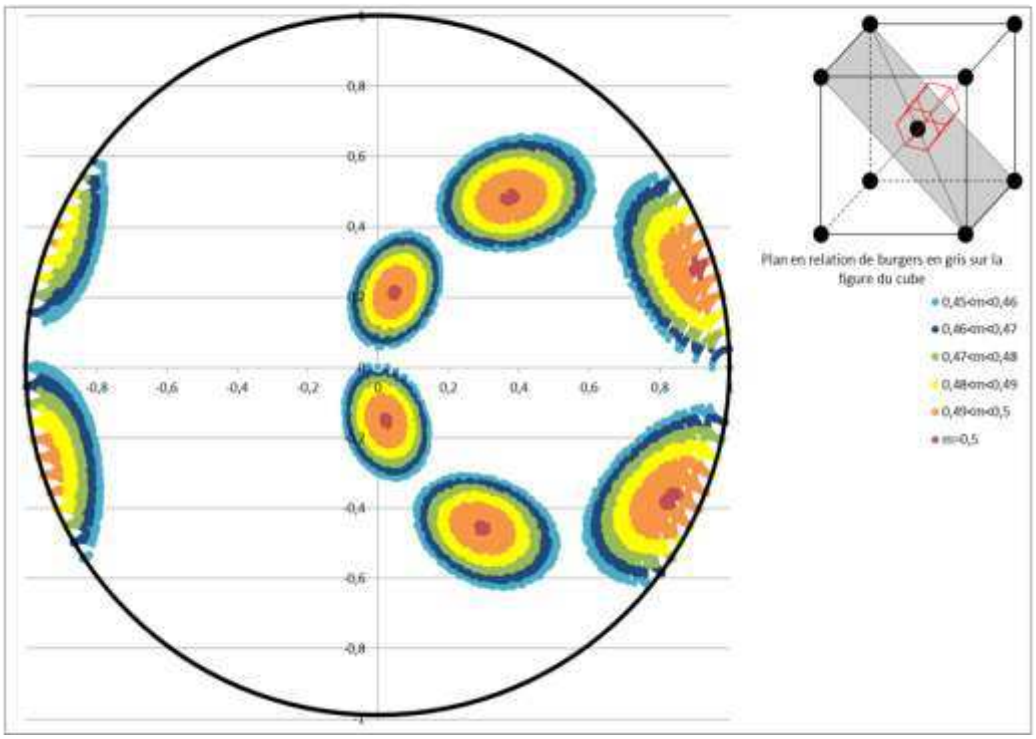
Figure A 8 : Anisotropie élastique pour un mélange de phase α(60%) + β(40%) pour les différents couples de variants.

c.Figures de pôles des domaines de Schmid de la phase α projetés dans le domaine β.

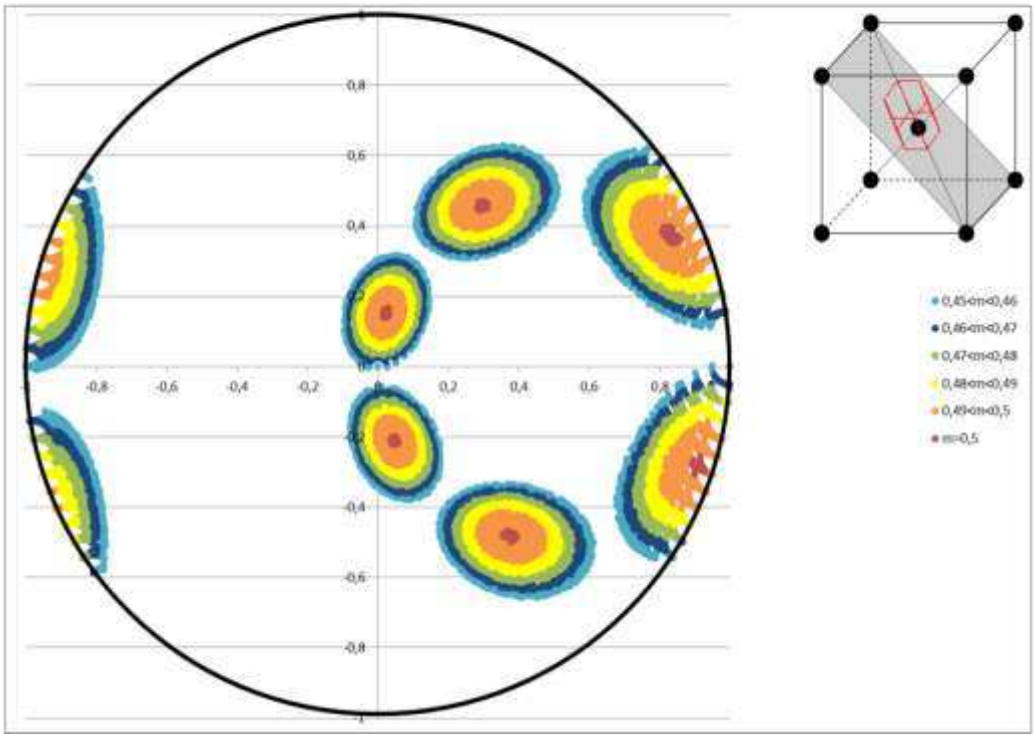
Une démarche similaire a été adoptée pour le calcul des domaines de Schmid de la phase α en fonction de l'orientation cristalline de la phase β. Cela permet de savoir si à une sollicitation appliquée dans une certaine direction β (comme les directions <001> ou <101> ou encore <111>) correspond une direction où un variant α présente avec un facteur de Schmid élevé. Encore une fois, le fait de discriminer les variants fait perdre le caractère symétrique de la maille cristalline différenciant les directions <100>, <010> et <001>. On représentera alors l'ensemble des orientations cristallines et les interprétations devront être faites sur des directions uniques et non des familles de directions symétriques.

Dans ces figures, on considère que le point central correspond à la direction [001] de la maille cristalline β. La direction [100] est l'axe horizontal et la direction [010] l'axe vertical.

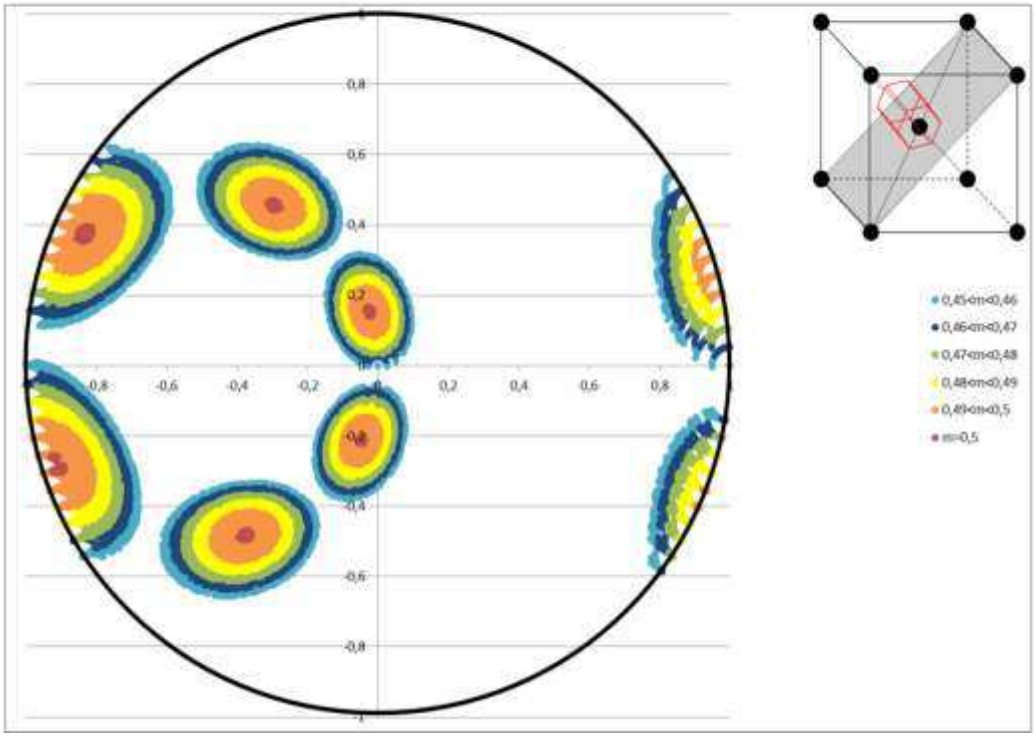
Domaine de Schmid du système basal du variant 1 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



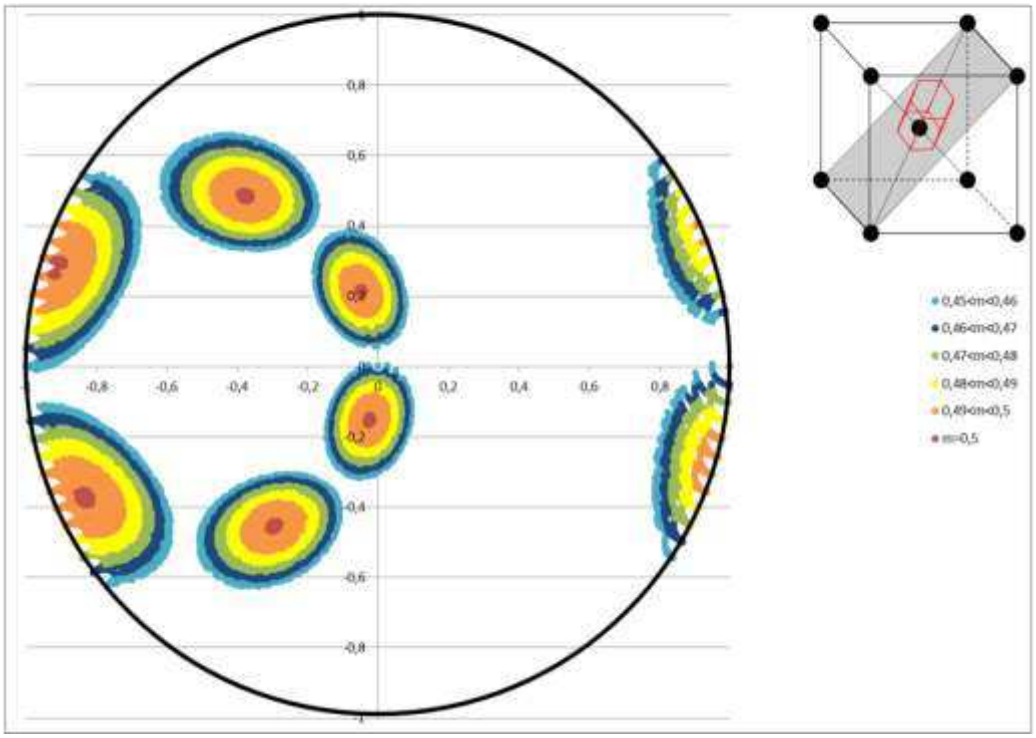
Domaine de Schmid du système basal du variant 2 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



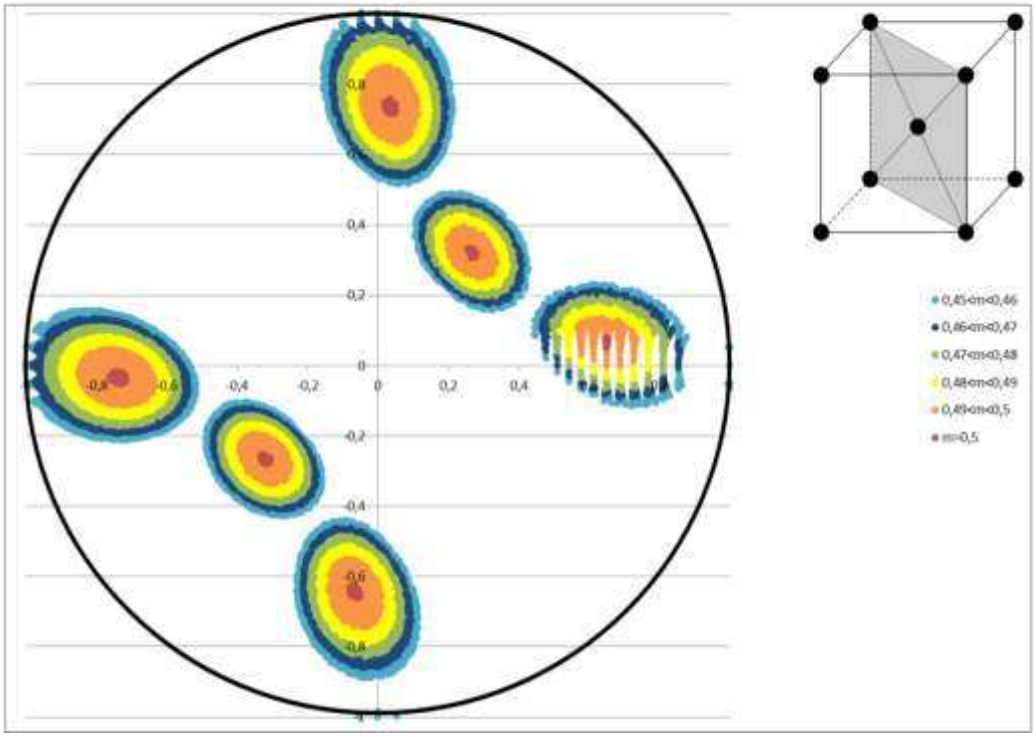
Domaine de Schmid du système basal du variant 3 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



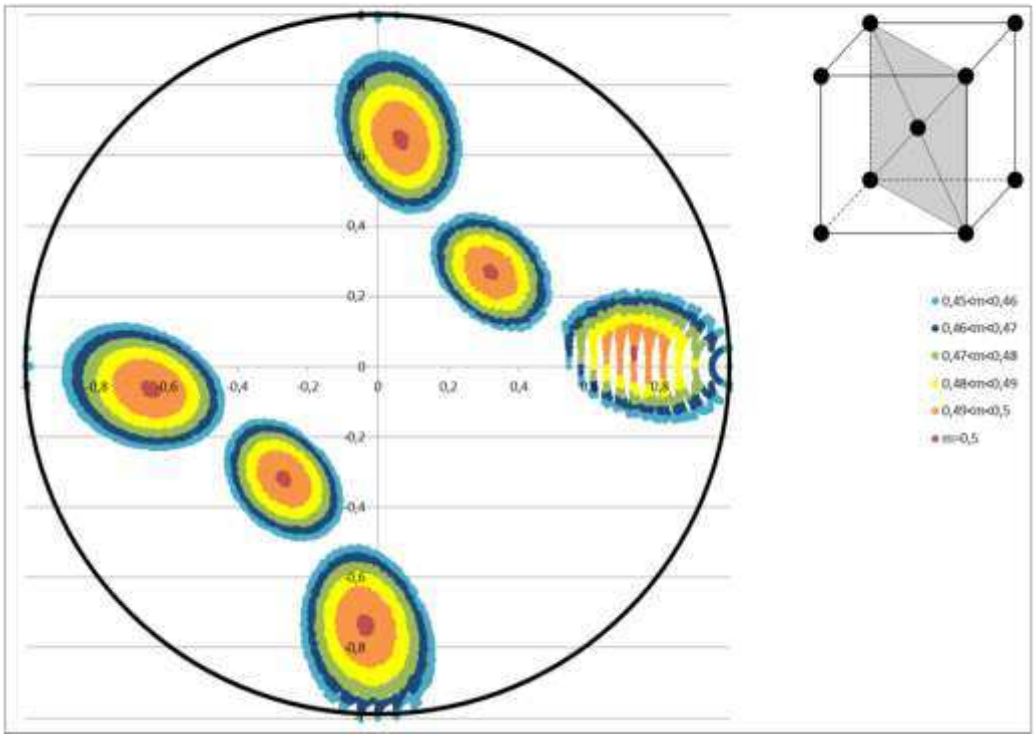
Domaine de Schmid du système basal du variant 4 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



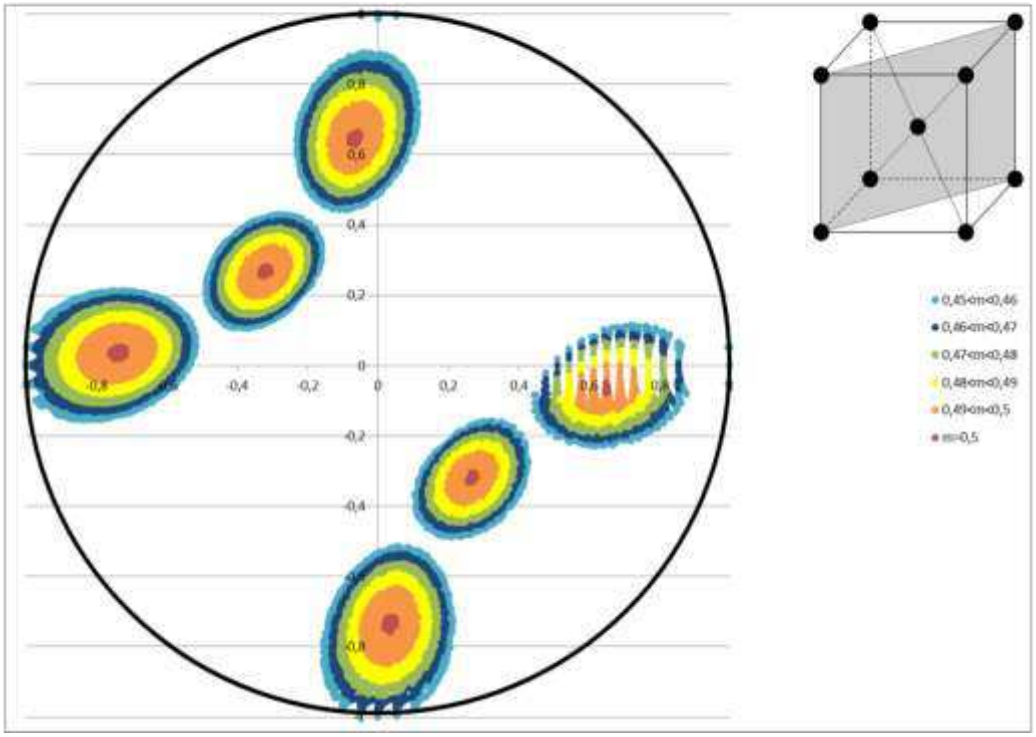
Domaine de Schmid du système basal du variant 5 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



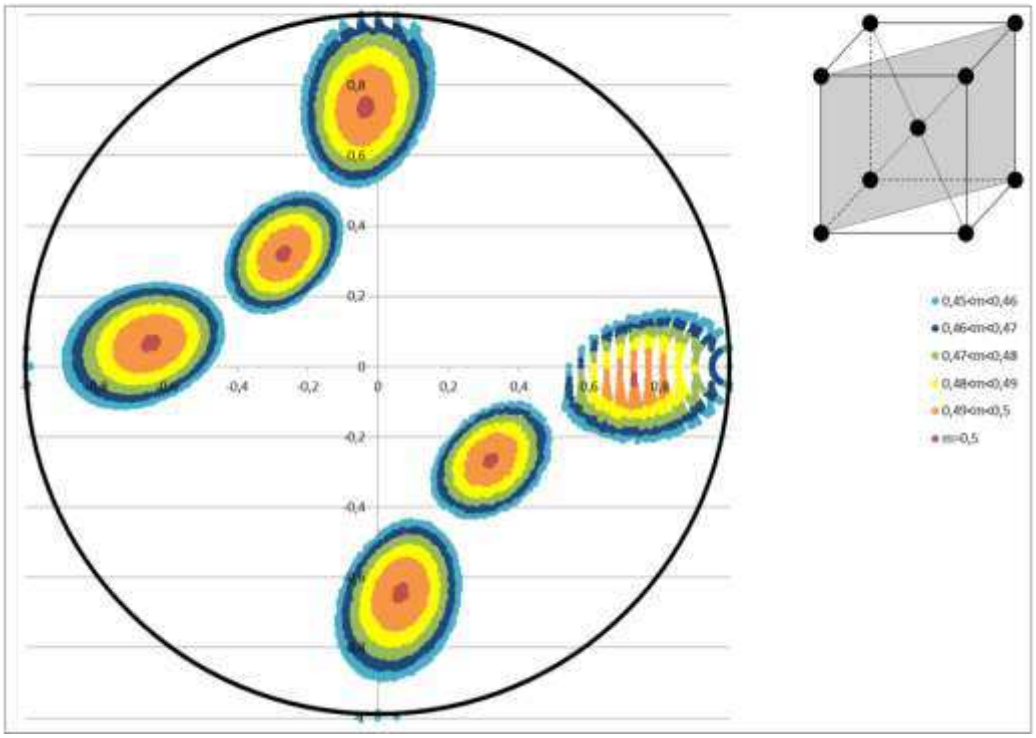
Domaine de Schmid du système basal du variant 6 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



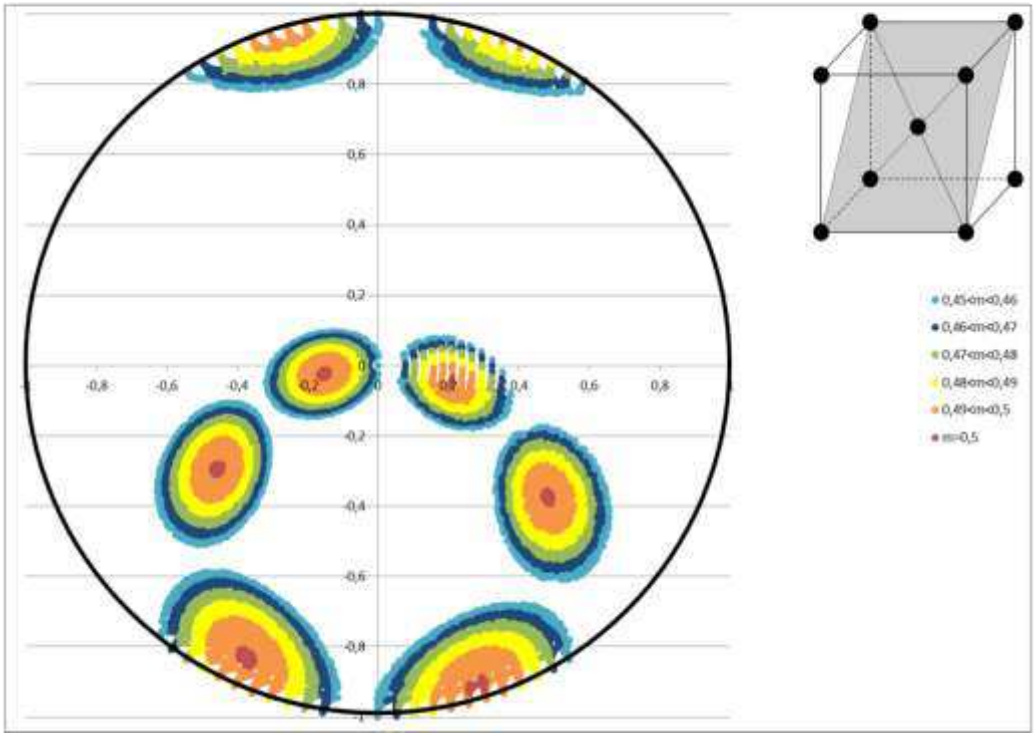
Domaine de Schmid du système basal du variant 7 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



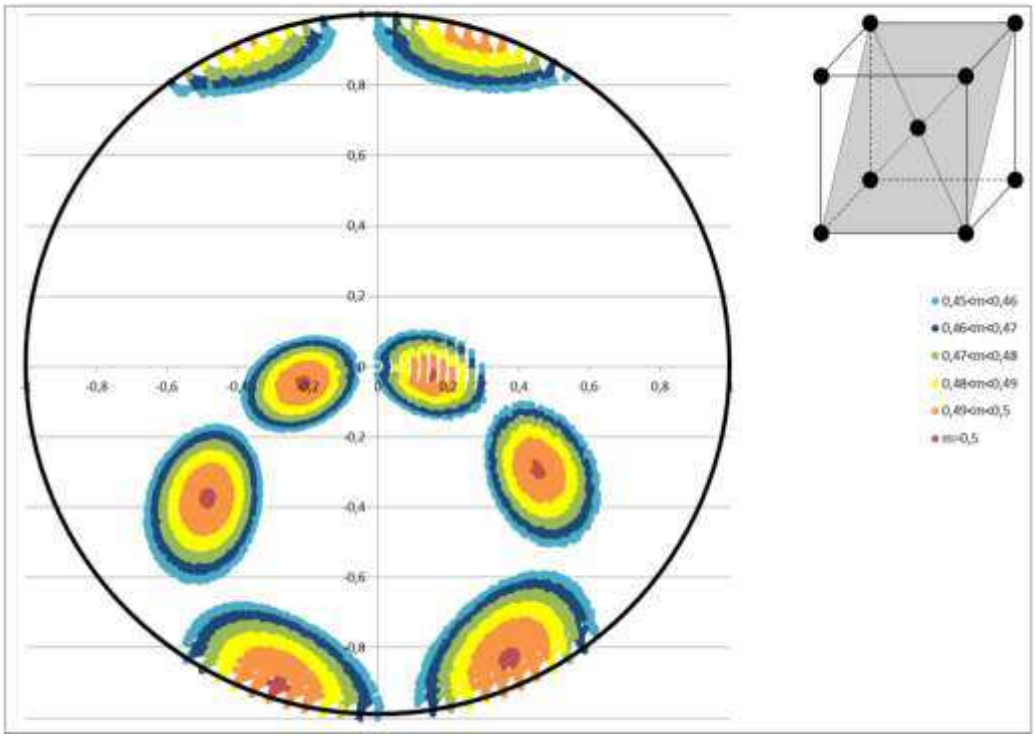
Domaine de Schmid du système basal du variant 8 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



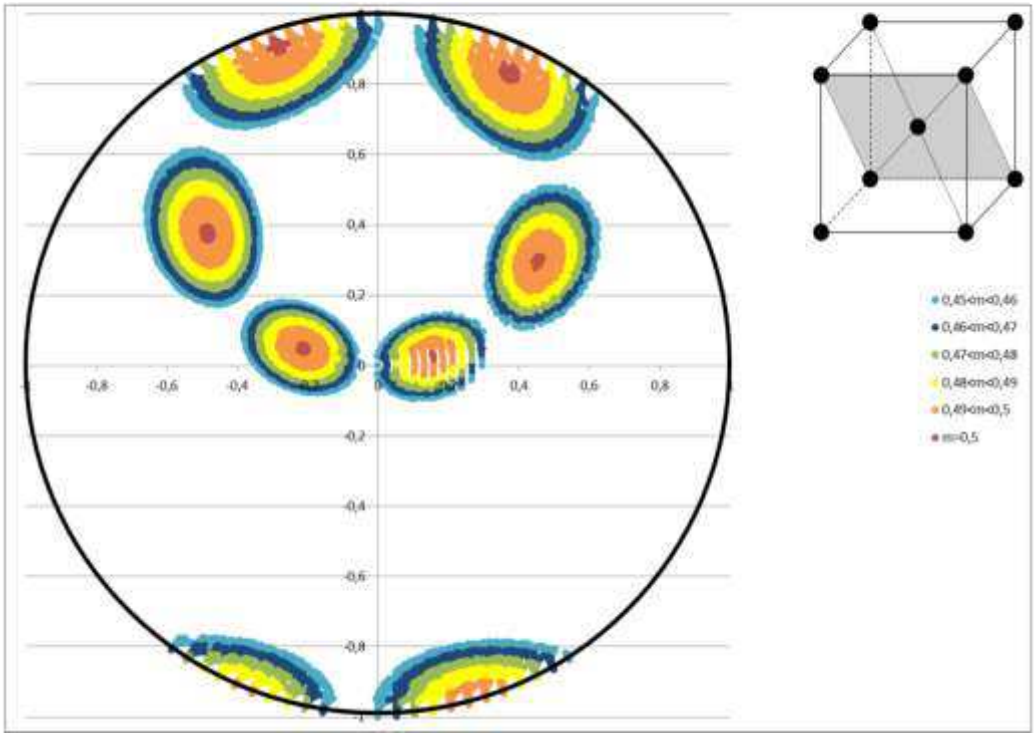
Domaine de Schmid du système basal du variant 9 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



Domaine de Schmid du système basal du variant 10 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



Domaine de Schmid du système basal du variant 11 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



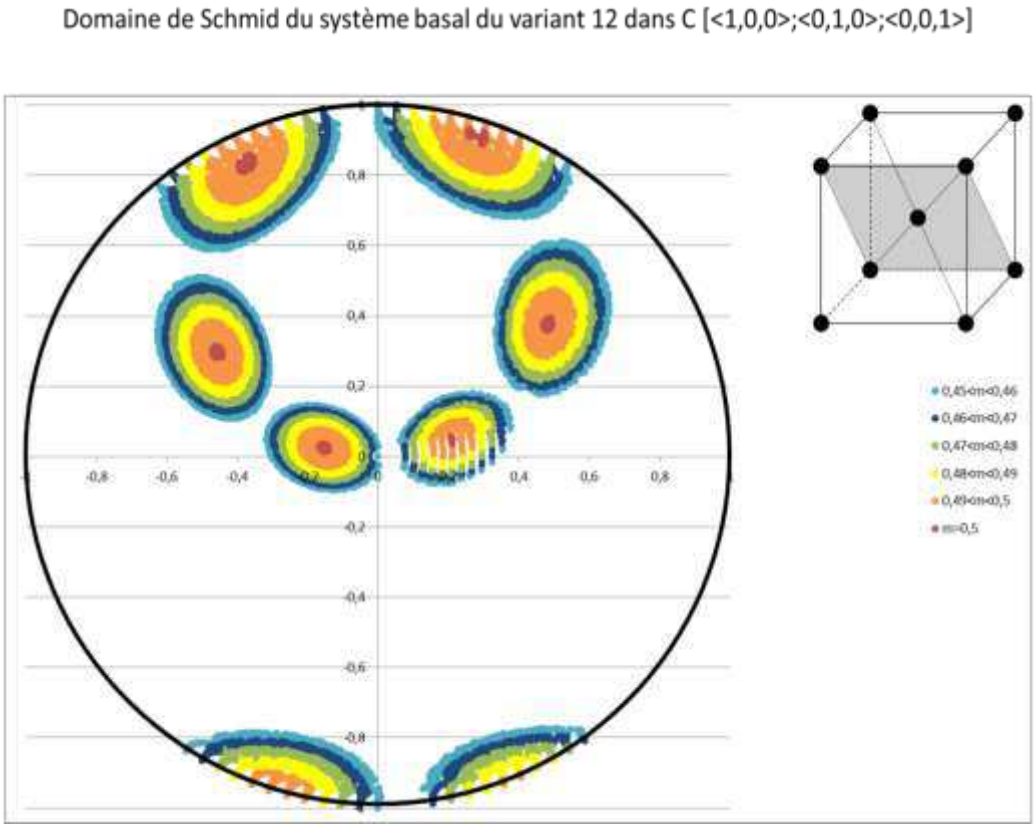


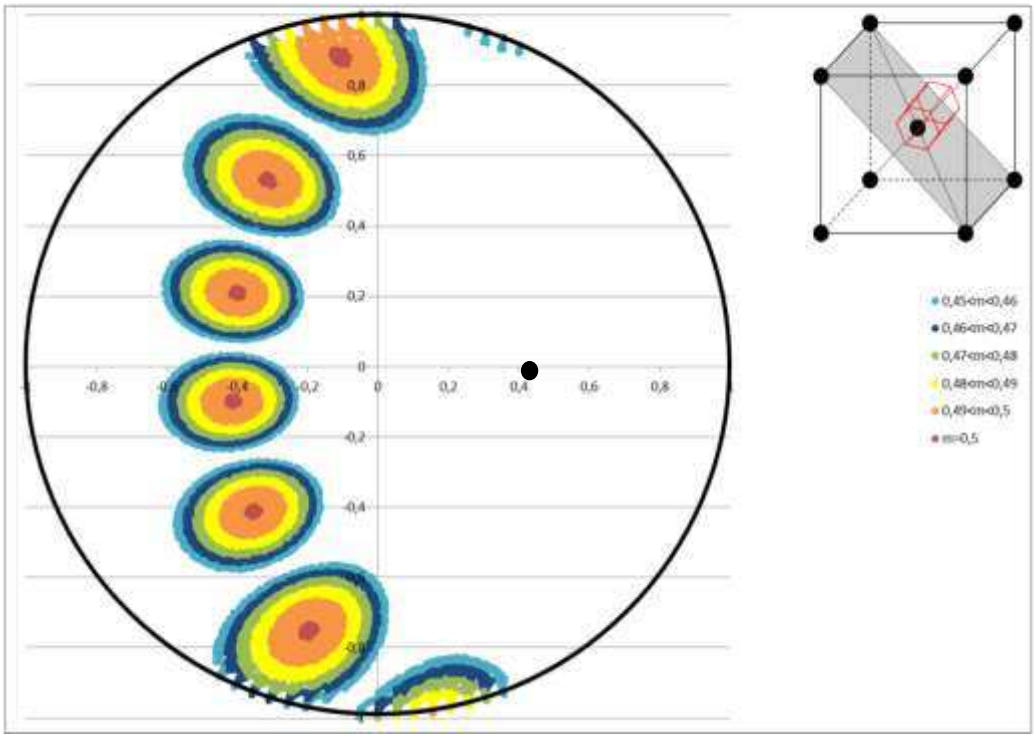
Figure A 9 : Domaines de facteur de Schmid de la phase α pour le glissement basal projetés dans la figure de pôles inverse de la phase β pour chacun des variants.

En traction, on considère la direction [001] : sur les douze figures, huit placent cette direction (i.e. le point central) dans un domaine à fort facteur de Schmid (μ>0,45) du variant considéré de la phase α. Cela traduit effectivement que 2/3 des variants potentiels sont favorables au glissement basal pour cette orientation de la maille β. Ceci explique la grande proportion de glissement basal observée lors de l'étude car ce sont ces orientations qui se déforment généralement.

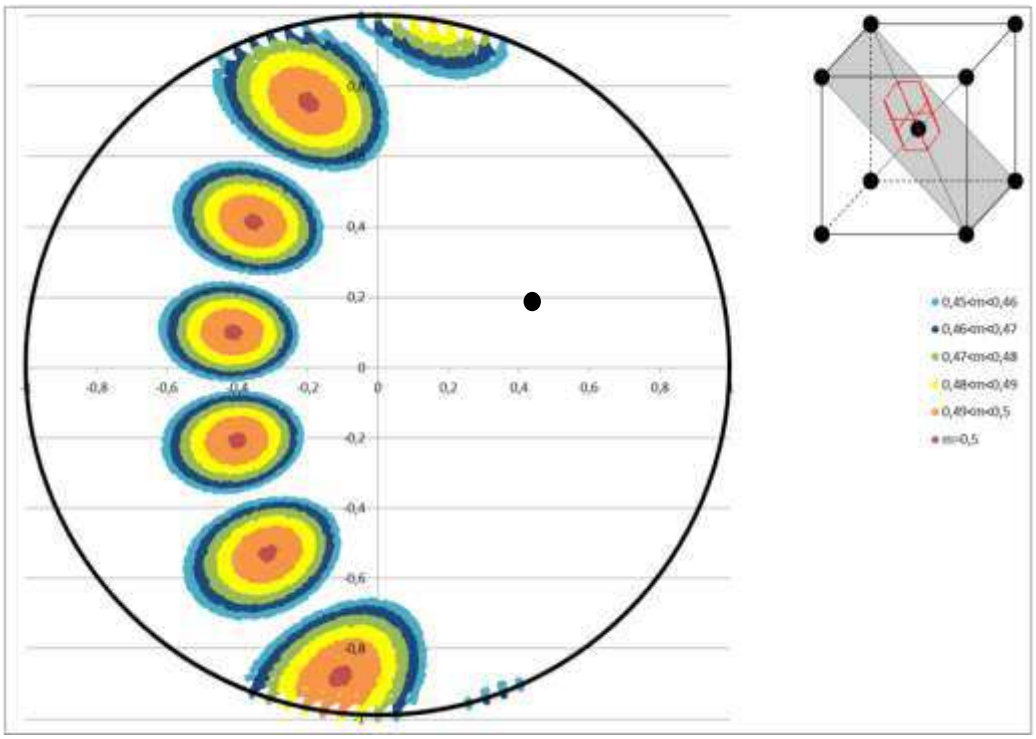
En fatigue, on considère la direction [101] : aucun variant ne présente un facteur de Schmid supérieur à 0,45. Même si dans certain cas ces facteurs reste haut (supérieurs à 0,35), il semble peu probable que les nodules présents dans ces grains (orientés [101] selon l'axe de sollicitation) génèrent des fissures.

Les figures ci-dessous montrent la même information pour les systèmes prismatiques. On repérera également la direction <101> par un point noir.

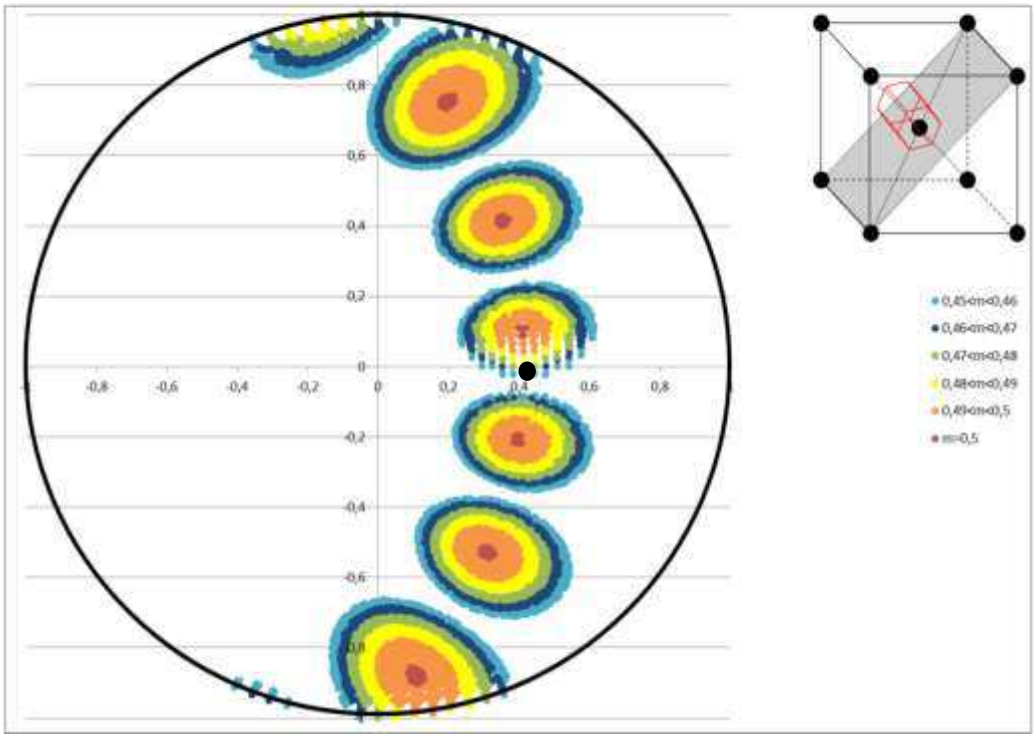
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 1 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



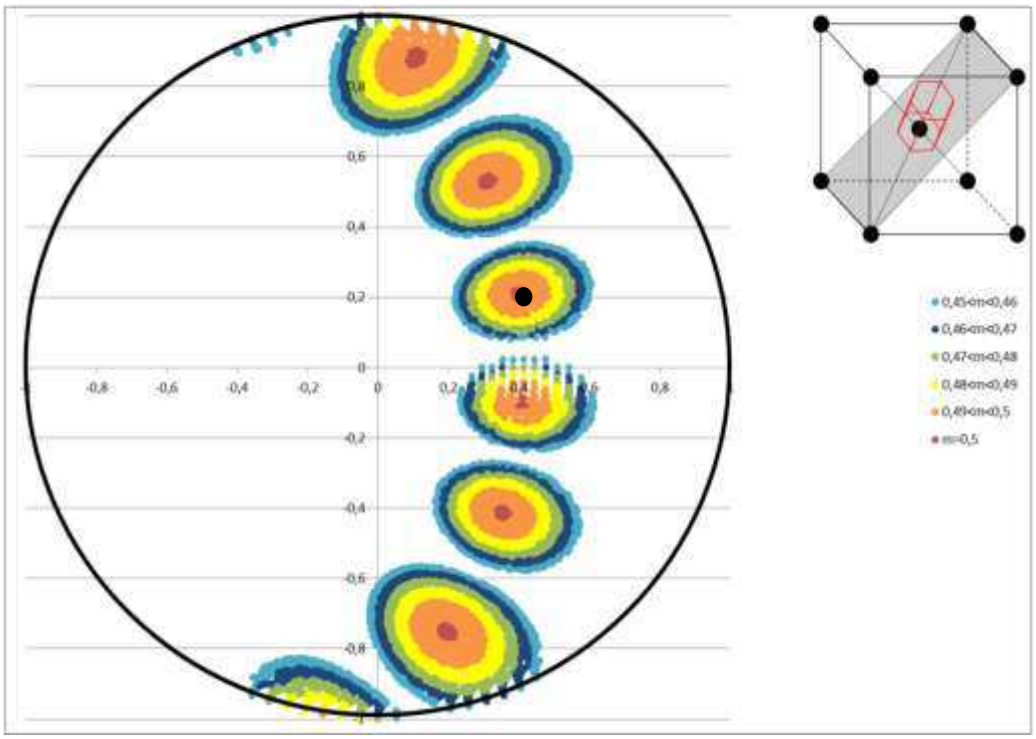
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 2 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



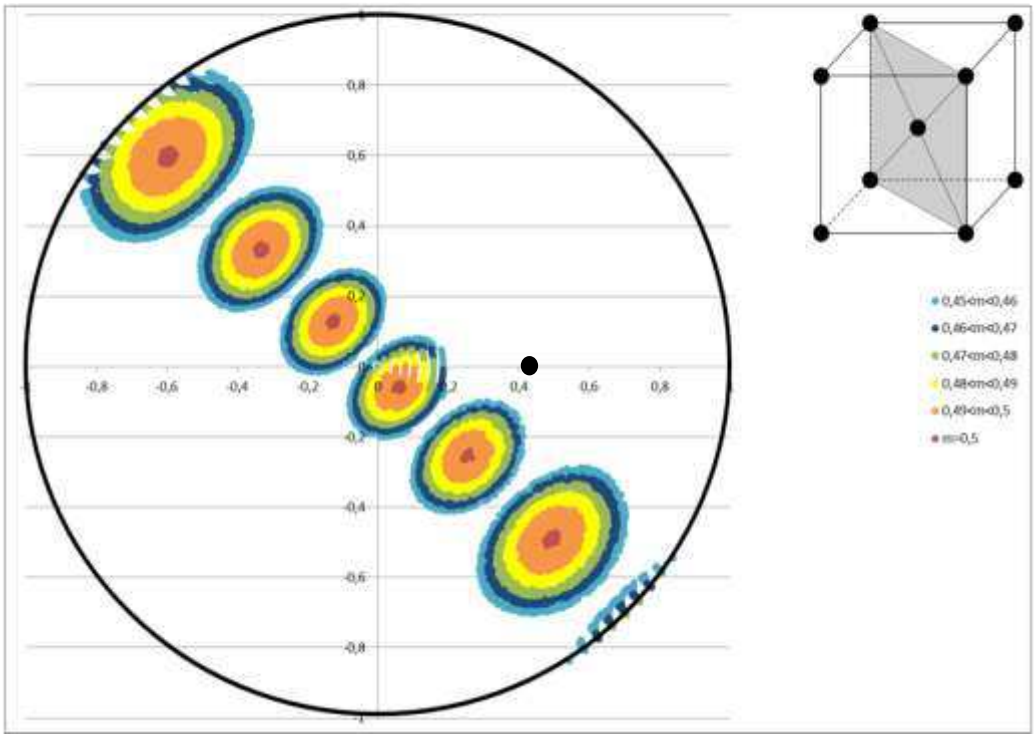
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 3 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



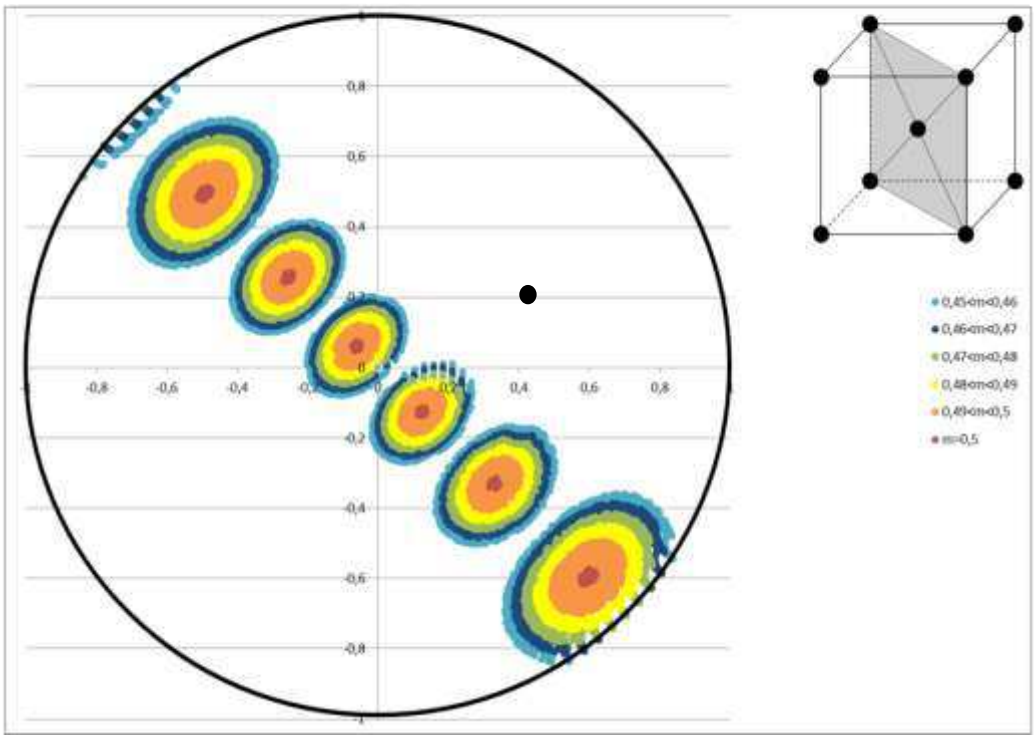
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 4 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



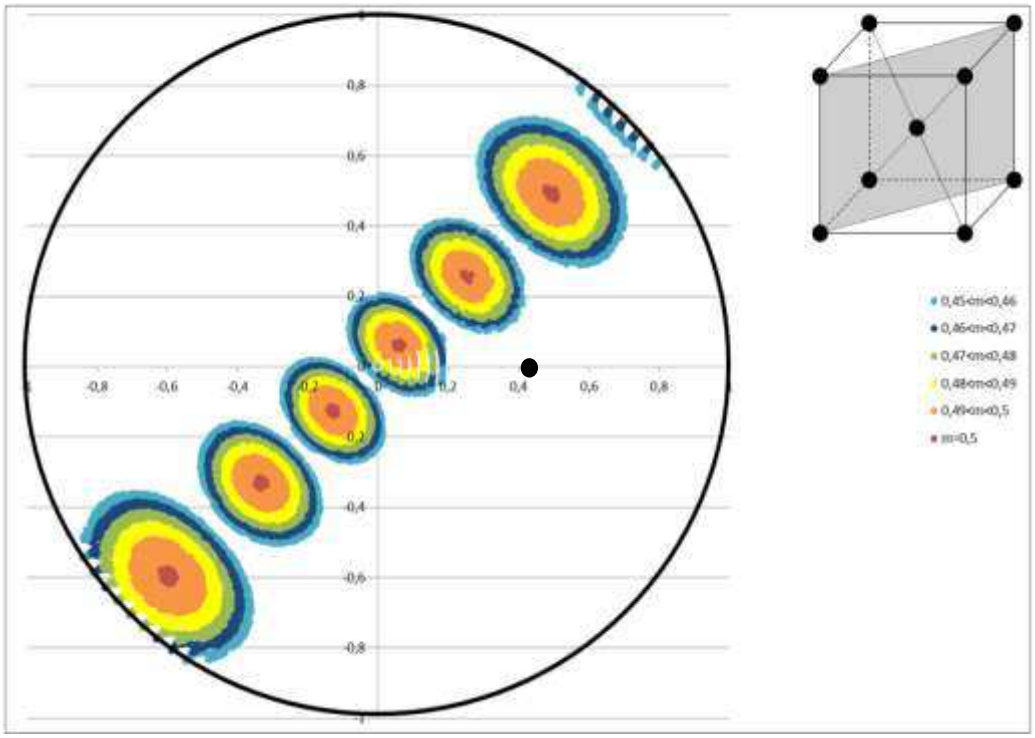
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 5 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



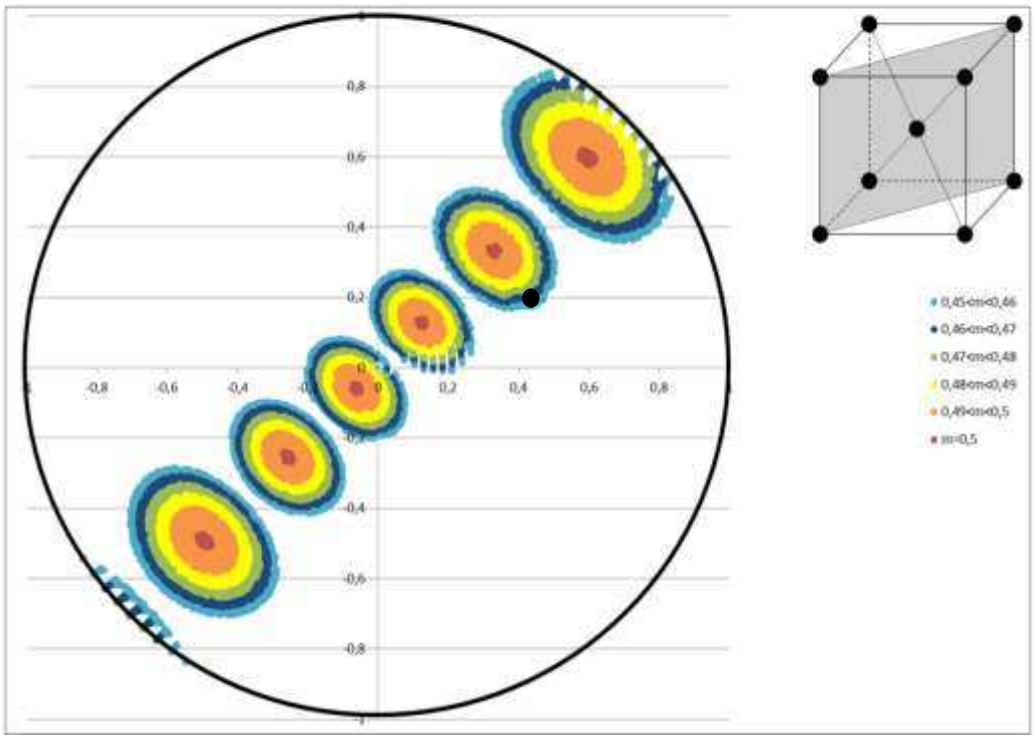
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 6 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



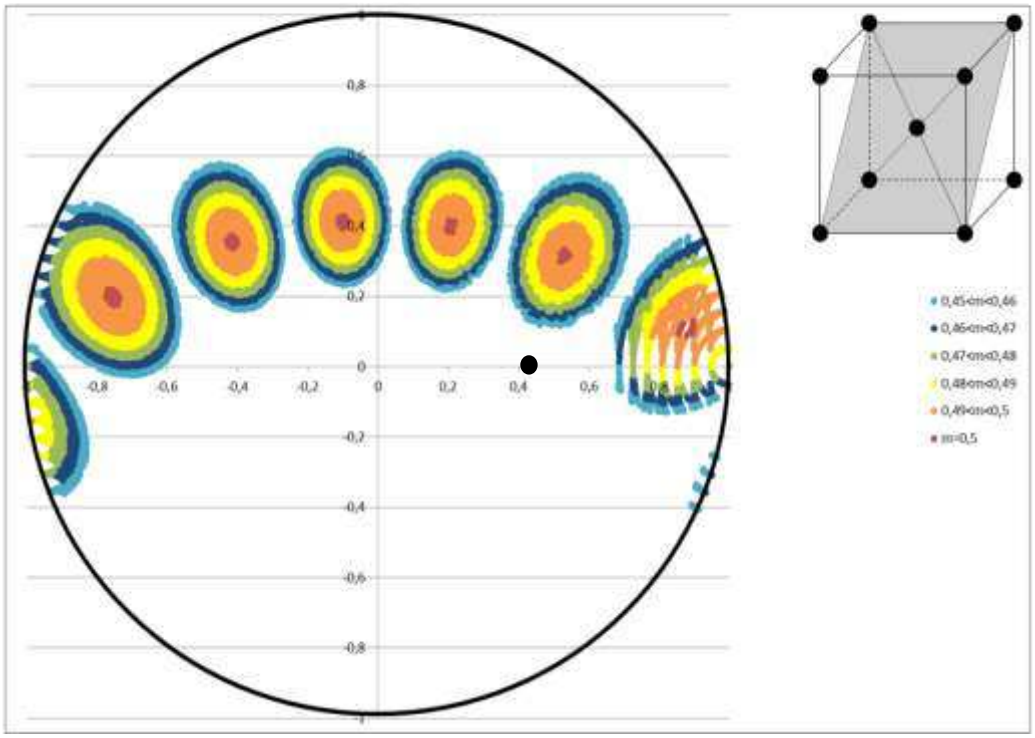
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 7 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



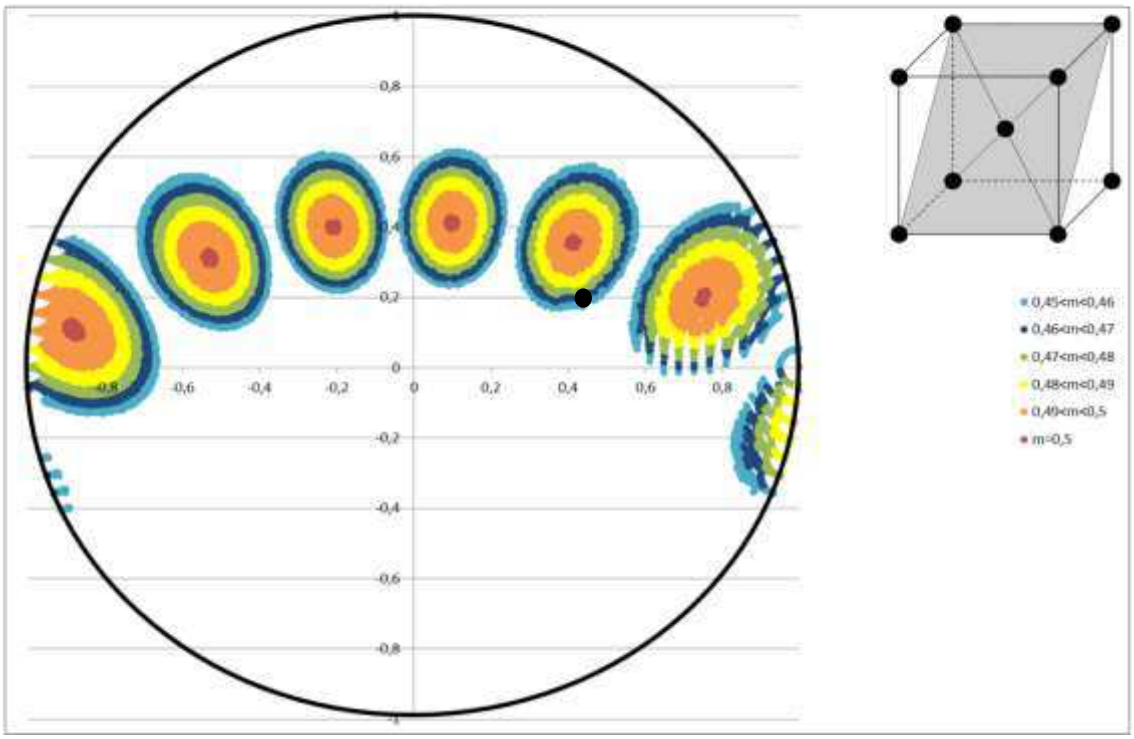
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 8 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



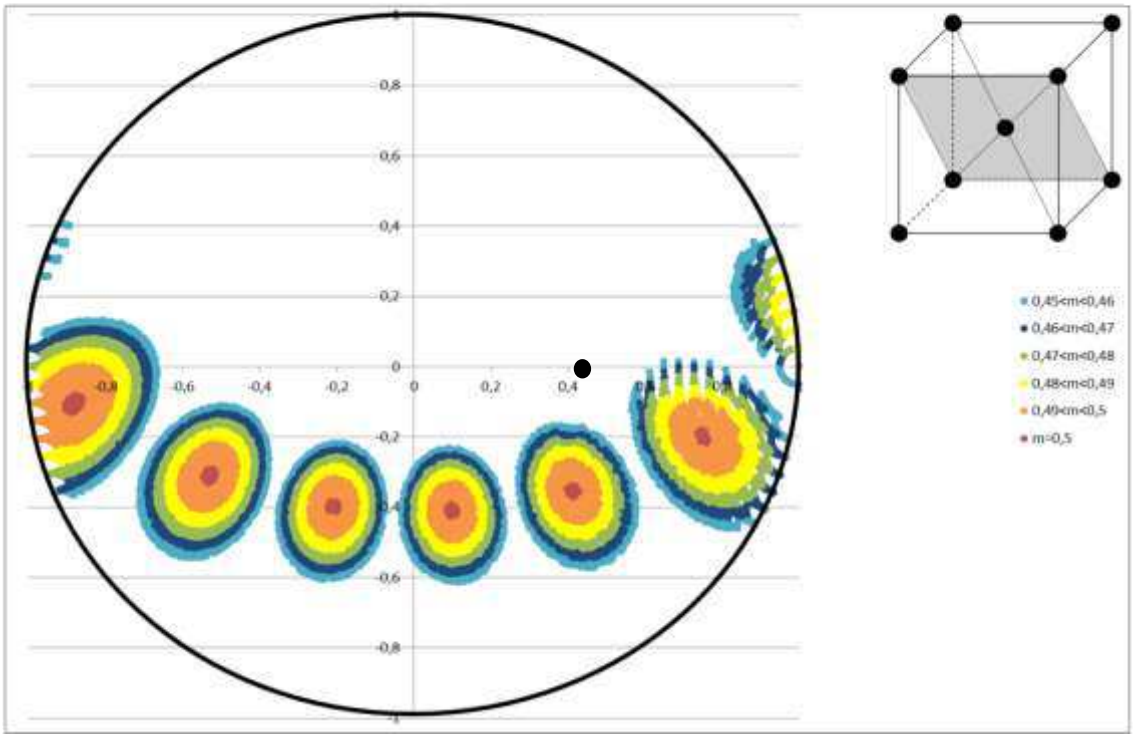
Domaine de Schmid du système prismatique du variant 9 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



Domaine de Schmid du système prismatique du variant 10 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



Domaine de Schmid du système prismatique du variant 11 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



Domaine de Schmid du système prismatique du variant 12 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]

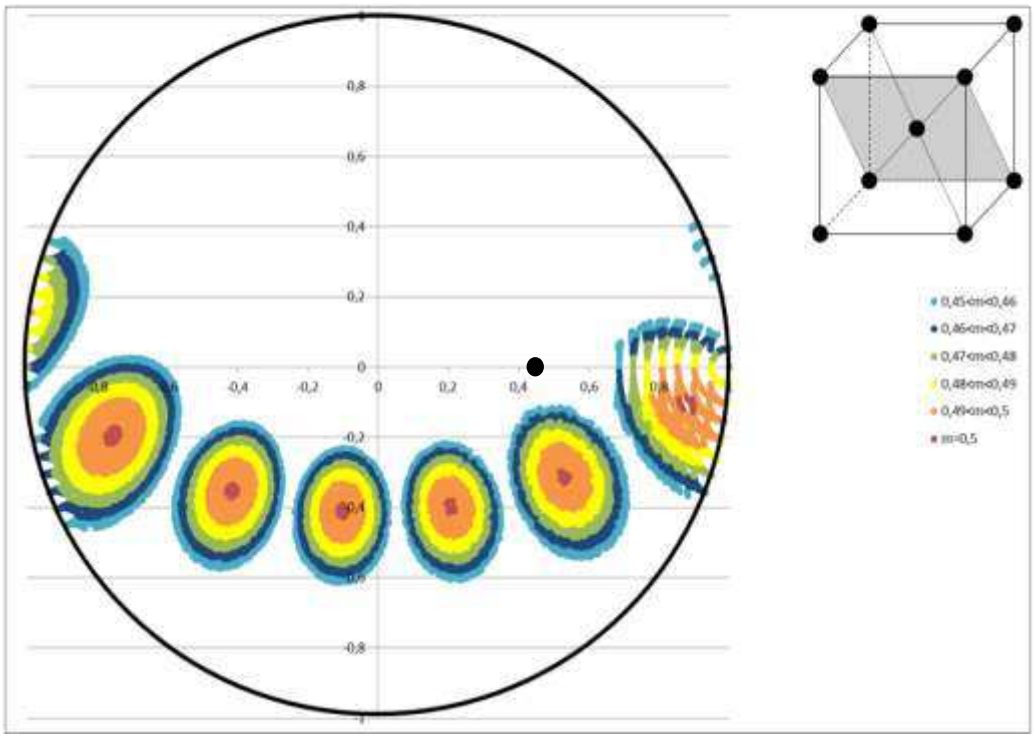


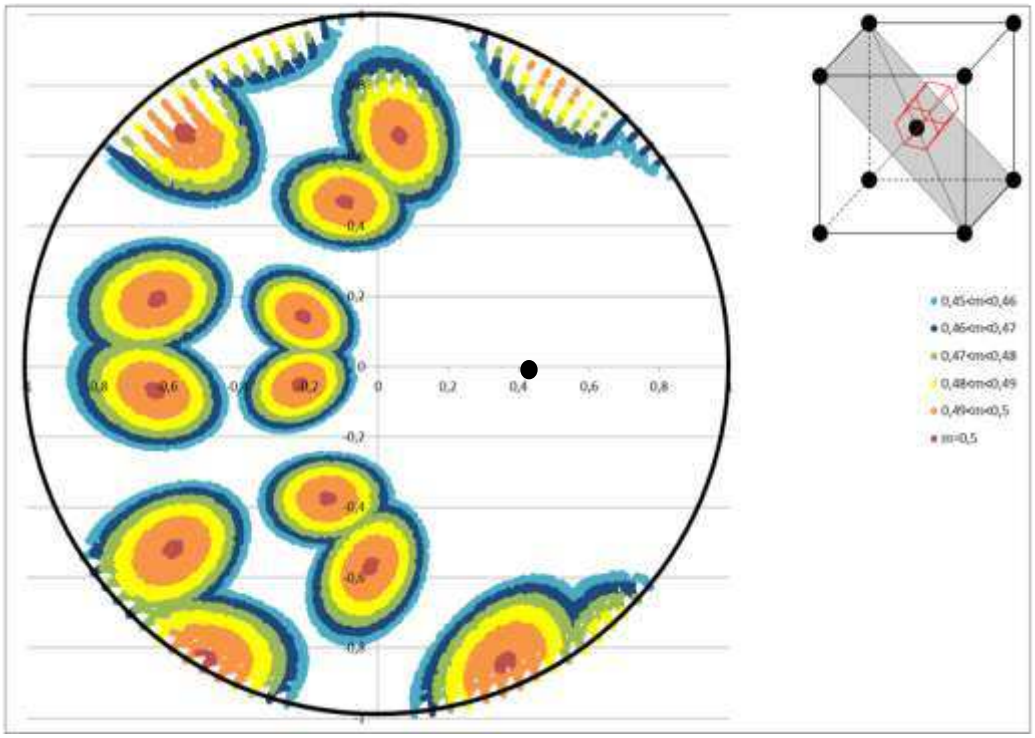
Figure A 10 : Domaines de facteur de Schmid de la phase α du glissement prismatique projetés dans la figure de pôles inverse de la phase β pour chacun des variants et direction <101> représentée par un point.

Dans le cadre de la traction, si on considère une direction de sollicitation β <001>, quatre variants sont favorables (n°5à n°8), c'est-à-dire 1/3 des variants. Ces analyses théoriques montrent que le glissement prismatique est possible en traction dans les grains β <001> et en fatigue dans les grains β <101>. C'est ce qui est effectivement observé expérimentalement.

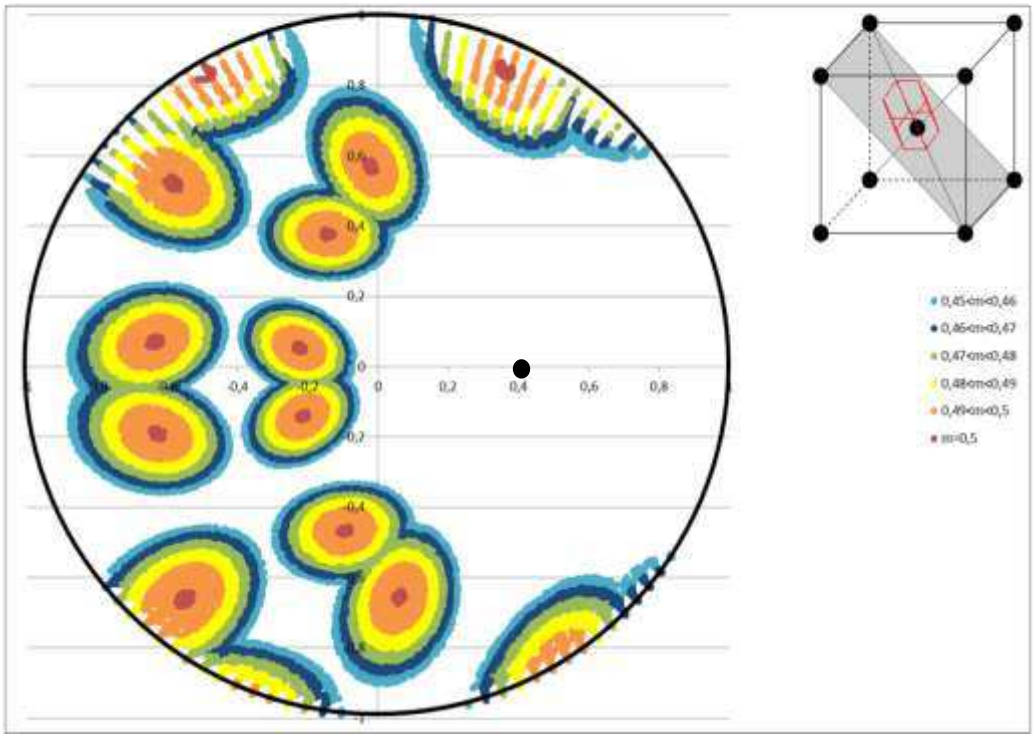
On observe donc que pour une direction β de type <101> lors d'une sollicitation en fatigue, deux variants seulement (n°3 et n°4) présentent une configuration favorable à l'initiation de glissement dans un nodule.

En fatigue, l'amorçage de fissure sur un plan prismatique au sein des nodules semble alors peu favorable, expliquant la forte proportion d'amorçage à l'interface nodule/matrice.

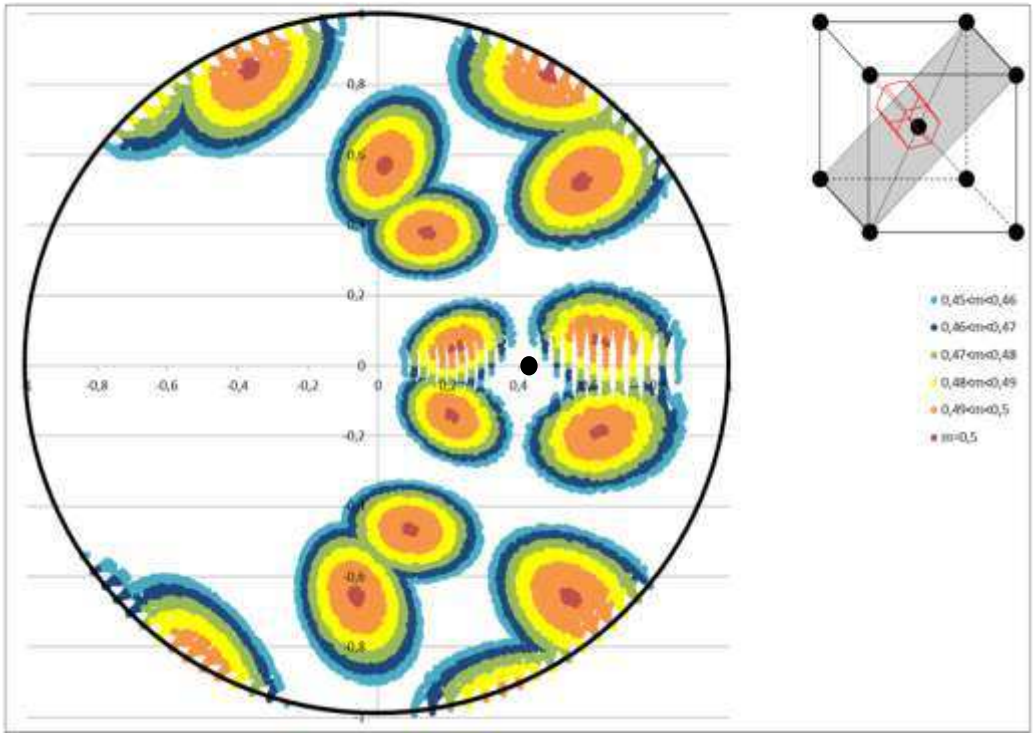
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 1 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



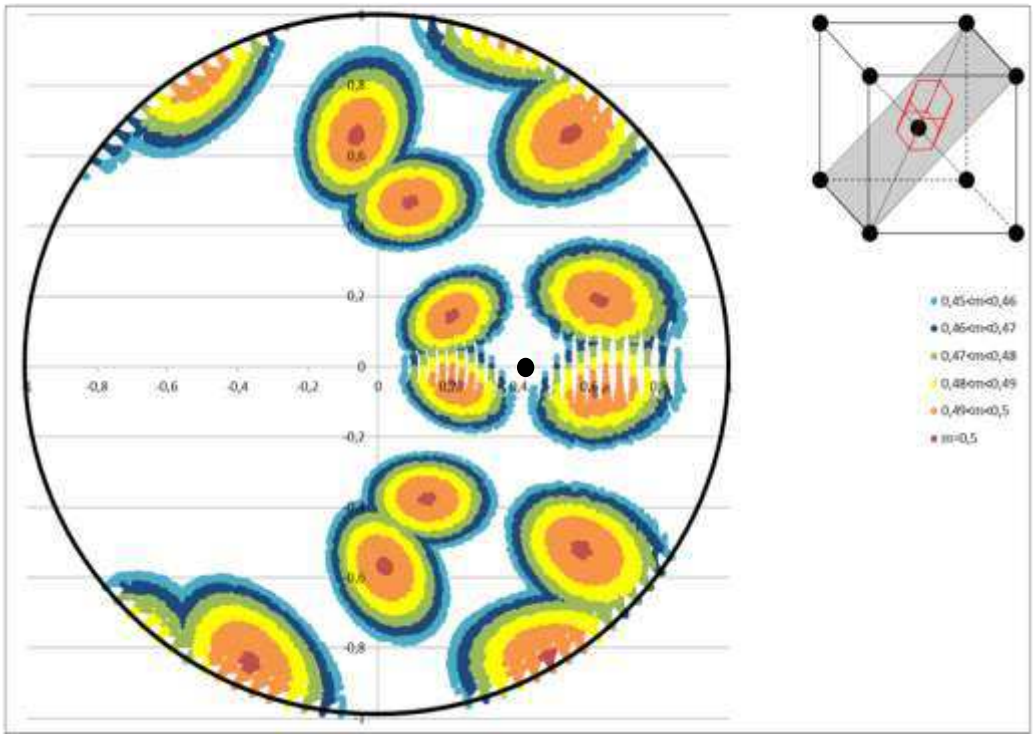
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 2 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



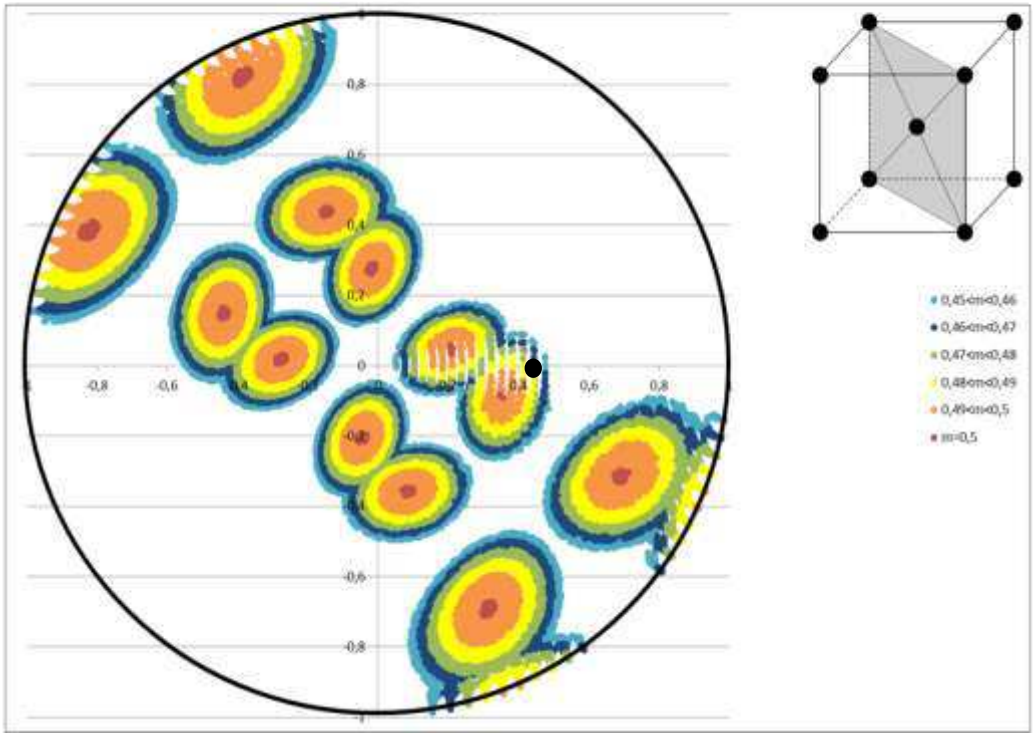
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 3 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



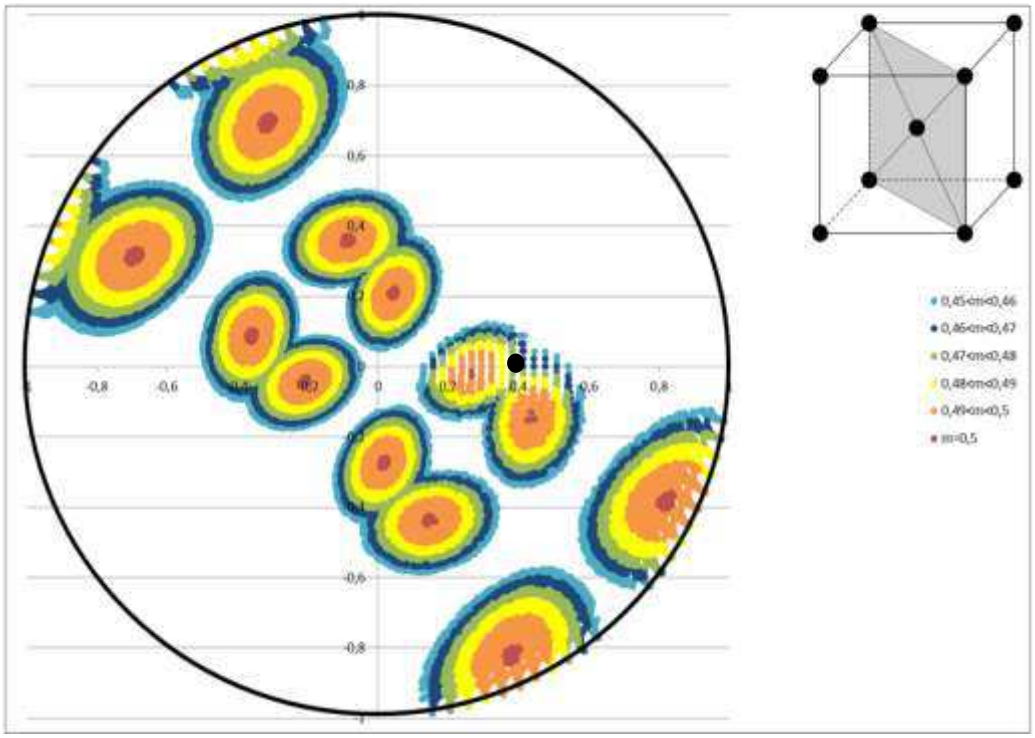
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 4 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



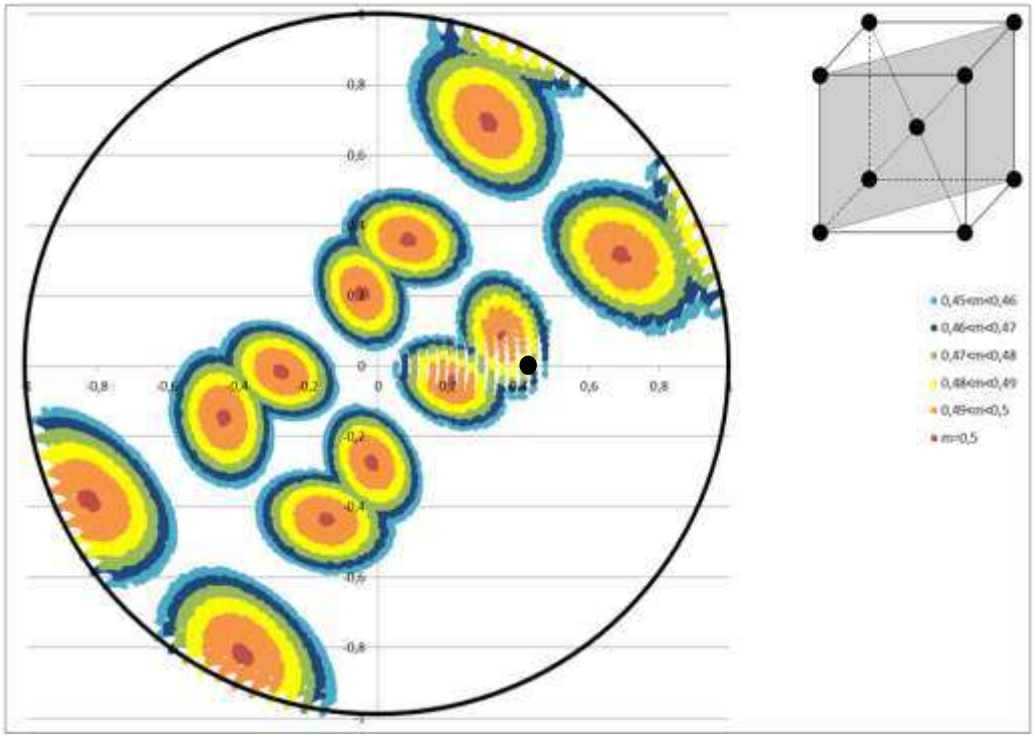
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 5 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



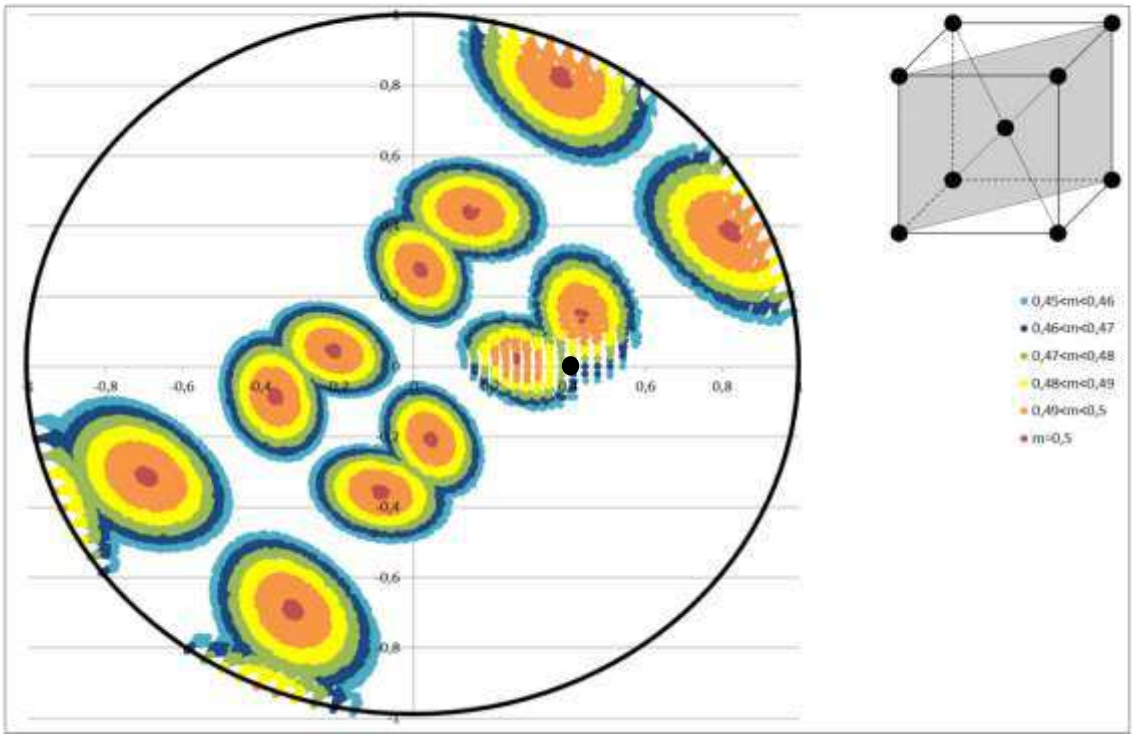
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 6 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



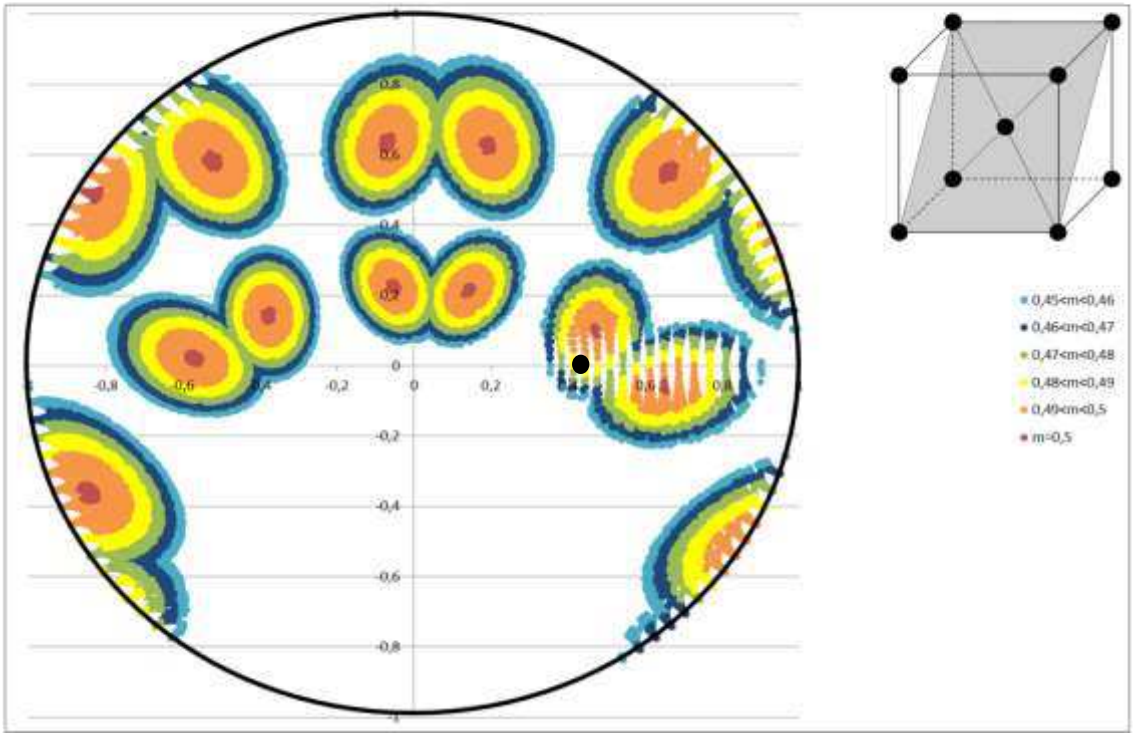
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 7 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



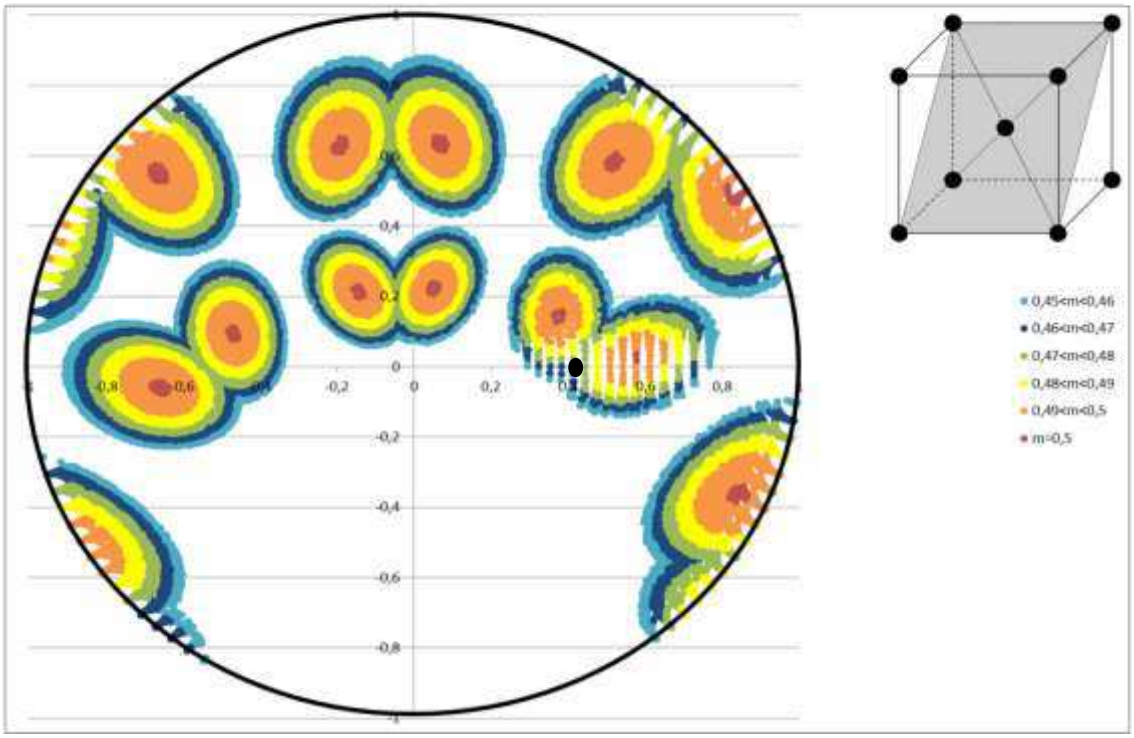
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 8 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



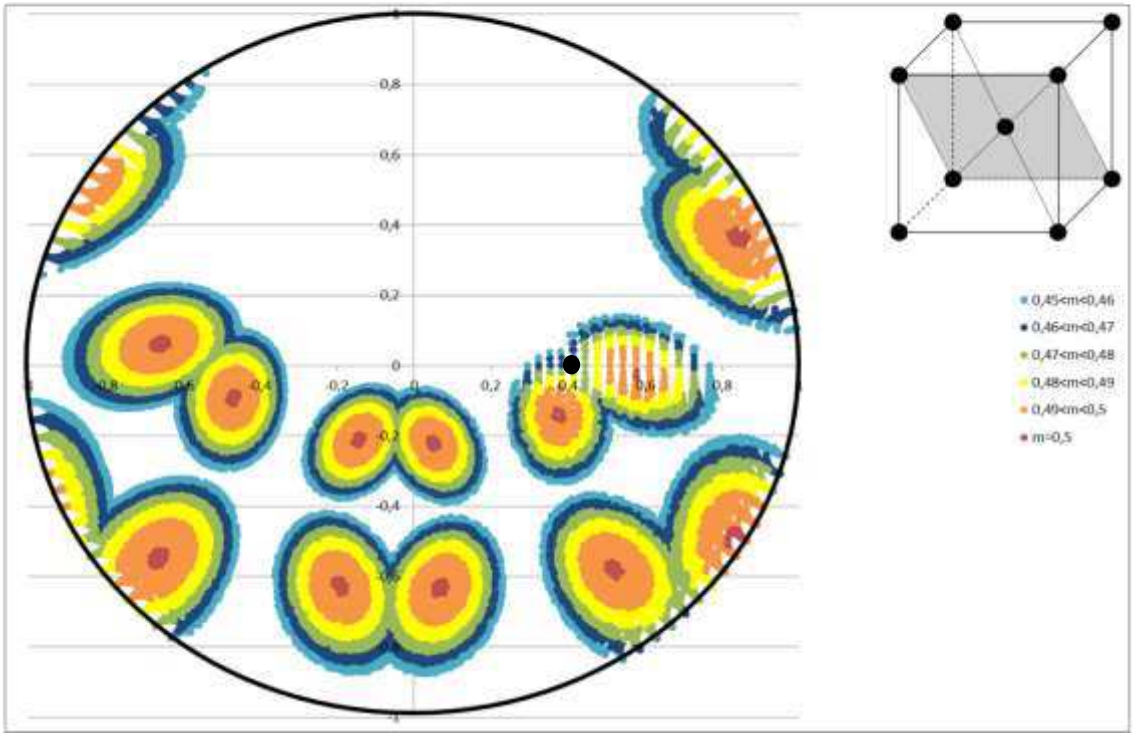
Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 9 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 10 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



Domaine de Schmid du système pyramidal du variant 11 dans C [<1,0,0>;<0,1,0>;<0,0,1>]



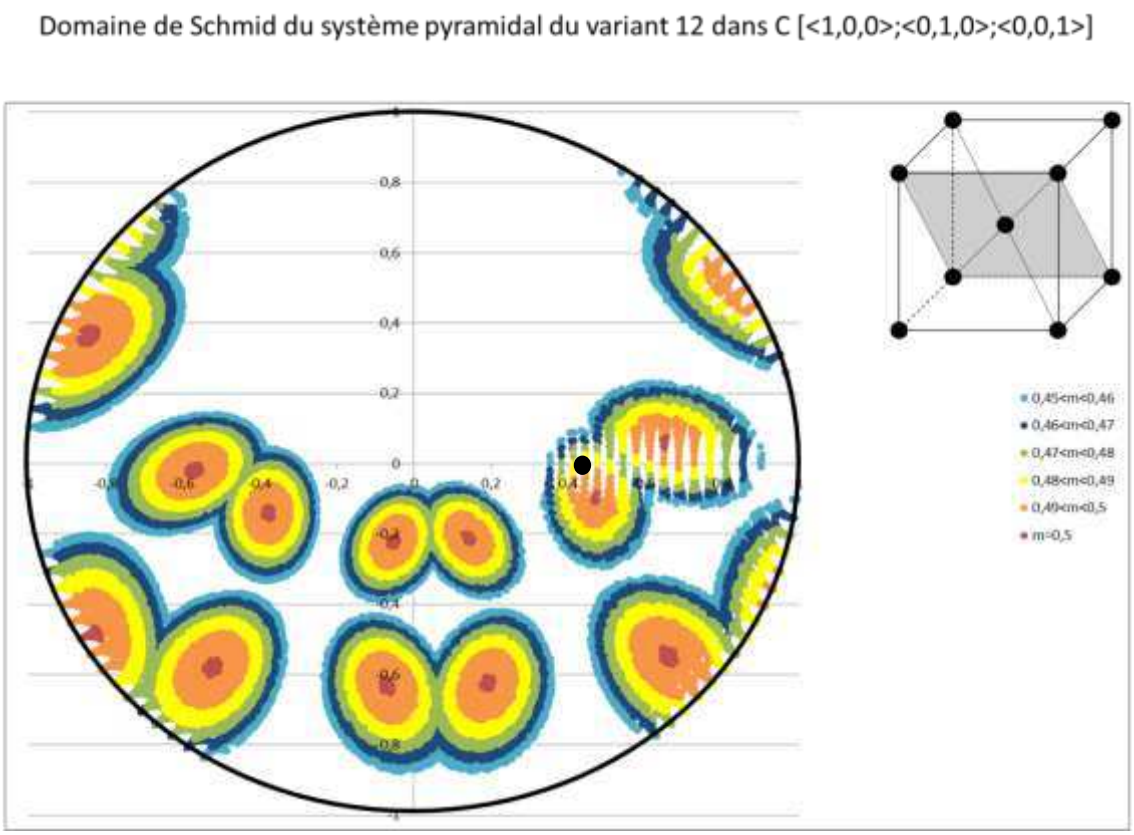


Figure A 11 : Domaines de facteur de Schmid de la phase α du glissement pyramidal projetés dans la figure de pôles inverse de la phase β pour chacun des variants et direction <101> représentée par un point.

Dans le cadre de la traction, les grains β au sein desquels du glissement prismatique et pyramidal ont été observés ne sont pas forcément des grains d'orientation <001> strictement mais proche de cette orientation. On obtient alors un domaine de fort facteur de Schmid pour les mêmes variants que le prismatique (variants 5, 6, 7 et 8) expliquant l'apparition simultanée de ces deux systèmes. Dans le cadre de la fatigue, la quasi-totalité des variants favorise un glissement pyramidal à fort facteur de Schmid. Il est cependant admis dans la littérature que celui-ci est difficilement activable. Cela peut être à l'origine de l'absence d'amorçage de fissures au sein des nodules des grains <101> en fatigue.

Références bibliographiques

Références

[1] R.R. B, H.W. R. Beta Titanium Alloys in the 1980's. TMS/AIME, 1984. p.436.

[2] Boyer RR. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 1996;213:103.

[3] Boyer RR, Briggs RD. Journal of Materials Engineering and Performance 2005;14:681.

[4] Nyakana SL, Fanning JC, Boyer RR. Journal of Materials Engineering and Performance 2005;14:799.

[5] Titane A. Titane : le matériau. 2011.

[6] Co. TT. Titanium Metals - Titanium Sponge. http://www.toho-titanium.co.jp/en/products/sponge_en.html, 2013.

[7] Thyssenkrupp. Titanium parts in A350. 2012.

[8] Mishin Y, Herzig C. Acta Materialia 2000;48:589.

[9] Bermingham MJ, McDonald SD, Nogita K, John DHS, Dargusch MS. Scripta Materialia 2008;59:538.

[10] Tamirisakandala S, Bhat RB, Tiley JS, Miracle DB. Journal of Materials Engineering and Performance 2005;14:741.

[11] Carman A, Zhang LC, Ivasishin OM, Savvakin DG, Matviychuk MV, Pereloma EV. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2011;528:1686.

[12] Lutjering. Titanium: Springer, 2007.

[13] Vasilescu M, Dobrescu M. Metalurgia International 2010;15:19.

[14] Yoshimura H, Kimura K, Hayashi M, Ishii M, Hanamura T, Takamura J. Materials Transactions Jim 1994;35:266.

[15] Chen ZQ, Li YG, Hu D, Loretto MH, Wu X. Materials Science and Technology 2003;19:1391.

[16] Ohnuma I, Fujita Y, Mitsui H, Ishikawa K, Kainuma R, Ishida K. Acta Materialia 2000;48:3113.

[17] Herichet L. Contribution à la modélisation des transformations de phase dans les alliages de titane. Application à l'alliage betaCEZ. Institut national polytechnique de Lorraine: Institut national polytechnique de Lorraine, 2004. p.178.

[18] Lynn HM. A study of the microstructural and phase evolutions in Timetal 555. Department of Materials Science and Engineering: The Ohio State University, 2004. p.92.

[19] Arabajian NL, Serdobintsev VI, Tavkhelidze VM, Peradze TA, Stamateli YI, Gorgadze KM. Acta Materialia 2009;57:715.

[20] Christ HJ, Senemmar A, Decker M, Prussner K. Sadhana-Academy Proceedings in Engineering Sciences 2003;28:453.

[21] Murakami Y, Matsuoka S. Engineering Fracture Mechanics 2010;77:1926.

[22] Ivasishin OM, Markovsky PE, Semiatin SL, Ward CH. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2005;405:296.

[23] Jones NG, Dashwood RJ, Jackson M, Dye D. Acta Materialia 2009;57:3830.

[24] Jones NG, Dasbwood RJ, Jackson M, Dye D. Scripta Materialia 2009;60:571.

[25] Bruneseaux F, Aeby-Gautier E, Geandier G, Teixeira JDC, Appolaire B, Weisbecker P, Mauro A. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2008;476:60.
[26] Teixeira JD, Appolaire B, Aeby-Gautier E, Denis S, Cailletaud G, Spath N. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2007;448:135.
[27] Teixeira JD, Appolaire B, Aeby-Gautier E, Denis S, Hericher L. Computational Materials Science 2008;42:266.
[28] Appolaire B, Hericher L, Aeby-Gautier E. Acta Materialia 2005;53:3001.
[29] Evans WJ. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 1998;243:89.
[30] Lutjering G. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 1998;243:32.
[31] Ivasishin OM, Markovsky PE, Teliovich RV, Matviychuk YV. Development in Light Metals: Science, Technology and Application 2000;188:63.
[32] Jones NG, Dashwood RJ, Dye D, Jackson M. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2008;490:369.
[33] J.Delfosse. Forgeage β du Ti17 Propriétés en fatigue. vol. PHD. Paris: Ecole central Paris, 2005. p.244.
[34] Prima F. Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane béta-métastable. Laboratoire de Métallurgie et Phisico et Chimie des matériaux, vol. Doctorate: I.N.S.A. de Rennes, 2000. p.238.
[35] Da Costa Texeira J. Etude expérimentale et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l'alliage de titane Ti17. Ecole Doctorale Energie Mécanique Matériaux, vol. Doctorate. Nancy: Institut National Polytechnique de Lorraine, 2005. p.220.
[36] Combres Y, Champin B. Traitements thermiques des alliages de titane. Technique de l'ingénieur, 1999.
[37] Bache MR. International Journal of Fatigue 1999;21:S105.
[38] Evans WJ, Eng F. Microstructure and texture in an alpha/beta titanium alloy and their impact on mechanical response. 2007. p.3589.
[39] Fanning JC. Properties of TIMETAL 555 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.6Fe). Symposium on Beta Titanium Alloys held at the 2005 TMS Annual Meeting and Exhibition. San Francisco, CA: Asm International, 2005. p.788.
[40] Clement N, Lenain A, Jacques PJ. Jom 2007;59:50.
[41] Awade E. Rôle des facteurs microstructuraux sur l'endommagement par fatigue de l'alliage de titane b-CEZ - Effet de la température et de l'environnment. SP2MI, vol. PHD: Université de Poitiers, 1995.
[42] Ankem S, Greene CA. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 1999;263:127.
[43] J.A. H. Fatigue crack initiation in alpha-beta titanium alloys. International journal of fatigue, vol. 19, 1997. p.S23.
[44] D.K. B, J.C. G, G.G. S. Metal transactions 3A, 1962. p.1239.
[45] Bürgers WG. Metallwirstchaft. 1934. p.785.
[46] Hayes M. Journal of Elasticity 1972;2:135.
[47] Flowers JM, O'Brien KC, McEleney PC. Journal of the less-common metals 1964;7:393.

[48] Gerday AF, Ben Bettaieb M, Duchene L, Clement N, Diarra H, Habraken AM. European Journal of Mechanics a-Solids 2011;30:248.
[49] Bridier F. Analyse expérimentale des modes de déformation et d'endommagement par fatigue à 20°C d'alliages de titane. Aspects cristallographiques à différentes échelles. Département de Physique et mécanique des Matériaux: ENSMA, 2006.
[50] Naka S, Lasalmonie A. Journal of Materials Science 1983;18:2613.
[51] Naka S, Kubin LP, Perrier C. Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 1991;63:1035.
[52] Bridier F, Villechaise P, Mendez J. Acta Materialia 2005;53:555.
[53] Bridier F, Villechaise P, Mendez J. Acta Materialia 2008;56:3951.
[54] Nemat-Nasser S, Guo WG, Cheng JY. Acta Materialia 1999;47:3705.
[55] Clément N. Phase transformations and mechanical properties of the Ti-5553 beta-metastable titanium alloy. Institut de Mécanique, Matériaux et génie civil, vol. PhD: Ecole polytechnique de Louvain, 2010. p.324.
[56] BETTAIEB MB, Lenain A, Harbraken AM. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 2012.
[57] Castany P, Pettinari-Sturmel F, Crestou J, Douin J, Coujou A. Acta Materialia 2007;55:6284.
[58] Porter DA, Easterling KE. Phase transformations in metals and alloys: CRC press, 2004.
[59] Plichta MR, Aaronson HI. Acta Metallurgica 1980;28:1041.
[60] Suri S, Viswanathan GB, Neeraj T, Hou DH, Mills MJ. Acta Materialia 1999;47:1019.
[61] Savage MF, Tatalovich J, Mills MJ. Philosophical Magazine 2004;84:1127.
[62] Escale N. Etude par MET des microstructures et des micromecanismes de déformation d'alliages de titane beta-metastable. vol. PhD: Université de Toulouse, 2012.
[63] Villechaise P, Mendez J. Plasticity, Failure and Fatigue in Structural Materials-from Macro to Nano: Proceedings of the Hael Mughrabi Honorary Symposium 2008:35.
[64] Bantounas I, Dye D, Lindley TC. Acta Materialia 2009;57:3584.
[65] Uta E, Gey N, Bocher P, Humbert M, Gilgert J. Journal of Microscopy-Oxford 2009;233:451.
[66] Bantounas I, Lindley TC, Rugg D, Dye D. Acta Materialia 2007;55:5655.
[67] Bantounas I, Lindley TC, Rugg D, Dye D. Acta Materialia 2007;55:5655.
[68] Bache MR, Evans WJ, Suddell B, Herrouin FRM. International Journal of Fatigue 2001;23, Supplement 1:153.
[69] Germain L, Gey N, Humbert M, Bocher P, Jahazi M. Acta Materialia 2005;53:3535.
[70] Germain L, Gey N, Humbert M, Vo P, Jahazi M, Bocher P. Acta Materialia 2008;56:4298.
[71] Evans WJ, Jones JP, Whittaker MT. International Journal of Fatigue;27:1244.
[72] Gurao NP, Ali A A, Suwas S. Materials Science and Engineering: A 2009;504:24.
[73] Settefrati A. Etude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de alpha dans les alliages de titane beta-métastables. SI2M, vol. PHD: Université de Lorraine, 2012.
[74] Ivasishin OM, Markovsky PE, Matviychuk YV, Semiatin SL, Ward CH, Fox S. Journal of Alloys and Compounds 2008;457:296.
[75] Karasevskaya OP, Ivasishin OM, Semiatin SL, Matviychuk YV. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2003;354:121.
[76] Huang J, Wang ZR, Xue KM. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2011;528:8723.

[77] Stinville JC. Evolution des microstructures et textures locales par nitruration plasma de l'acier 316L. Répercussion sur sa durabilité en fatigue. ENSMA, 2010.
[78] Villechaise P, Sabatier L, Girard JC. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 2002;323:377.
[79] Akhtar A, Teghtsoonian E. Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 1975;6:2201.
[80] Conrad H. Progress in Materials Science 1981;26:123.
[81] Lenain A. Relationship between thermomecanical processing microstructure and mechanical properties of the beta metastable Ti-LCB Alloy. vol. PhD: Université catholique de Louvain, 2006.
[82] Ivasishin OM, Markovsky PE, Semiatin SL, Ward CH. Materials Science and Engineering: A 2005;405:296.
[83] Ledbetter H, Ogi H, Kai S, Kim S, Hirao M. Journal of Applied Physics 2004;95:4642.
[84] Luquiau D, Feaugas X, Clavel M. Materials science & engineering. A, Structural materials : properties, microstructure and processing 1997;224:146.
[85] Huang J, Wang ZR, Zhou J. Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 2011;42A:2868.
[86] Lewis AC, Qidwai SM, Geltmacher AB. Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 2010;41A:2522.

Résumé :

L'amélioration des performances spécifiques des alliages métalliques de l'aéronautique est une démarche constante. Les alliages de titane sont des matériaux privilégiés par les constructeurs aéronautiques car ils allient hautes propriétés mécaniques et faible densité. Parmi ces matériaux, les alliages β-métastables qui ont pour particularité de retenir jusqu'à 40% de phase β connaissent un fort regain d'intérêt pour les motoristes (Ti-17) comme pour des applications de structure type trains d'atterrissage (Ti-5553 et Ti-10-2-3).

Ce travail a pour but d'analyser le comportement mécanique et la durabilité de ces alliages soumis à des sollicitations monotones et cycliques en lien avec les microstructures. Des essais mécaniques ont pour cela été développés à partir de différentes microstructures métallurgiques qu'elles soient issues d'un traitement industriel ou spécifique visant à simplifier ces dernières. Les mécanismes de déformation (systèmes de glissement) et d'endommagement (amorçage de fissures) ont été identifiés et analysés à différentes échelles par microcopie optique et électronique à balayage en intégrant les notions d'orientation cristallographique (EBSD). Le recours à des essais réalisés *in situ* sous microscope (optique et MEB) et à une métrologie adaptée aux échelles pertinentes a permis d'identifier les éléments microstructuraux clés et les cinétiques de développement de ces processus. Un des faits marquants est le rôle majeur de l'anisotropie de propriétés mécaniques de la phase β qui a également fait l'objet de simulations numériques.

Mots clés : Alliages de titane β-métastable, Ti-5553, Ti-17, Ti-10-2-3, mécanismes de déformation, systèmes de glissement, amorçage de fissures de fatigue, anisotropie de propriétés, MEB, EBSD, déformation *in situ*, corrélation d'images.

Abstract:

The improvement of specific performances of metallic materials used for aerospace applications needs continuous researches and developments. Titanium alloys are materials of choice for aerospace companies thanks to their high mechanical properties and low density. Among them, the β-metastable alloys that retain up to 40% of β phase are more and more introduced in aircraft engines (Ti-17) and for structural parts (e.g. landing gears in Ti-5553 and Ti-10-2-3).

This work aims to analyse the mechanical behaviour and durability of these alloys submitted to monotonic or cyclic loadings. Mechanical tests have been developed on different industrial microstructures as on academic simplified ones produced by specific thermal treatments. Deformation mechanisms (slip systems) and damage processes (cracks initiation) were identified and analyzed at different scales using microscopes (optical and SEM) and crystallographic features were studied by EBSD. Specific *in situ* tests performed under microscopes (optical and SEM) and digital images correlation techniques at scales of interest have permitted to identify and to quantify the key microstructural parameters and the kinetics of these processes. One major result concerns the influence of the anisotropy of mechanical properties associated to the β phase.

Key word : β-metastable titanium alloys, Ti-5553, Ti-17, Ti-10-2-3, deformation mechanisms, slip systems, fatigue crack initiation, properties anisotropy, SEM, EBSD, *in situ* mechanical tests, digital image correlation.