



HAL
open science

**Effet dwell: relation
microstructure-microtexture-propriétés mécaniques de
l'alliage de titane Ti6242**

Immanuel Freiherr von Thungen

► **To cite this version:**

Immanuel Freiherr von Thungen. Effet dwell: relation microstructure-microtexture-propriétés mécaniques de l'alliage de titane Ti6242. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2016. Français. NNT: 2016ESMA0027 . tel-01486574

HAL Id: tel-01486574

<https://theses.hal.science/tel-01486574v1>

Submitted on 10 Mar 2017

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

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

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de

**DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE
ET D'AÉROTECHNIQUE**

(Diplôme National - Arrêté du 25 mai 2016)

École Doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et Aéronautique

Secteur de Recherche :

Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Immanuel Freiherr von Thüngen

**Effet dwell : relation microstructure - microtexture - propriétés mécaniques
de l'alliage de titane Ti6242**

Directeur de thèse : **P. VILLECHAISE**

Soutenue le 18 novembre 2016

JURY

Florence PETTINARI-STURMEL	Professeur - Université Paul Sabatier Toulouse	Président
Frédéric PRIMA	Professeur - Chimie ParisTech	Rapporteur
Thierry GLORANT	Professeur - INSA Rennes	Rapporteur
Georges CAILLETAUD	Professeur - Mines ParisTech	Examineur
Pierre DELALEAU	Ingénieur Matériaux - Safran Aircraft Engines	Examineur
Patrick VILLECHAISE	DR CNRS - Institut Pprime Poitiers	Examineur

“It is a capital mistake to theorize before one has data. Insensibly one begins to twist facts to suit theories, instead of theories to suit facts.”

Sherlock Holmes

A Scandal in Bohemia

Remerciements

Je tiens à remercier vivement les personnes qui m'ont aidé, guidé et soutenu durant ces années de thèse. La liste est longue car cette thèse a été une vraie ouverture vers le monde industriel et académique.

Je remercie en premier lieu les membres du jury, Florence Pettinari-Sturmel qui l'a présidé, Thierry Gloriant et Frédéric Prima pour leur analyse approfondie du manuscrit et les remarques pertinentes formulées dans leur rapport, et Georges Cailletaud qui a examiné mon travail de son point de vue de mécanicien et de numéricien. Tous m'ont fait l'honneur de leur participation très active à la soutenance.

Cette thèse a été réalisée dans le cadre d'une convention CIFRE avec Safran Aircraft Engines (anciennement Snecma). Je tiens donc à remercier Pierre Delaleau, Mickaël Piellard, Marjorie Cavarroc, Bénédicte Bonnet, Alexandre Dalloz, Marion Derrien, Blandine Barbier, Jean-Michel Franchet, Jean-Yves Guedou, Béatrice Peltier et Nadine Späth pour leurs encouragements, leur encadrement, leurs conseils et leur réflexion notamment lors des diverses réunions d'avancement, et pour certains leur présence lors de la soutenance.

Par ailleurs, je tiens à souligner l'apport bénéfique de la collaboration avec le Centre des Matériaux des Mines ParisTech à travers la thèse de Konstantin Kuzmenkov préparée en parallèle de la mienne.

Mes travaux de thèse, réalisés au Département de Physique et Mécanique des Matériaux de l'Institut Pprime, ont été extrêmement enrichissants. Je tiens donc à remercier chaleureusement tous les collaborateurs du laboratoire, Florence, Anne-Laure, Guillaume, David, Denis, Jacques, Gérard, Laurent, Jean-Louis, Damien, Florent, Médéric, Brigitte, Eliane, Francine et bien d'autres pour leur aide, leur disponibilité et leur patience.

J'ai également particulièrement apprécié d'avoir eu la possibilité d'enseigner en tant que vacataire et ATER. Je remercie donc les enseignants, les professeurs et les élèves de l'ENSMA pour cette expérience.

J'ai été heureux de découvrir des domaines de recherche divers et variés et des activités inconnues jusqu'alors grâce aux doctorants tels que Timothée, Thomas, José, Benoit, Thibault, Aurélien, Julien, Clara, Jean-Briac, Baptiste, Aline, Mathieu, Rémi, Fanny, Camille, Stéphane, Aude et tant d'autres.

J'exprime toute ma gratitude à Patrick Villechaise pour avoir dirigé ma thèse, m'avoir guidé et conseillé tant dans les domaines professionnels que personnels, de m'avoir formé à l'EBSD, et plus généralement pour toutes les compétences et connaissances qu'il a pu me transmettre. Je remercie par la même occasion son collègue de bureau, Jonathan Cormier, de m'avoir proposé cette thèse. Merci à vous deux pour votre amitié.

Je remercie enfin ma famille, ma mère, mon père, mes trois frères, ma grand-mère, mon épouse et mes beaux-parents. Vous m'avez encouragé du début à la fin et ainsi fait profiter pleinement du plaisir qu'est la thèse.

Contenu

Introduction générale.....	13
Chapitre 1 Etude bibliographique	17
1 Rappels généraux sur les alliages de titane	18
1.1 La cristallographie du titane	18
1.2 Les alliages de titane	19
1.2.1 Les éléments d'alliages.....	19
1.2.2 Le Ti6242 et Ti6242Si.....	20
1.2.3 Autres phases possibles	21
1.3 Microstructures métallurgiques des alliages de titane	22
1.3.1 La microstructure lamellaire.....	23
1.3.2 La microstructure bimodale.....	25
1.3.3 La microstructure équiaxe	26
1.3.4 Remarques sur la microstructure lamellaire	26
1.4 Les modes de déformation.....	28
1.4.1 Anisotropie élastique	28
1.4.2 Déformation plastique du titane par maclage	29
1.4.3 Les systèmes de glissement au sein des phases α et β	30
1.4.4 Activation des systèmes de glissement dans la phase α	31
1.4.5 Transmission du glissement entre α et β	34
1.4.6 Morphologie du glissement	39
1.4.7 L'interface α/β	40
1.4.8 Localisation des premiers stades de plasticité	42
2 L'« effet » dwell dans les alliages de titane : Un problème historique « ancien »	43
3 Etude du fluage « à froid » des alliages de titane	47
3.1 Le fluage à froid du titane	47
3.2 Le fluage à l'origine de l'effet dwell ?	48
3.3 Interactions entre fluage et fatigue – Influence du temps de maintien.....	49
4 Influence de la composition chimique.....	51
5 Influence de l'hydrogène interne, fragilisation	52
5.1 Influence de la teneur en hydrogène sur l'effet dwell	53
5.2 Effet dwell : origine non clairement identifiée.....	55
6 Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques.....	56
6.1 Avantages d'une microstructure lamellaire.....	57
6.2 Avantages d'une microstructure bimodale	59
6.3 Liens entre propriétés mécaniques et paramètres microstructuraux	60
6.3.1 Taille de colonie	60
6.3.2 Influence de la cristallographie.....	61
6.3.3 Influence de la microstructure sur l'effet dwell	63
6.4 Effet de la zone et du sens de prélèvement.....	64
6.5 Influence des nodules α_p	66
7 Influence des paramètres d'essai	68
7.1 Influence de la contrainte maximale sur l'abatement en durée de vie.....	68
7.2 Influence du rapport de charge R	69

7.3	Influence du temps de maintien.....	71
7.4	Influence de la vitesse de chargement.....	72
7.5	Effet de la température sur l'effet dwell.....	73
7.6	Effet d'une pré-déformation.....	73
8	Mécanismes de rupture en dwell.....	74
8.1	Facettes de quasi-clivage.....	74
8.2	Configurations microstructurales associées aux plumes.....	77
8.2.1	Orientation cristallographique.....	77
8.2.2	Orientation spatiale.....	78
8.2.3	Taille des facettes.....	78
8.2.4	Site d'amorçage.....	79
8.2.5	Vitesse de propagation de fissure.....	79
8.2.6	Importance relative des phases d'amorçage / propagation.....	80
8.2.7	Création de micro-vides.....	81
8.3	Mécanisme de rupture proposé.....	83
9	Synthèse.....	86
Chapitre 2 Techniques expérimentales.....		87
1	Matière utilisée.....	88
2	Géométries d'éprouvette.....	89
2.1	Eprouvette cylindrique de fatigue.....	89
2.2	Microéprouvette de traction.....	90
2.3	Eprouvette de fatigue à section carrée.....	90
3	Prélèvement des éprouvettes.....	91
4	Préparation de surface.....	94
4.1	Procédure générique.....	94
4.2	Préparation des éprouvettes.....	95
5	Machines d'essai.....	96
5.1	Machines conventionnelles.....	96
5.2	Micromachine.....	96
6	Sollicitations mécaniques.....	97
7	Instrumentation des éprouvettes.....	98
7.1	Les jauges de déformation retenues.....	99
7.2	Validation des jauges de déformation par essais de traction.....	100
7.3	Validation de l'utilisation des jauges de déformation sous MEB.....	101
7.4	Acquisition des données.....	102
7.5	Conclusion.....	102
8	Instruments d'observation et techniques de mesures spécifiques.....	102
8.1	Mesure du champ de déformation dans le plan (Mouchetis).....	103
8.2	Microscope optique interférométrique.....	105
8.3	Détermination de l'orientation cristallographique locale (EBSD).....	107
8.4	Identification des systèmes de glissement activés.....	108

Chapitre 3 Observations à l'échelle macroscopique	113
1 Propriétés en traction monotone.....	114
2 Essais conventionnels de fatigue et de type dwell.....	116
2.1 Quantification de l'abattement de durée de vie en dwell	116
2.2 Equivalence temps-contrainte	120
2.3 Dispersion des résultats	122
3 Observation des faciès de rupture	124
3.1 Identification du site d'amorçage	124
3.2 Faciès de rupture particulier	126
3.2.1 Résultats de l'essai dwell.....	127
3.2.2 Expertise du faciès de rupture avec amorçage sur « plume »	128
3.2.3 Analyse MEB du faciès de rupture	131
3.2.4 Analyse WLI du faciès de rupture	132
3.2.5 Analyse EBSD du faciès de rupture	135
3.2.6 Analyse EBSD de la coupe longitudinale.....	140
4 Essais interrompus croisés entre fatigue et dwell : influence de l'histoire de chargement	145
4.1 Première partie d'essai : précyclage	145
4.1.1 Prélèvement et comportement macroscopique	145
4.1.2 Déformation et endommagement	148
4.2 Deuxième partie d'essai : jusqu'à rupture	153
4.2.1 Dans le cas du précyclage en fatigue.....	153
4.2.2 Dans le cas du précyclage en dwell	155
4.3 Commentaires.....	156
5 Travail sur les éprouvettes à section carrée : précyclage en dwell.....	158
5.1 Précyclage	158
5.2 Observation de la microstructure.....	159
6 Conclusion.....	162
Chapitre 4 Développement d'un outil de traitement d'images apte à repérer des microstructures de type « plume ».....	163
1 Introduction au problème	164
1.1 Rappel terminologique : orientation cristallographique et morphologique	164
1.2 Origine métallurgique des colonies et des plumes	165
1.3 Localisation à l'échelle du disque	166
1.4 Introduction au traitement d'images.....	169
2 Principes de l'algorithme développé	171
2.1 Première approche : identification/individualisation des lamelles	171
2.2 Deuxième approche : détection de la texture.....	176
2.2.1 Les outils	176
2.2.2 L'algorithme de calcul.....	178
3 Analyse de l'orientation morphologique à l'aide de la FFT.....	182
3.1 Calcul des cartes d'orientation morphologique et d'enchevêtrement champ par champ en utilisant la FFT.....	183
3.1.1 Calcul de l'orientation morphologique	184
3.1.2 Calcul d'un indice d'enchevêtrement	186

3.1.3	Compression des données par Binning.....	189
3.2	Assemblage des cartes de l'orientation morphologique et d'enchevêtrement.....	191
3.3	Repérage des colonies, association des plumes.....	191
3.3.1	Les sous-étapes de l'algorithme	191
3.3.2	Exemple de résultat	194
3.4	Quantification des plumes	197
3.4.1	Exemple de quantification	197
3.4.2	Comptage des « couches ».....	198
3.5	Confrontation à une donnée physique : l'orientation cristallographique.....	200
3.5.1	Acquisition de l'orientation cristallographique	200
3.5.2	Comparaison EBSD – Traitement d'images.....	201
3.6	Lien entre la morphologie et le comportement en dwell	203
3.7	Pour aller plus loin :	204
4	Synthèse sur le traitement d'images	205

Chapitre 5 Analyse quantitative multi-échelles de la microstructure : aspects morphologiques et cristallographiques 207

1	Analyse de la microstructure α primaire	208
1.1	Analyse de la texture, identification des composantes cristallographiques.....	208
1.1.1	Zones de prélèvement et d'étude	209
1.1.2	Texture cristallographique globale	210
1.1.3	Détermination des composantes cristallographiques	212
1.1.4	Analyse dans la profondeur	219
1.2	Construction de données numériques	222
1.2.1	Le set de 1 000 points représentatifs.....	222
1.2.2	Le set de 1 000 points aléatoires.....	225
2	Analyse de la phase β	226
2.1	Rappel de l'intérêt théorique	226
2.2	Méthode expérimentale	227
2.3	Configuration cristallographique de la plume n°11	228
3	Synthèse du chapitre.....	230

Chapitre 6 Mécanismes de déformation du matériau à l'échelle des lamelles, colonies et plumes 231

1	Essai de traction in situ sous WLI.....	232
1.1	Hétérogénéités de déplacement hors plan	232
1.2	Influence de la microstructure	236
1.3	Etude de la déformation à l'échelle des bandes de glissement.....	240
2	Essai de traction in situ avec mouchetis	247
2.1	Mesure du champ de déplacement hors-plan	247
2.2	Analyse de la microstructure de l'éprouvette	248
2.3	Mesure du champ de déplacement dans le plan	250
2.3.1	Essai de traction « étape par étape ».....	250
2.3.2	Corrélation d'images	251
2.4	Résultats de corrélation et Confrontation des résultats	253

2.4.1	Interprétation du champ de déplacement hors-plan	254
2.4.2	Interprétation du champ de déformation longitudinal	255
3	Essai de traction in situ sous MEB	259
3.1	Présentation éprouvette et essai	259
3.2	Suivi des bandes de glissement	260
3.3	Analyse des systèmes de glissement activés	261
3.4	Sur la morphologie du glissement	267
4	Essai de fluage in situ	270
4.1	Présentation éprouvette et difficultés expérimentales	270
4.2	Suivi des bandes de glissement	276
4.2.1	Morphologie des bandes de glissement	276
4.2.2	Nombre de bandes de glissement	278
4.3	Transmission du glissement entre les phases α et β	281
5	Essai dwell in situ sous MEB	283
5.1	Présentation de l'essai	283
5.2	Suivi de différentes zones.....	285
5.3	Analyse des activités plastiques en fonction de la microstructure	289
6	Conclusions	290
7	Perspectives : essais sur des éprouvettes précyclées déjà existantes	290
	Synthèse et perspectives	291
	Annexes	295
1	Effet des éléments d'alliage	296
2	Adaptation / Conception de montages.....	301
	Références bibliographiques.....	303

Introduction générale

Quatrième métal le plus abondant dans la croûte terrestre après le fer, l'aluminium et le magnésium, le titane est devenu incontournable dans de nombreux domaines. Plus de 95 % de la production mondiale est utilisée sous forme d'oxyde (TiO_2) en tant qu'agent de blanchiment du papier et des peintures. Seuls quelques pour cent sont transformés en titane métallique grâce au procédé Kroll. L'usage des alliages de titane met à profit leurs propriétés intrinsèques avantageuses (faible densité, propriétés mécaniques élevées, tenue à la corrosion, biocompatibilité, amagnétisme, etc.). Les plus grands utilisateurs sont les industries maritimes, aéronautiques et aérospatiales, qu'elles soient civiles ou militaires.

Dans le domaine aéronautique, les alliages de titane sont notamment utilisés pour fabriquer des pièces de structure fortement sollicitées telles que certains éléments constituant les mâts de réacteur ou les trains d'atterrissage, les disques de compresseur de turboréacteurs ou encore des aubes de compresseur et/ou de soufflante. Les autres matériaux disponibles pour ces applications tels que les aciers à haute résistance et les superalliages de nickel sont écartés en raison de leur masse volumique élevée et/ou de leur faible résistance à la corrosion. Les alliages d'aluminium, quant à eux, ont une résistance mécanique spécifique plus faible et une tenue à température élevée très limitée. Les composites ont remplacé les alliages de titane sur certaines pièces grâce à leur grande résistance mécanique spécifique, leur faible coût et leur mise en œuvre relativement simple. Ces nouveaux matériaux présentent également des limites en ce qui concerne les températures d'utilisation, la réparabilité, le recyclage, et la résistance aux impacts.

Dans ce contexte général, les études se poursuivent dans toutes les branches de la filière titane, en allant de l'élaboration du lingot au traitement thermique final de la pièce, en passant par exemple par la conversion du lingot en demi produit, le forgeage des pièces, leur assemblage et leur usinage, mais aussi leur contrôle par des méthodes non destructives. Pour le dimensionnement des pièces la maîtrise du comportement mécanique des alliages de titane et de leur durabilité en relation avec les microstructures est nécessaire. En effet, une grande partie des pièces réalisées en titane sont des pièces dites « critiques », leur défaillance étant interdite. Elles sont donc dimensionnées avec des facteurs de sécurité très importants ce qui contribue d'ailleurs à une augmentation de leur masse et de la consommation en carburant des avions.

Le présent travail s'intéresse à l'effet « dwell », phénomène connu depuis 40 ans et pourtant mal maîtrisé. Celui-ci peut réduire considérablement les durées de vie dès lors qu'un temps de maintien du chargement est introduit dans le cycle de fatigue. Ce type de sollicitation peut être rencontré par exemple dans les disques compresseurs des turbomachines aéronautiques. Plusieurs incidents en vol ont été rapportés et poussent les motoristes à considérer cet effet lors du dimensionnement des composants. Ce manuscrit présente les travaux essentiellement expérimentaux visant à analyser les

mécanismes de déformation et d'endommagement, sous chargement dwell, à différentes échelles et en lien avec la microstructure métallurgique de l'alliage considéré.

Des rappels généraux sur le titane et ses alliages, une introduction à l'effet dwell ainsi qu'une étude bibliographique détaillée des modes de déformation et des différents paramètres influant sur la durée de vie en dwell feront l'objet du **chapitre 1**. L'alliage de titane Ti6242 étudié y sera également présenté.

Le **chapitre 2** présentera en particulier les techniques expérimentales utilisées lors de cette thèse, notamment les géométries d'éprouvette, les méthodes de préparation, les machines d'essais et les instruments et techniques de mesure déployés pour les essais et les analyses à différentes échelles.

Les propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique seront décrites au **chapitre 3**. Les essais, réalisés sur des éprouvettes « massives » démontreront que le comportement et la rupture sous conditions dwell sont fortement liés à la microstructure de l'alliage Ti6242. Des éléments microstructuraux particuliers participant activement au processus dwell seront mis en évidence.

La microstructure de l'alliage étudié, complexe en raison des deux phases constitutives et des multiples échelles à considérer sera caractérisée. Pour cela, différentes méthodes de traitement d'images seront comparées au **chapitre 4**. Une méthode basée sur la transformée de Fourier rapide (FFT) sera implémentée. Elle permettra la quantification de la microstructure au niveau morphologique.

L'analyse approfondie des orientations cristallographiques sera exposée au **chapitre 5**. La texture de la phase α ainsi que ses composantes seront déterminées. Les relations d'orientation entre la phase α et la phase β seront également étudiées dans un cas particulier.

Le **chapitre 6** sera consacré aux essais *in situ* en condition de traction, de fluage et de dwell. Les mécanismes de déformation seront caractérisés à plusieurs échelles et au sein des différents types de microstructure.

Enfin une conclusion générale et des perspectives seront proposées.

Ce travail a été réalisé en parallèle de celui développé en thèse par Konstantin Kuzmenkov au Centre des Matériaux, Mines Paristech [« Étude de l'effet du temps de maintien sur le comportement et la rupture de l'alliage Ti-6242 »]. Son étude, essentiellement numérique, a permis d'intégrer l'effet de la viscosité dans une approche macro-micro. Les simulations réalisées ont permis d'établir les

champs de contrainte et de déformation à l'échelle d'éléments microstructuraux particuliers favorisant localement l'amorçage de fissures. Les éléments introduits dans ce travail étaient issus, sous une forme simplifiée, des résultats établis dans le présent travail.

Chapitre 1

Etude bibliographique

Ce chapitre bibliographique commence par un rappel général concernant le titane et ses alliages, et présente plus en détail leurs modes de déformation au point 1. La problématique « dwell » est ensuite introduite au point 2, l'aptitude à fluer de certains alliages de titane dès la température ambiante étant traitée au point 3. L'influence sur cet effet des différents paramètres tels que la composition chimique, l'hydrogène interne, les microstructures et le type d'essais mécaniques est présentée successivement dans les points 4 à 7 avant d'aborder les mécanismes de rupture au point 8.

1 Rappels généraux sur les alliages de titane

Cette partie est dédiée au rappel d'un certain nombre d'informations nécessaires à la compréhension du travail présenté dans ce manuscrit concernant le titane et ses alliages. Seules les notions indispensables au lecteur pour aborder la suite du sujet sont reprises.

En ce sens, il est seulement rappelé que l'élément chimique n°22, le titane, a été découvert par William Gregor à la fin du 18^{ième} et qu'il est utilisé aujourd'hui dans de nombreuses applications en raison de ses bonnes propriétés mécaniques et chimiques lorsqu'il est allié à d'autres éléments. Le lecteur désirant s'informer de manière plus générale sur l'histoire, le marché et les applications industrielles du titane et de ses alliages pourra se reporter par exemple aux chapitres 1 et 3 (pages 2 - 14 et 53 - 174) du livre *Titanium* de G. Lütjering [1], ou encore à la partie introductive ou aux annexes de diverses thèses [2]–[7].

1.1 La cristallographie du titane

Pour l'homme du métier, il est bien connu que le titane pur admet une transformation allotropique à 882 °C. Au-dessus de cette température, il se trouve sous la forme d'une maille cubique centrée de paramètre de maille de 3,320 Å nommée phase β . En-dessous de cette température dite de transus β , la phase α du titane est hexagonale pseudo-compact de paramètre de maille $a = 2,950$ Å et de rapport $c/a = 1,587$ légèrement inférieur à la valeur théorique de compacité idéale de 1,633. Les plans prismatiques de la phase α sont ainsi plus denses que dans le cas théorique [3] et favorisent ainsi le glissement plastique, ce qui aura de l'importance comme cela sera montré par la suite (cf. § 1.4 « Les modes de déformation »)

La particularité de cette transformation de phase est qu'elle a lieu par cisaillement et que les deux phases respectent la relation d'orientation de Burgers [8]. Pour les alliages de titane, il se produit le même type de transformation allotropique. La relation d'orientation cristallographique de Burgers est alors également vérifiée pendant et après la transformation. Ainsi, si une fraction de phase β est retenue à température ambiante, les deux phases sont le plus souvent en relation d'orientation de Burgers.

Cette relation d'orientation implique que le plan de base (0001) de la maille hexagonale correspond à un des six plans {110} de la maille cubique centrée et qu'une direction $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ de la maille hexagonale coïncide avec une des directions $\langle 111 \rangle$ de la maille cubique. La figure 1-1 ci-dessous reprend schématiquement ces relations. Douze variants de la phase α d'orientation cristallographique différente peuvent se former à partir d'une seule orientation de la phase β . En général, seul un nombre limité de variants α apparaît. Cette sélection s'effectue par un principe de minimisation des énergies d'interfaces. Ainsi, par exemple, le variant de phase α se formant aux joints de grains β est plutôt celui qui est en relation de Burgers avec un des deux grains et qui minimise la désorientation par rapport aux variants dans l'autre grain β [9]. De plus, dans ce cas, les variants favorisés dans les deux grains ont des axes $\langle c \rangle$ parallèles [10]. La sélection de variants dépend ainsi entre autres de la texture cristallographique de la phase β à haute température et de la morphologie des joints de grains β . Elle induit également une texture cristallographique de la phase α parfois très marquée [11].

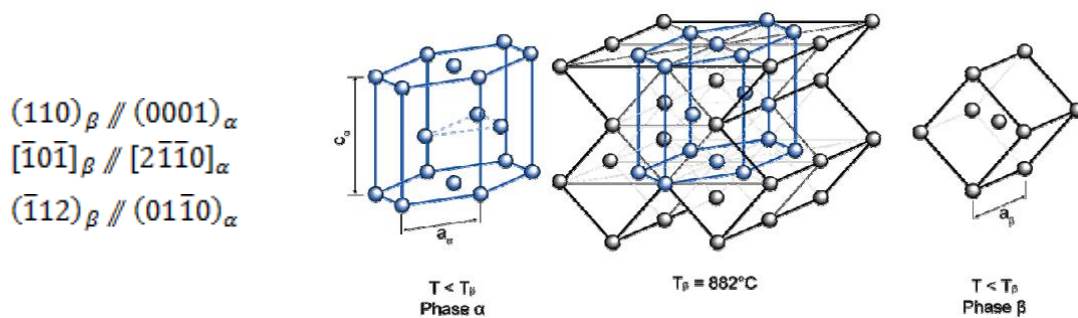


Figure 1-1 Relation d'orientation cristallographique de la transformation allotropique du titane avec la phase mère β cubique centrée [11]

On remarque qu'à l'inverse, il n'existe que six possibilités de phase β à partir d'une orientation de phase α donnée [12].

1.2 Les alliages de titane

Il s'agit ici de reprendre brièvement les informations sur la composition chimique des divers alliages de titane en mettant l'accent sur l'alliage central de cette étude, le Ti6242.

1.2.1 Les éléments d'alliages

Afin d'optimiser les propriétés physiques et mécaniques du titane pur, divers éléments tels que l'aluminium (Al), l'étain (Sn), le zirconium (Zr), le molybdène (Mo), le vanadium (V), le niobium (Nb), le fer (Fe), le chrome (Cr), le manganèse (Mn), le silicium (Si) sont ajoutés dans des proportions

variées pour constituer des alliages. La teneur en ces éléments varie en général entre 0,1 % et 15 % en masse pour les nuances couramment utilisées et listées dans le tableau 1-1.

Nom	Type	T _p	Al	Sn	Zr	Mo	V	Nb	Fe	Cr	Mn	Si	Al _{eq}	Mo _{eq}
TA5E	α	1040	5	2,5	-	-	-	-	-	-	-	-	5,8	0
IMI 685, TA6ZD		1025	6	-	5	0,5	-	-	-	-	-	0,2	6,8	0,5
IMI 829		1015	5,5	3,5	3	0,3	-	1	-	-	-	0,3	7,2	0,6
TA8DV		1040	8	-	-	1	1	-	-	-	-	-	8	1,7
Ti 6242 Si	quasi-α	995	6	2	4	2	-	-	-	-	-	0,1	7,3	2
IMI 679		950	2,2	11	5	1	-	-	-	-	-	0,2	6,7	1
IMI 834			5,8	4	3,5	0,5	-	0,7	-	-	-	0,35	7,7	0,7
Ti 1100			6	2,7	4	0,4	-	-	-	-	-	0,45	7,6	0,4
Ti 6246	α/β	945	6	2	4	6	-	-	-	-	-	-	7,3	6
TA3V		935	3	-	-	-	2,5	-	-	-	-	-	3	1,7
TA6V, IMI 318		990	6	-	-	-	4	-	-	-	-	-	6	2,7
Ti 6222			6	2	2	2	-	-	-	2	-	0,2	7	5,3
IMI 550, TA4DE		950	4	2	-	4	-	-	-	-	-	0,5	4,7	4
IMI 662, TA6VE		945	6	2	-	-	6	-	1	-	-	-	6,7	6,9
Ti8Mn			-	-	-	-	-	-	-	-	8	-	0	--
Protasul 100			6	-	-	-	-	7	-	-	-	-	6	1,9
Ti62S			6	-	-	-	-	-	2	-	-	0,1	6	5,7
SP700			4,5	-	-	2	3	-	2	-	-	-	4,5	9,7
CoRoNa5		925	4,5	-	-	5	-	-	-	1,5	-	-	4,5	7,5
Ti 17, TA5CD4		900	5	2	2	4	-	-	-	4	-	-	6	10,7
Beta-CEZ		890	5	2	4	4	-	-	1	2	-	-	6,3	10,2
Beta III		quasi-β	750	-	4,5	6	11	-	-	-	-	-	2,5	11
TV 13 CA			690	3	-	-	-	13	-	-	11	-	3	27
Transage 134				2,5	2	6	-	12	-	-	-	-	4,2	8
BetaC		β	720	3	-	4	4	8	-	-	6	-	-	3,7
Ti 10 2 3	800		3	-	-	-	10	-	2	-	-	-	3	12,4
Ti 15 3	760		3	3	-	-	15	-	-	3	-	-	4	15
Beta21S			3	-	-	15	-	2,7	-	-	-	0,2	3	15,8
Ti125S			3	-	-	6,2	6	-	5,7	-	-	-	3	26,5
TMZF				-	6	12	-	-	2	-	-	-	1	17,7
Ti LCB				1,5	-	-	6,8	-	-	4,5	-	-	1,5	19,7

* : d'après Tricot (1988), Combres (1991) et Combres (1999)

Tableau 1-1 Principaux alliages de titane : composition chimique (% pondéral [4])

L'effet des éléments d'alliage ainsi que les différents types d'alliage sont discutés plus en détail dans l'annexe n°1.

1.2.2 Le Ti6242 et Ti6242Si

Le Ti6242 ou Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo (composition en pourcentages massiques), introduit en 1967, est un alliage quasi-α. Comme l'IMI 829, il a été spécialement conçu pour présenter une résistance maximale en fluage et est donc dédié à des applications plutôt « hautes températures » jusqu'à 450 °C. L'IMI 829 est cependant utilisable jusqu'à 580 °C [13].

Le Ti6242Si, introduit en 1974, est une version optimisée du Ti6242 pour les applications à haute température. L'ajout de 0,1 % de silicium permet de maximiser la résistance en fluage de l'alliage,

comme le montre la figure 1-2 suivante. Le silicium précipiterait sous la forme de siliciures qui bloqueraient le mouvement des dislocations selon Paton [14][4]. Le Ti6242Si peut être utilisé jusqu'à une température de service de 520 °C [13], voire de 550 °C [15]. Aujourd'hui, on ne trouve quasiment plus que du Ti6242Si et celui-ci est souvent nommé Ti6242.

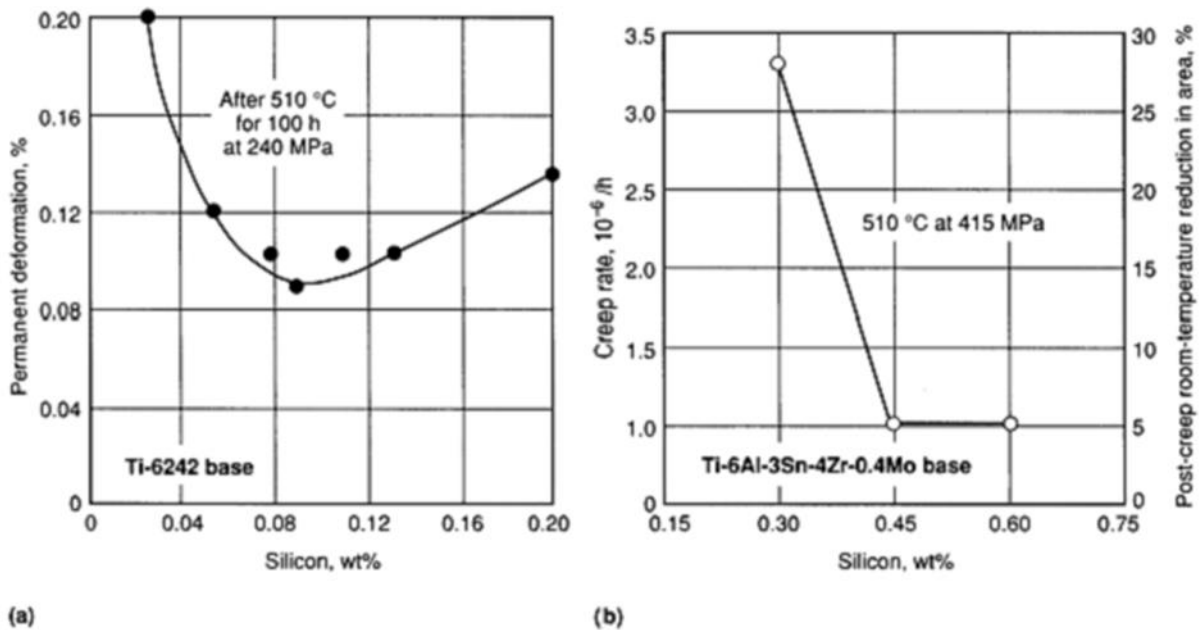


Figure 1-2 (a) : Effet du taux de silicium sur la tenue en fluage du Ti6242 et (b) : du Ti-6Al-3Sn-4Zr-0.4Mo [13]

Le Ti6242 se trouve à la frontière entre les alliages quasi- α et les alliages α/β (voir annexe 1 pour le classement des alliages). Il peut être classé dans l'une ou l'autre des catégories selon le traitement thermomécanique appliqué et donc suivant la microstructure métallurgique résultante. Aux Etats-Unis, le Ti6242 est classiquement présenté comme un alliage « super α ». Au-delà de la composition chimique, la microstructure est optimisée pour atteindre les caractéristiques mécaniques souhaitées. Ceci est détaillé au paragraphe 1.3.

1.2.3 Autres phases possibles

D'autres phases peuvent apparaître dans les alliages de titane comme les phases métastables ω ou β' dans des alliages riches en éléments β -gènes ou encore la phase martensitique hexagonale α' ou orthorhombique α'' lors d'un refroidissement très rapide [1]. Si l'on se focalise sur l'alliage Ti6242 et les alliages de même type, les seules phases secondaires observées sont de type $Ti_3(Al, Sn)$. Des analyses fines de diffraction en microscopie électronique en transmission ont notamment été réalisées par H. Jousset [4] : un grand nombre de précipités de diamètre inférieur à 3 nm ont été observés. Les clichés de diffraction réalisés sur des aiguilles de phase α primaire montrent systématiquement des taches supplémentaires peu intenses. Cette surstructure ordonnée correspond à un réseau hexagonal de paramètre $a' = 2 \cdot a$ et $c' = c$ compatibles avec la phase ordonnée $Ti_3(Al, Sn)$. La figure 1-3 illustre ce

point à partir d'un champ sombre (spot de type $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\alpha_2}$) obtenu sur ces petites zones réparties uniformément au sein des lamelles α .

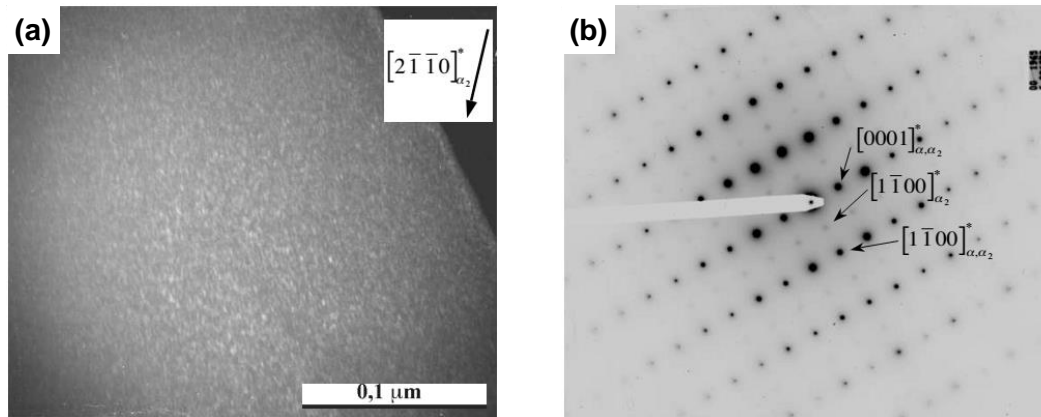


Figure 1-3 (a) Champ sombre sur $[2\bar{1}\bar{1}0]$; (b) Cliché de diffraction correspondant [4]

En faisant varier la teneur en oxygène de 500 à 2 000 ppm sur l'alliage Ti-8,6Al, Gray et al. [16] ont montré que la fraction volumique et la taille des précipités ordonnés Ti_3Al augmentent avec la teneur en oxygène. La précipitation apparaît notamment lors de maintiens prolongés entre 500 et 700 °C. Jousset a également montré sur l'alliage Ti6242 la possibilité de précipitation de type Ti_3Sn [4].

La présence de telles phases secondaires et en particulier de la phase Ti_3Al peut modifier les propriétés mécaniques en traction et en propagation de fissure [16]. Cependant, aucun lien avec l'effet dwell n'a été établi jusqu'à présent. Ces particules, trop petites, ne peuvent être observées grâce aux moyens déployés durant la présente thèse.

1.3 Microstructures métallurgiques des alliages de titane

Le paragraphe précédent a montré que divers types d'alliages de titane peuvent être obtenus en fonction de leur composition chimique. Une des conséquences est la plus ou moins grande fraction de phase β retenue à température ambiante ce qui conditionne, au moins partiellement, la morphologie de la microstructure métallurgique. Cette morphologie dépend également fortement des traitements thermiques, voire thermomécaniques, que l'on fait subir aux alliages durant les phases de mise en forme.

Les alliages α étant constitués à 100 % de phase α à température ambiante présentent une microstructure souvent simple constituée de grains α équiaxes. Les alliages α/β et β peuvent former différentes microstructures en fonction du traitement thermique et/ou thermomécanique subi. Les microstructures typiques des alliages α/β sont présentées ci-après.

1.3.1 La microstructure lamellaire

Après une étape I dite d'homogénéisation au-dessus de la température de transus β , l'étape II consiste généralement à mettre la pièce en forme par plusieurs passes de laminage ou de forgeage (cf. figure 1-4). Cette déformation est réalisée soit à haute température dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$, soit à une température supérieure dans le domaine monophasé β . La microstructure lamellaire, également nommée revenue β , est le résultat de l'étape III suivante : mise en solution dans le domaine β monophasé, suivie d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante à vitesse de refroidissement modérée. Au-dessus de la température de transus β , les grains β recristallisent et connaissent une croissance rapide. Lors du refroidissement, la phase α précipite préférentiellement le long des joints de grains β , formant la phase α_{GB} . A partir de ce liseré plus ou moins continu d' α_{GB} se développent, vers l'intérieur des grains, des colonies de lamelles dites de Widmanstätten notées α_{WGB} . Pour des vitesses de refroidissement faibles, les colonies α_{WGB} envahissent tout le grain β . Pour des vitesses plus élevées, la phase α se développe également au cœur du grain β , formant des sous-colonies de phase α_{WI} . C'est la différence entre les coefficients de diffusion des éléments α -gènes et β -gènes qui impose une croissance de la phase α sous forme lamellaire [3]. La phase β résiduelle à température ambiante se retrouve quant à elle sous forme d'une fine couche confinée entre les lamelles α .

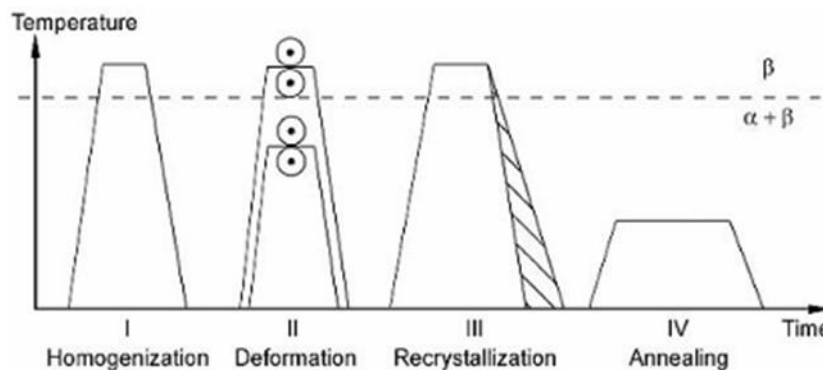


Figure 1-4 Traitement thermomécanique schématique d'une microstructure purement lamellaire revenue β
[1]

Les conditions de mise en solution dans le domaine β vont influencer le type de microstructure obtenue. La température maximale et le temps de maintien vont modifier la taille des grains β . La cinétique de transformation par le biais de la vitesse de refroidissement contrôle la taille de lamelles α , la proportion de lamelles α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} ainsi que leur organisation en colonies ou en vanneries [1], [17], [18]. Une vitesse de refroidissement de 3 à 0,04 °C/s conduit à des lamelles enchevêtrées en vanneries, « basketweave » en anglais [18]. Avec des vitesses de refroidissement plus lentes (0,003 °C/s pour le Ti6242 [17]), on favorise progressivement la formation de lamelles plus épaisses, organisées en colonies α_{WGB} et la formation de α_{GB} . Une illustration de ces effets est donnée par la figure 1-5.

Une dernière étape de revenu à température modérée entre 400 °C et 800 °C, étape IV de la figure 1-4, permet la relaxation de contraintes, le vieillissement ou la précipitation de particules de phase Ti_3Al et de fines lamelles α_s dans la matrice de phase β résiduelle.

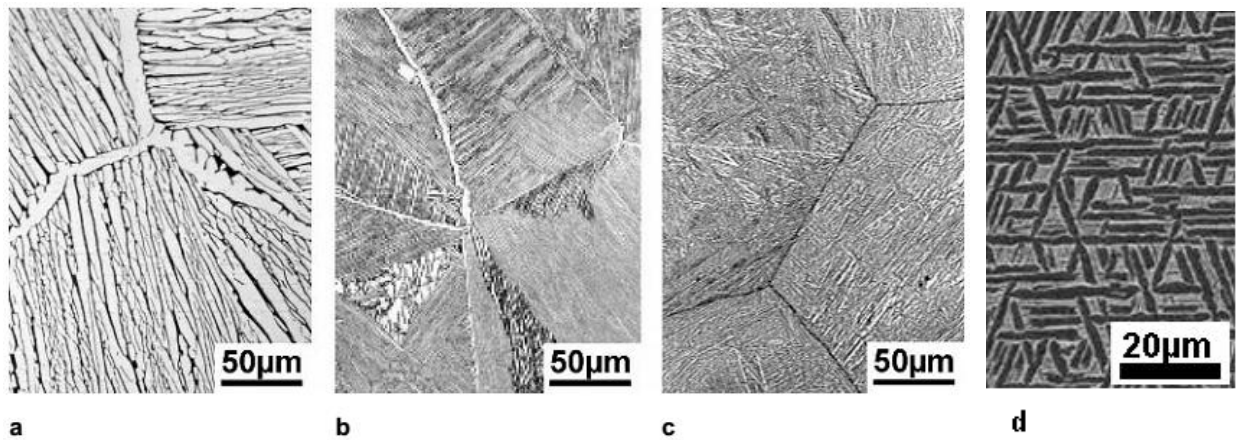


Figure 1-5 Microstructures purement lamellaires du Ti6242 pour différentes vitesses de refroidissement : (a) 1 °C/min, (b) 100 °C/min et (c) 8 000 °C/min en microscopie optique (i.e. phase α en clair) [1] ; (d) microstructure en vannerie par MEB (i.e. phase α en sombre) [2].

Une variante de cette procédure consiste à omettre le traitement de recristallisation dans le domaine β monophasé. La dernière étape de forgeage est alors réalisée dans le domaine β et forme, après refroidissement, la microstructure finale (voir figure 1-6). Ce traitement thermomécanique, très utilisé pour les alliages β , génère une microstructure nommée "forgée β " caractérisée par des ex-grains β dont l'écrasement dépend du mode de mise en forme et du taux de déformation. La largeur des colonies de lamelles α est ainsi limitée à l'épaisseur des grains β et le liseré de α_{GB} est plus discontinu en suivant les joints de grains en « zigzag » générés lors de la mise en forme. La largeur des lamelles ainsi que la longueur des colonies sont influencées par la vitesse de refroidissement après forgeage. La largeur de la phase β résiduelle entre les lamelles α est environ 10 fois plus petite que la largeur des lamelles α . Ceci rend d'ailleurs son étude difficile.

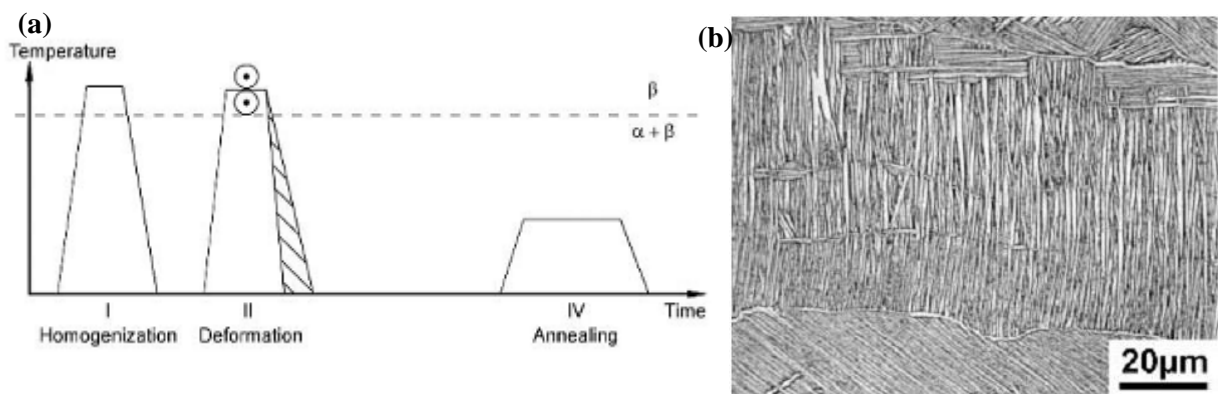


Figure 1-6 Microstructure purement lamellaire forgée β : (a) Traitement thermomécanique schématique ; (b) Ti6242 pour une vitesse de refroidissement de 100 °C/min (Microscope optique) [1]

Les paramètres microstructuraux importants sont la taille des ex-grains β et des lamelles α_p (α primaire) mais aussi l'organisation dans le volume des lamelles. Ces points sont difficiles à quantifier précisément notamment à partir de micrographies obtenues généralement en deux dimensions sur coupe métallurgique. Ils caractérisent en effet la morphologie de la microstructure au sens du degré plus ou moins complexe d'enchevêtrement tridimensionnel entre lamelles isolées ou regroupées par petites ou plus grandes colonies. Cet aspect est pourtant essentiel dans la mesure où cette structuration gouverne pour une part importante le comportement mécanique du matériau.

1.3.2 La microstructure bimodale

Cette microstructure est constituée de nodules de phase α , nommée α_p (α primaire), noyés dans la « phase β transformée », i.e. constituée de colonies de fines lamelles de phase α_s ($\alpha_{\text{secondaire}}$), dans une matrice de phase β (voir figure 1-7). Elle est obtenue par déformation à partir d'une microstructure initialement lamellaire. La déformation des lamelles ainsi que leur recristallisation pendant le traitement de mise en solution ultérieur ont lieu à haute température dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$. Les lamelles α présentes lors de la déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ forment des nodules α_p équiaxes ou allongés. Les colonies de lamelles α_s sont héritées de la transformation de la phase β lors du refroidissement rapide.

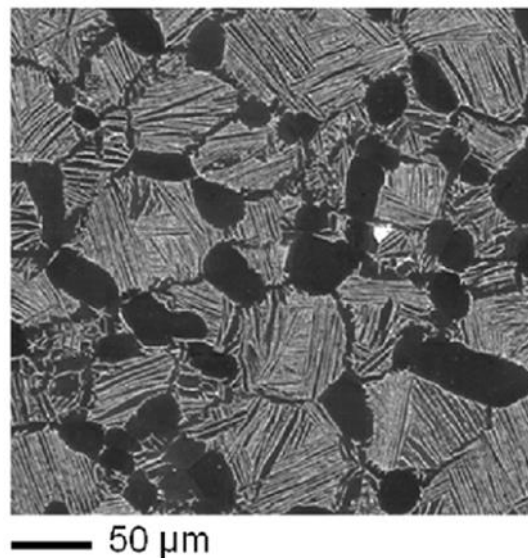


Figure 1-7 Microstructure bimodale observée en MEB [3]

Les paramètres microstructuraux sont influencés par les différentes étapes du traitement thermomécanique : la taille initiale des lamelles définit la taille des nodules. La température de mise en solution et la vitesse de refroidissement permettent de contrôler respectivement la fraction volumique de nodules α_p et la taille des lamelles α_s .

1.3.3 La microstructure équiaxe

Cette microstructure est majoritairement constituée de grains α_p entre lesquels subsiste un résidu de phase β (figure 1-8). Ces grains α_p sont obtenus par déformation d'une structure lamellaire à haute température dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$, suivi d'un traitement de mise en solution. Ce traitement thermomécanique est proche de celui permettant d'obtenir une microstructure bimodale. La différence tient aux conditions de mise en solution :

- La température est très basse ce qui permet la recristallisation directe des lamelles de phase α lors de maintiens très longs. Il est alors possible de tendre vers la fraction volumique de phase α à l'équilibre qui est élevée.

- La vitesse de refroidissement après mise en solution est très faible, limitant ou évitant ainsi la croissance de lamelles α_s dans la phase β .

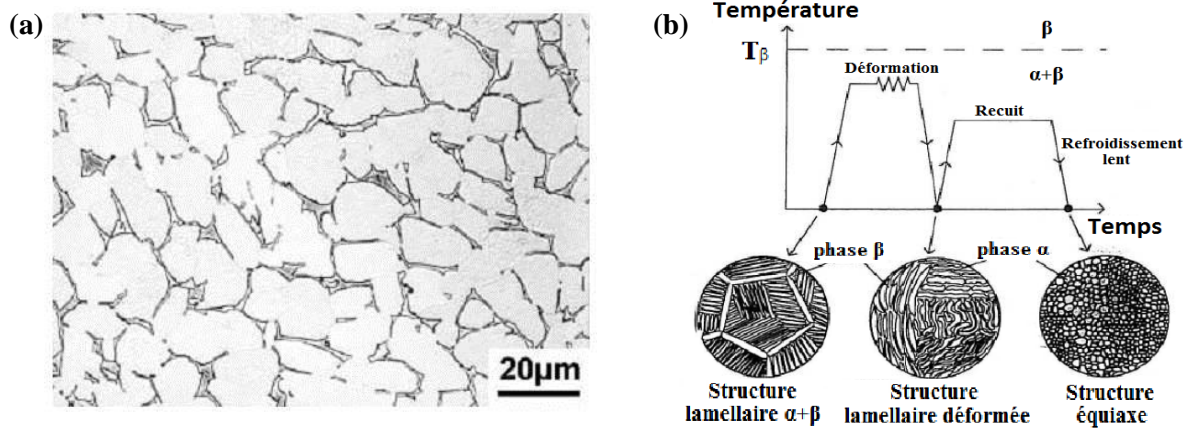


Figure 1-8 (a) Microstructure équiaxe du Ti6242 après un refroidissement lent (microscope optique) [1] ; (b) Traitement thermomécanique schématique associé à l'obtention d'une microstructure équiaxe [3].

1.3.4 Remarques sur la microstructure lamellaire

La proportion de phase β à l'équilibre est très faible dans l'alliage Ti6242 étudié dans ce travail. Dans le cas d'une microstructure bimodale, elle est d'environ 4 % [19]. Cette phase se retrouve essentiellement sous la forme d'une fine couche entre les lamelles α primaire pour une microstructure lamellaire ou entre les lamelles α secondaires dans le cas d'une microstructure bimodale. Subsistent également quelques ilots de petites tailles aux extrémités des lamelles α . Cette phase β résiduelle est parfois appelée « lattes β » en raison de son apparence sur une coupe métallurgique telle que représentée en figure 1-9.

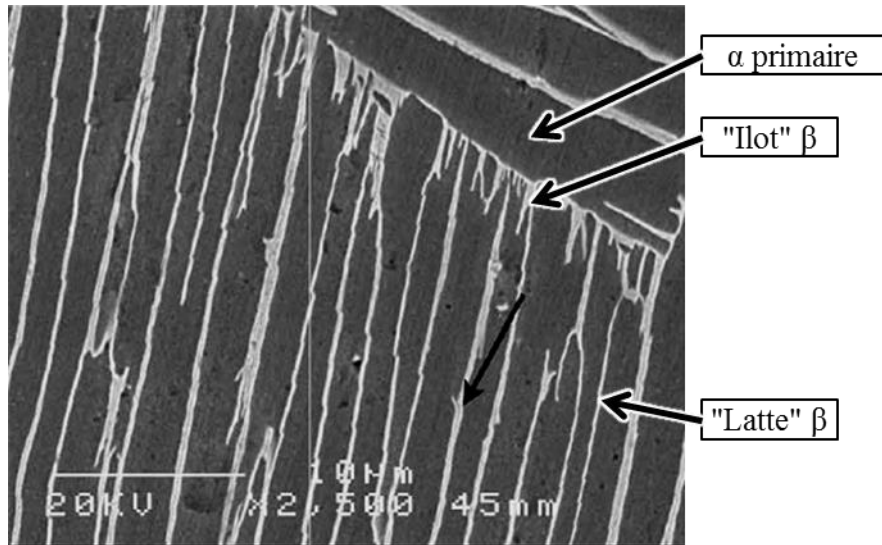


Figure 1-9 Microstructure purement lamellaire du Ti6242Si [2]

Des lamelles α peuvent exister à deux échelles dans une microstructure purement lamellaire. Les lamelles α primaire précipitent au sein des grains β lors du refroidissement à partir du domaine de température monophasé β . Les lamelles α secondaires peuvent précipiter au sein des « lattes β » lors d'un maintien en température ultérieur dans le domaine $\alpha+\beta$. Ces lamelles secondaires sont très fines et clairement observables en MET (cf. figure 1-10), plus difficilement au MEB selon les cas. Ce type de microstructure est qualifié de « bi-lamellaire ».

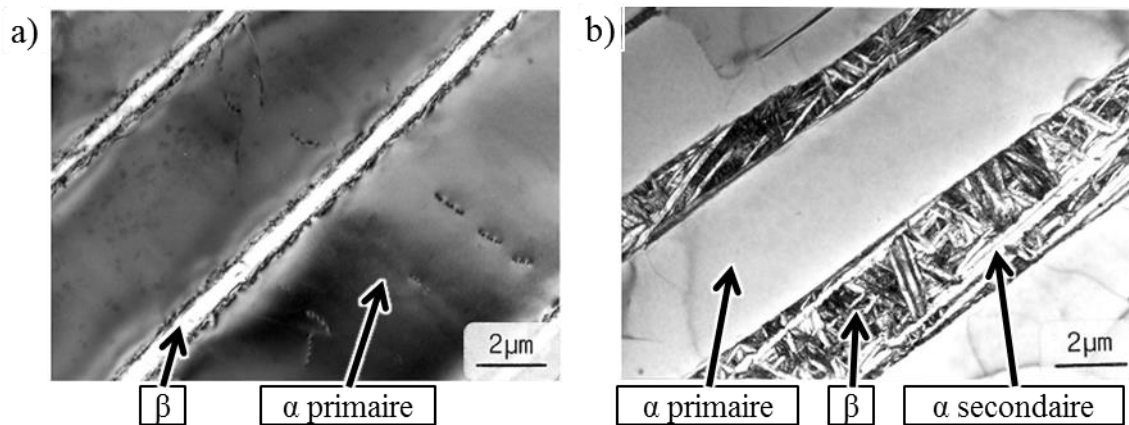


Figure 1-10 (a) Lamelles α primaire et lattes β ;
(b) Lamelles α primaire et secondaire au sein des « lattes » β [20]

Enfin il faut noter que quelle que soit la microstructure considérée (lamellaire, bimodale, équiaxe), la phase α précipite préférentiellement à partir d'hétérogénéités locales du matériau. Il s'agit notamment de dislocations issues d'une des étapes de mise en forme, des joints de grains β , des sous-joints de grains, des joints de macles, d'inclusions ou encore de précipités. A partir des sites particuliers de nucléation, il y a généralement une forte sélection du variant α qui se développe. Les relations

d'orientation cristallographique qui apparaissent peuvent alors dépendre de la nature des défauts locaux à l'origine de la nucléation de la phase α [9], [21].

1.4 Les modes de déformation

Les alliages de titane « classiques » présentés dans les paragraphes précédents tant au niveau de leur composition chimique que de leurs microstructures diverses et variées conduisent également à une large gamme de caractéristiques mécaniques. Le paragraphe qui suit en reprend les informations essentielles et présente les modes élémentaires de déformation plastique.

1.4.1 Anisotropie élastique

Avant d'évoquer les modes de déformation plastique, il est important de rappeler que les deux phases α et β présentent une anisotropie élastique très marquée du fait de leur structure cristalline. Pour la phase α , le module d'Young dépend de l'angle entre la direction de sollicitation et l'axe $\langle c \rangle$ de la maille cristalline. Dans le cas du titane pur, à température ambiante, la valeur du module d'Young varie entre $E = 145$ GPa pour une direction de sollicitation parallèle à l'axe $\langle c \rangle$ et $E = 100$ GPa pour une sollicitation dans le plan de base [22] (cf. figure 1-11). Le rapport d'anisotropie pour la phase α est donc de 1,45. Bien que la composition chimique de la phase α diffère d'un alliage à l'autre, sa structure cristalline reste très similaire. La variation des caractéristiques élastiques selon l'orientation cristallographique élastique est alors généralement supposée identique à celle du titane pur.

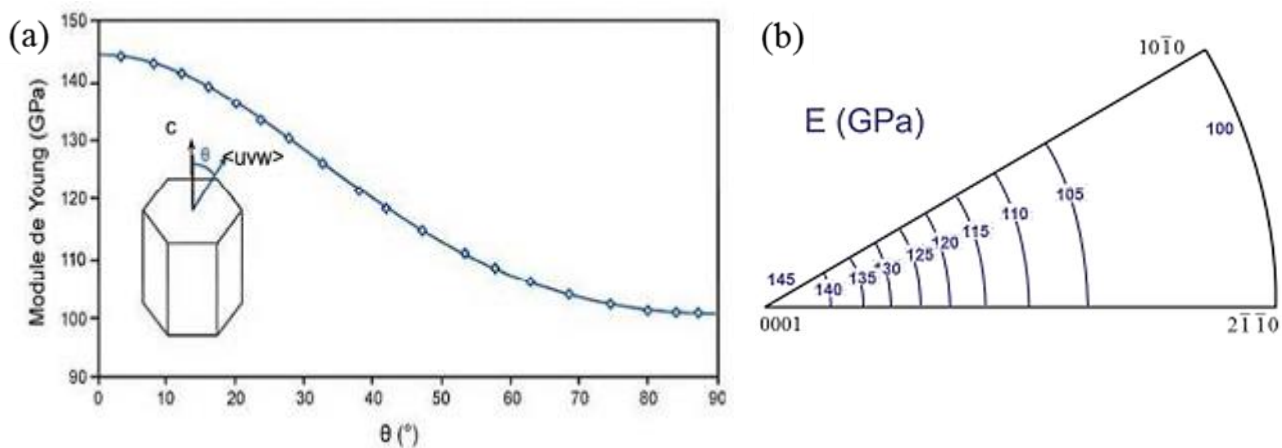


Figure 1-11 (a) Variation du module d'Young de la phase α en fonction de la direction de sollicitation ; (b) Représentation de cette même variation par courbes isovaleurs dans le triangle standard

La phase β présente également une forte anisotropie de propriétés élastiques. Il est cependant plus difficile d'établir des valeurs précises de module d'Young à température ambiante de cette phase qui n'est présente qu'en faible fraction pour les alliages α et α/β . Un rapport d'anisotropie déjà important de $A = 2,25$ est mentionné dans la littérature [15], [23]. Des valeurs plus élevées sont proposées par

d'autres auteurs tels que Brandes, Ledbetter, Fischer et Petry avec un rapport d'anisotropie souvent de l'ordre de 4. La figure 1-12 présente l'évolution du module d'Young de la phase β à partir des travaux de Ledbetter et de Duval [24], [25].

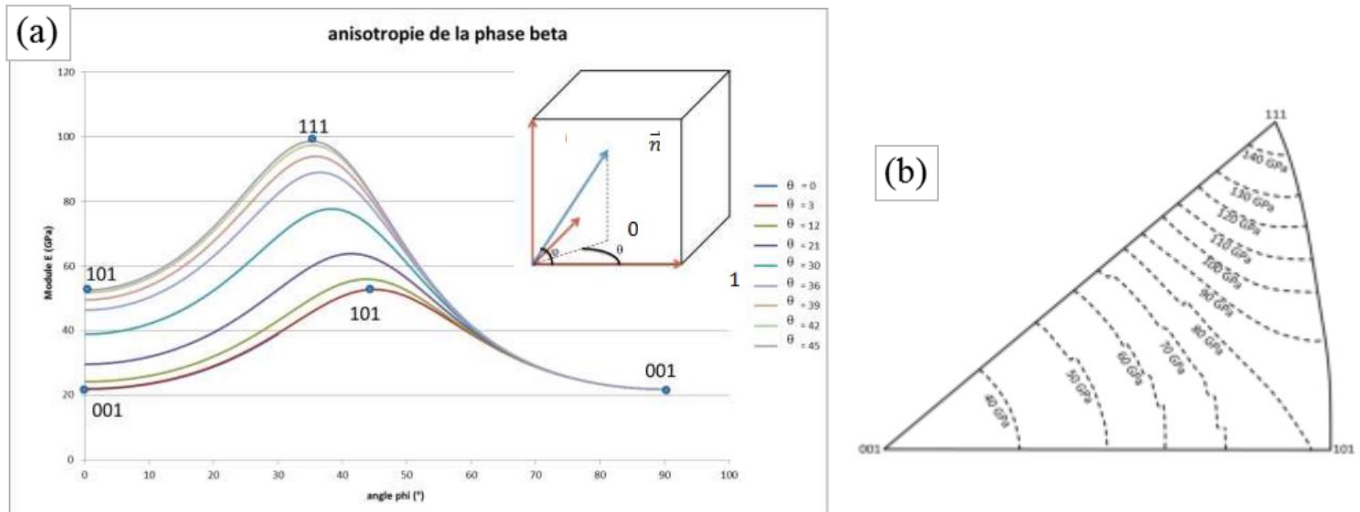


Figure 1-12 (a) Evolution du module d'Young E en fonction des angles (φ, θ) selon les constantes élastiques établies par Ledbetter ; (b) Représentation de cette même variation par courbes isovaleurs dans la triangle standard de la phase cubique centrée β [25]

Le cas de microstructures composées des deux phases α et β est encore plus complexe. Les caractéristiques élastiques macroscopiques ne peuvent en effet pas être simplement déterminées à partir des données relatives aux phases élémentaires. La fraction volumique de chaque phase, la forme et la taille des éléments microstructuraux (nodules, lamelles), le nombre et l'orientation des variants de phase α présents sont notamment des éléments qui influent considérablement sur les valeurs macroscopiques associées au polycristal. Récemment différents travaux expérimentaux et numériques ont porté sur ces points en intégrant en particulier différentes configurations possibles de variants α pour une orientation β donnée [25]–[28]. Dans tous les cas ces études conduisent à une forte anisotropie de propriétés élastiques de la combinaison phase β + lamelles α . De plus, si la microstructure présente une texture cristallographique et/ou morphologique marquée (cas de figure extrêmement courant pour les alliages de titane), le degré d'anisotropie sera plus marqué.

1.4.2 Déformation plastique du titane par maillage

La déformation plastique du titane peut se faire par maillage, par transformation de phase ou par glissement de dislocations. Le maillage permet au titane pur et aux alliages α de garder une grande ductilité à basse température. Il est alors particulièrement actif lorsque la sollicitation agit parallèlement à l'axe $\langle c \rangle$ empêchant ainsi un glissement de dislocations sur le plan basal [1, p. 19,22]. Dans les alliages α/β , le maillage est inactif en raison notamment de la petite taille des éléments microstructuraux, de la présence d'éléments en solution comme l'aluminium [29] ou l'oxygène [30] et

de la présence de précipités Ti_3Al . Il en est de même dans les alliages β [1, p. 19]. Le maclage est donc un mode de déformation limité à des compositions chimiques et des conditions (de mise en forme à grande vitesse, à taux de déformation élevé ou encore à température trop basse) particulières. Pour les alliages α/β , on retiendra que la déformation plastique s'effectue essentiellement par glissement de dislocations. Les systèmes activés sont décrits dans le paragraphe 1.4.3 ci-après.

1.4.3 Les systèmes de glissement au sein des phases α et β

Différents systèmes de glissement peuvent être activés dans la phase α selon les alliages et les conditions de chargement mécanique. Généralement les systèmes considérés sont au nombre de 36 [3]. Les plans de glissement possibles sont les plans de type prismatique $\{01\bar{1}0\}$, de type basal $\{0001\}$ et de type pyramidal $\{01\bar{1}1\}$. Les directions de glissement sont les trois directions denses de type $\langle a \rangle$, la direction $\langle c \rangle$ et une direction mixte des deux précédentes, la direction $\langle c+a \rangle$. Le tableau 1-2 suivant recense les différents systèmes qui sont schématisés sur la figure 1-13.

	Nom du système	Plan de glissement	Vecteur de Burgers	Nombre de systèmes
	Basal	$\{0001\}$	$\langle a \rangle = \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	3
	Prismatique 1 ^{ère} espèce	$\{01\bar{1}0\}$	$\langle a \rangle = \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	3
	Prismatique 1 ^{ère} espèce	$\{01\bar{1}0\}$	$\langle c \rangle = \langle 0001 \rangle$	3
	Prismatique 2 nd espèce	$\{\bar{1}2\bar{1}0\}$	$\langle c \rangle = \langle 0001 \rangle$	3
	Pyramidal 1 ^{ère} espèce I ^{er} ordre	$\{01\bar{1}1\}$	$\langle a \rangle = \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	6
	Pyramidal 1 ^{ère} espèce I ^{er} ordre	$\{01\bar{1}1\}$	$\langle c+a \rangle = \langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle$	12
	Pyramidal 2 nd espèce II nd ordre	$\{\bar{1}2\bar{1}2\}$	$\langle c+a \rangle = \langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle$	6

Tableau 1-2 Systèmes de glissement dans la phase α hexagonale

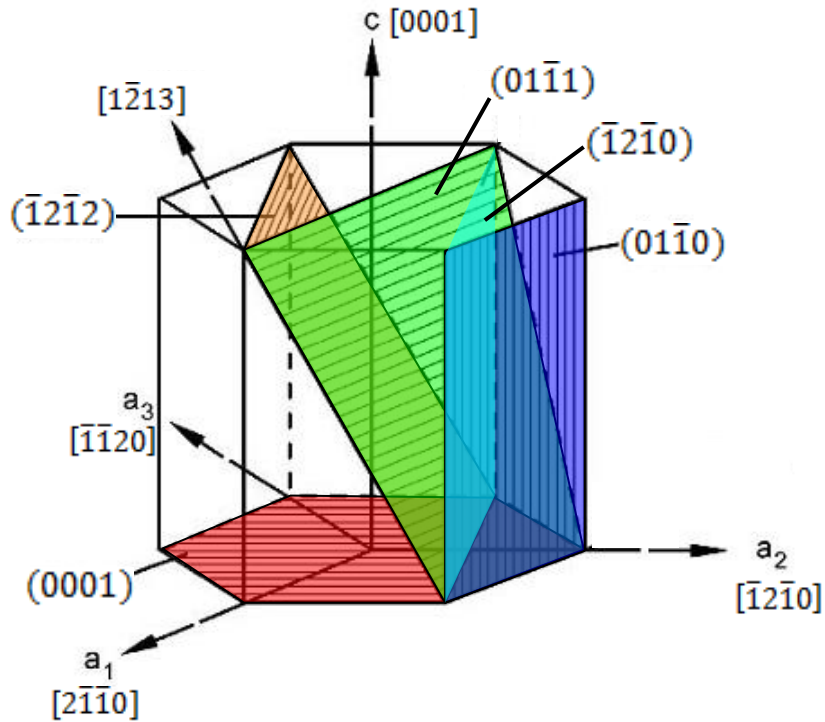


Figure 1-13 Plans de glissement dans la phase α

Dans la phase β , du fait de la plus grande symétrie de la maille cubique centrée, 48 systèmes de glissements sont possibles. Les plans, directions et nombre de systèmes associés sont reportés dans le tableau 1-3. La multiplicité de ces systèmes de glissement et des combinaisons qui peuvent en résulter notamment en termes de glissement dévié conduit souvent à considérer la phase β comme plastiquement isotrope [31].

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

Tableau 1-3 Systèmes de glissement dans la phase β cubique centrée

1.4.4 Activation des systèmes de glissement dans la phase α

Les systèmes de glissement décrits ci-dessus n'ont pas tous la même importance. Pour les alliages de titane les plus utilisés et donc les plus étudiés du point de vue des mécanismes de plasticité, il est généralement mentionné que ce sont les systèmes basaux, prismatiques de 1^{ère} espèce selon la direction $\langle a \rangle$ et pyramidaux de 1^{ère} espèce I^{er} ordre qui sont les plus observés [1], [30], [32]. Les deux premiers systèmes de glissement sont prédominants. Le plus souvent, l'un d'entre eux se démarque avec la manifestation moins franche d'un ou de deux systèmes secondaires.

Dans le cas du titane pur, bien qu'il y ait encore quelques controverses, le système principal est généralement le prismatique $\{01\bar{1}0\}\langle a \rangle$ qui est actif même pour des orientations très défavorables pour des échantillons monocristallins [33]. C'est également le système présentant la contrainte de cisaillement résolue critique la plus faible [34].

Dans les alliages, l'activation des différents systèmes de glissement dépend de paramètres tels que la teneur en interstitiels et la température [33] ou encore les éléments d'alliage [1, p. 21], [5]. La hiérarchie entre systèmes s'évalue en particulier au travers des valeurs de contrainte de cisaillement résolue critique (τ_{CRSS} – (Critical Resolved Shear Stress)) associées à chaque type de système.

Pour les alliages α , la valeur de τ_{CRSS} est généralement plus faible pour les systèmes prismatiques associés à un glissement suivant les directions $\langle a \rangle$ [30]. Elle est supérieure pour le plan basal. Avec une valeur de τ_{CRSS} significativement plus grande, 3 à 4 fois plus élevée selon Ghosh et al. [35], le glissement de dislocations de type $\langle c+a \rangle$ sur les plans pyramidaux n'est observé que lorsque les plans prismatiques ou basals sont défavorablement orientés pour l'activation du glissement.

De manière générale, les valeurs de τ_{CRSS} reportées dans la littérature sont très variables. Elles dépendent des alliages mais aussi beaucoup des méthodes d'évaluation employées. Pour donner un ordre de grandeur, Chan et al. [36] ont estimé une valeur de τ_{CRSS} basal et pyramidal 1^{ère} espèce 1^{er} ordre selon $\langle a \rangle$ ($(01\bar{1}0)[2\bar{1}\bar{1}0]$) autour de 350 MPa et une valeur de τ_{CRSS} prismatique 1^{ère} espèce selon $\langle a \rangle$ autour de 300 MPa. Il faut noter la forte variabilité des résultats dans leur étude, les valeurs pour le système prismatique variant de 165 à 524 MPa.

Une des origines de la grande variabilité des valeurs proposées tient au fait que les essais de traction et/ou de compression ont été réalisés à partir d'échantillons particuliers tels que des monocristaux ou des mono-colonies [15], [37], [38]. Les valeurs obtenues dépendent alors fortement de l'orientation cristallographique. Ces aspects ont été considérés par ces auteurs mais le nombre d'orientations distinctes étudiées est resté trop faible pour évaluer précisément l'influence de la direction cristalline sur la valeur de τ_{CRSS} .

L'apparition depuis plus d'une décennie de la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) associée à la microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'accéder à l'orientation cristallographique locale d'un grain métallurgique en relation avec une direction macroscopique contrôlée. Il est alors devenu possible d'identifier la nature des systèmes de glissement activés pour toutes les orientations cristallographiques possibles d'un polycristal déformé. Cette approche a notamment été utilisée pour identifier les systèmes activés dans le Ti64 et le Ti6242 [30], [32], [39]. Pour le Ti64 les systèmes majoritairement observés sont le basal et le prismatique, le pyramidal n'étant que rarement identifié. Pour le Ti6242 la contribution du système pyramidal devient aussi importante que celle du basal. A noter que la morphologie des bandes de glissement émergeant en surface diffère également entre systèmes basal et prismatique [38].

L'association de ce type d'approche avec la réalisation d'essais de déformation *in situ* dans un MEB a permis l'identification des conditions d'apparition des toutes premières bandes de glissement en fonction des orientations cristallographiques locales, puis de leur évolution jusqu'à ce que la limite d'élasticité conventionnelle définie à 0,2 % de déformation plastique soit atteinte. Ces analyses ont alors conduit à l'évaluation des seuils de plasticité pour chaque type de système en prenant en compte la valeur de facteur de Schmid locale calculée à partir de l'orientation cristalline locale. L'étude a été réalisée à partir d'un grand nombre de nodules de phase α_p , et les valeurs de 373 et 388 MPa ont été respectivement obtenues pour les systèmes basal et prismatique avec des écarts-types de 45 et 34 MPa.

La microstructure influence sensiblement les valeurs de τ_{CRSS} . Ainsi dans l'étude précédemment citée de Bridier et al. [32] réalisée à partir d'une microstructure bimodale du Ti64, l'activité de glissement apparaît dans les zones lamellaires pour des niveaux de contraintes supérieurs à ceux ayant conduit au déclenchement de glissements au sein des nodules α_p . Les interfaces entre éléments microstructuraux jouent un rôle important à ce niveau comme également la taille des éléments microstructuraux considérés (effet de type Hall-Petch). La microstructure influence également la hiérarchie d'activation entre type de systèmes. Ambard et al. [40] ont par exemple montré pour le Ti-6Al-4V bimodal testé à 20 K que dans les nodules de phase α , le glissement sur les plans prismatiques est le plus activé, tandis que dans les colonies de lamelles, c'est le glissement basal qui prédomine.

La figure 1-14 suivante montre de plus qu'il existe une asymétrie entre compression et traction au niveau du seuil de plasticité et de la valeur de τ_{CRSS} : l'activation du glissement est systématiquement plus difficile en compression qu'en traction [15]

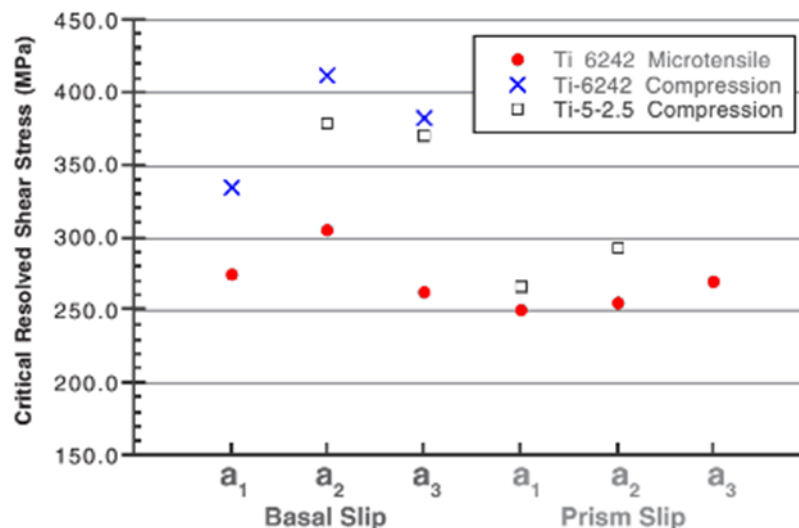


Figure 1-14 Compilation de valeurs de τ_{CRSS} à partir de différentes études réalisées sur des mono-colonies de Ti6242 : (a) points rouges : en traction [38], (b) croix bleus : Ti6242 en compression [15] et (c) carrés blancs : Ti-5-2,5 en compression [37].

1.4.5 Transmission du glissement entre α et β

Rappelons que pour bon nombre d'alliages de titane la phase β est minoritaire et essentiellement confinée entre des nodules et/ou des lamelles de phase α . Pour une microstructure entièrement lamellaire, elle se présente sous la forme d'une très fine couche entre les lamelles ce qui rend l'étude des systèmes de glissement activés dans cette phase particulièrement difficile, voire impossible. Seules les études réalisées en microscopie électronique en transmission (MET) permettent parfois ce type d'analyse, la détermination ne serait-ce que de l'orientation cristallographique locale de la phase β restant souvent délicate à établir.

C'est une des raisons pour laquelle, le plus souvent, seuls les processus de déformation relatifs à la phase α au sein de nodules et/ou de lamelles sont analysés. Il est cependant important de considérer les mécanismes de transmission des bandes de glissement au travers de cette phase β pour mieux comprendre les modes de déformation de chaque alliage en fonction des microstructures métallurgiques étudiées.

Pour certains auteurs, l'interface α/β ne constitue qu'un obstacle mineur au glissement [41] tout en jouant un rôle important dans la déformation de la microstructure [15], [31], [36], [37], [42].

Chan et al. [31] [36] ont réalisé des essais de compression sur des échantillons « mono-colonie » de Ti-8Al-1Mo-1V. Cet alliage quasi- α a été choisi car il est facile d'y faire grossir la microstructure purement lamellaire par traitement thermique pour faciliter les études. Dans ces travaux les auteurs mettent en évidence une forte dépendance aux configurations cristallographiques locales de la transmission de la phase α vers la phase β . Ils ont en particulier montré que la limite d'élasticité et la valeur de τ_{CRSS} sont fonction de l'angle d'incidence β_b (cf. figure 1-15). Plus cet angle β_b entre la normale à la latte β et la direction de glissement dans la phase α diminue, plus les valeurs de limite d'élasticité et de τ_{CRSS} augmentent et inversement. Autrement dit, plus les lignes de glissement sont parallèles aux lattes β , plus les valeurs de limite d'élasticité et de τ_{CRSS} sont faibles. Un facteur 3,7 existe entre les directions « molles » (glissement dans α parallèle aux lattes β) et les directions « dures » (glissement dans α perpendiculaire aux lattes β) dans le cas du Ti-8Al-1Mo-1V. Dans le cas du Ti-5Al-2,5Sn-0,5Fe, le facteur n'est que de 1,1 à 1,4 [37]. La chimie a donc également un rôle très important à ce niveau.

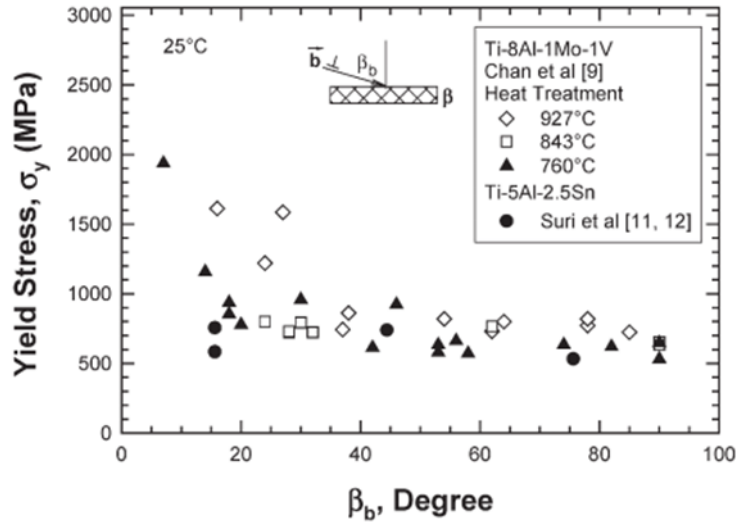


Figure 1-15 Influence de l'angle d'incidence β_b sur la limite d'élasticité dans des mono-colonies de Ti-8Al-1Mo-1V [31]

Par ailleurs, ces auteurs constatent que la loi de Schmid n'est pas respectée pour différentes orientations des échantillons de type « mono-colonie ». C'est lorsque le glissement a lieu sur un plan prismatique parallèle aux lattes β que la loi de Schmid est vérifiée. Dans ce cas, le glissement n'a lieu que dans la phase α et aucune transmission du glissement entre les deux phases n'est constatée. Ceci est également confirmé par des essais sur des monocristaux de Ti-3Al et Ti-4Al.

Ce comportement est expliqué par plusieurs auteurs [15], [37], [38]. Contrairement au titane pur ou aux alliages α , les trois directions de glissement de type $\langle a \rangle$ ne sont pas équivalentes dans le cas d'un alliage α/β . La relation d'orientation de Burgers permet d'expliquer en grande partie cela. En effet, cette relation implique que le plan de base de la maille hexagonale coïncide avec le plan de glissement $\{110\}$ de la maille cubique centrée. Dans ces conditions, une seule des trois directions de glissement $\langle a \rangle_\alpha$ de la phase α est parallèle à une direction de glissement $\langle 111 \rangle_\beta$ de la phase β . Les deux autres directions de glissement de type $\langle a \rangle_\alpha$ de la phase α sont en conséquence désalignées d'environ 11° et 50° (cf. figure 1-16). Pour les systèmes de glissement prismatique et pyramidal, de la même manière que les directions de glissement, les plans de glissement ne sont pas tous alignés entre les deux phases. Chaque système prismatique ou basal est donc différent, ce qui peut avoir des conséquences vis-à-vis de la transmission de glissement à la phase β . Savage et al. [38] ont montré à partir d'essais réalisés à vitesse de déformation constante sur des microéprouvettes de mono-colonies de Ti6242, que la différence la plus marquée était celle du système basal avec une variation d'environ 20 % du τ_{CRSS} entre les trois directions de type $\langle a \rangle_\alpha$.

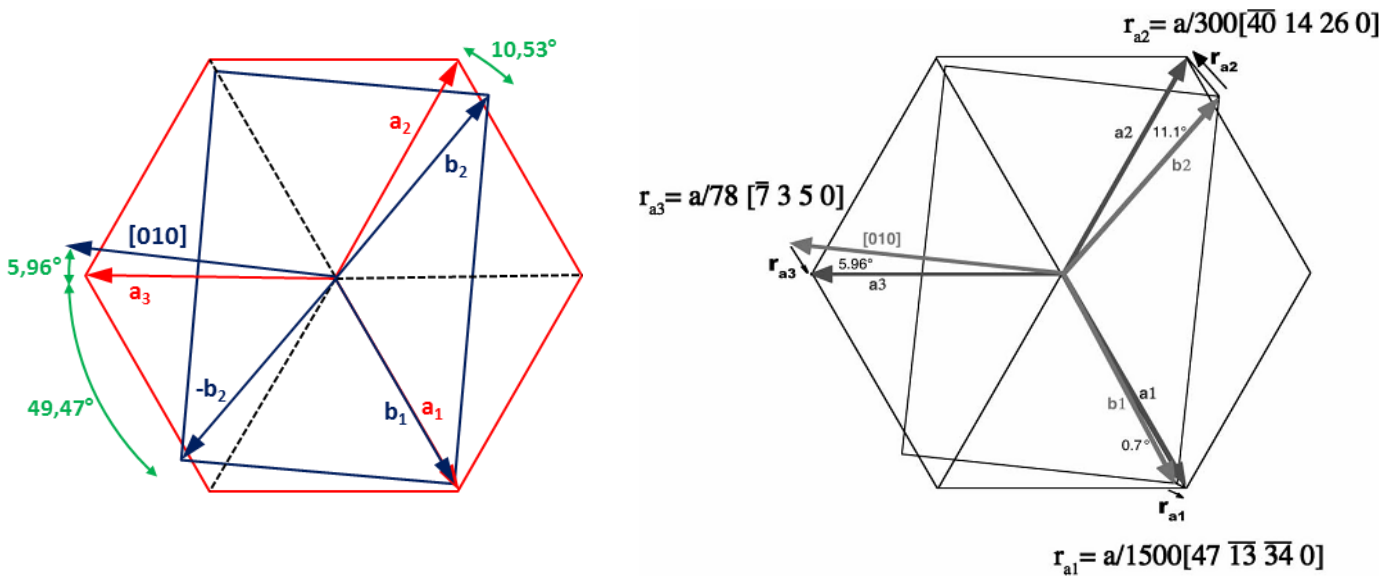


Figure 1-16 Relation d'orientation de Burgers, (a) désalignement théorique ; (b) désorientation expérimentale des directions de glissement dans les phases α et β [15] et dislocations résiduelles.

Dans les alliages de titane, la relation de Burgers n'est pas strictement respectée. Il existe cependant une relation proche dépendant du rapport c/a [37], [43]. Dans le cas de mono-colonies de Ti6242, il existe une désorientation de $0,7^\circ$ par rapport à la relation théorique [15], [37], [38]. Suri et al. [37] observent une désorientation de $0,56^\circ$ entre les directions $[a_1]_\alpha$ et $[b_1]_\beta$ et une désorientation de $0,76^\circ$ entre les directions $[0001]_\alpha$ et $[101]_\beta$.

En raison des légères différences en orientation et en dimension des directions de glissement dans les deux phases, la transmission d'une dislocation d'une phase à l'autre nécessiterait la formation de dislocations résiduelles d'interface notées r_{a1} , r_{a2} et r_{a3} illustrées sur la figure 1-16. Ces dislocations resteraient confinées à proximité de l'interface. L'existence de telles dislocations résiduelles d'interface n'a pas pu être prouvée de façon directe et non ambiguë par des observations MET. La présence de dislocations résiduelles de matrice constitue cependant une preuve indirecte. Elles résulteraient de l'accumulation d'un nombre suffisant de dislocations résiduelles d'interface. Elles ne se forment qu'à proximité d'interfaces cisailées et ne sont que très faiblement assistées par la contrainte de cisaillement (Facteur de Schmid faible) [37]. Les dislocations résiduelles permettent de modéliser la transmission des dislocations entre les phases et d'interpréter les observations expérimentales suivantes :

a) Direction de glissement $[a_1]_\alpha$

Pour le glissement sur le plan basal, pour des mono-colonies de Ti6242 en compression à vitesse de déformation constante, la transmission du glissement α/β pour la direction $[a_1]_\alpha$ s'effectue relativement facilement, de manière directe sans empilement de dislocations aux interfaces [15]. Les dislocations résiduelles, formées en raison de la différence de vecteur de Burgers dans les deux phases,

peuvent s'annihiler dans la phase β après transmission d'un nombre suffisant de dislocations. Ceci explique le faible écrouissage lors d'une déformation selon $[a_1]_\alpha$ sur le plan de base. La même remarque peut être faite pour une déformation selon $[a_1]_\alpha$ sur le plan prismatique [37] avec cependant des dislocations résiduelles de type $[a_2]_\alpha$. Dans le cas du glissement prismatique, le système de glissement activé dans la phase β est $[11\bar{1}](\bar{1}21)_\beta$. Les plans $(01\bar{1}0)_\alpha$ et $(\bar{1}21)_\beta$ ainsi que les directions $[a_1] = [2\bar{1}\bar{1}0]_\alpha$ et $[11\bar{1}]_\beta$ ne sont alors désalignés que de $0,7^\circ$.

b) Direction de glissement $[a_2]_\alpha$

Pour la direction de glissement $[a_2]$ sur le plan de base, la transmission des dislocations est plus difficile [15]. En effet, la plus grande désorientation entre les directions de glissement dans les deux phases génère des dislocations résiduelles nettement plus grandes qui ne peuvent pas aisément s'annihiler par la production d'un grand nombre de glissements ou de glissements déviés dans la phase β . A noter que la transmission d'une dislocation de la phase α vers la phase β est ainsi plus facile (énergétiquement plus favorable selon la règle de Frank) que la transmission de la phase β vers la phase α . Des empilements de dislocations se forment dans la phase β mais pas dans la phase α . Pour le glissement prismatique [37], des empilements de dislocations sont également visibles. Le système de glissement activé dans la phase β est $[\bar{1}11](\bar{1}\bar{2}1)_\beta$. Des dislocations résiduelles de type $[a_1]$ et $[a_3]$ se forment respectivement dans la phase β au niveau des deux interfaces pour assurer la transmission de glissement de α vers β et de β vers α .

c) Direction de glissement $[a_3]_\alpha$

Pour la direction de glissement $[a_3]$ sur le plan basal, la difficulté de la transmission du glissement se traduit par des empilements importants de dislocations dans la phase α . En raison de la très grande désorientation entre la direction de glissement $[a_3]$ de la phase α et les directions de glissement $\langle 111 \rangle_\beta$ possibles de la phase β (près de 50° , cf. figure 1-16), une transmission directe n'est pas possible. Cependant la direction $[010]_\beta$ de la phase β est proche de la direction de glissement $[a_3]$ avec une désorientation d'environ 6° et un vecteur de Burgers plus grand d'environ 9 %. Bien qu'observé pour des monocristaux de structure cubique centrée de lithium et de niobium [44][45], le glissement selon $[010]$ dans la phase β n'a pas été rapporté jusqu'à présent pour les alliages de titane. Pourtant, Savage et al. [15] ont pu identifier certaines correspondances entre les dislocations $[a_3]$ de la phase α et des dislocations de type $[010]$ dans la phase β qui pourraient suggérer ce mode de transmission en particulier en présence d'une forte concentration de contrainte en amont des empilements de dislocations dans la phase α . La figure 1-17 présente le comportement en compression monotone de mono-colonies de Ti6242 avec les différents cas de transmission de glissement [15]. En cohérence avec les descriptions faites auparavant, il apparaît clairement que c'est lorsque la transmission de glissement de la phase α vers la phase β se fait dans le plan de base suivant la direction $[a_1]$ que la déformation est la plus aisée (limite d'élasticité plus faible et écrouissage plus faible).

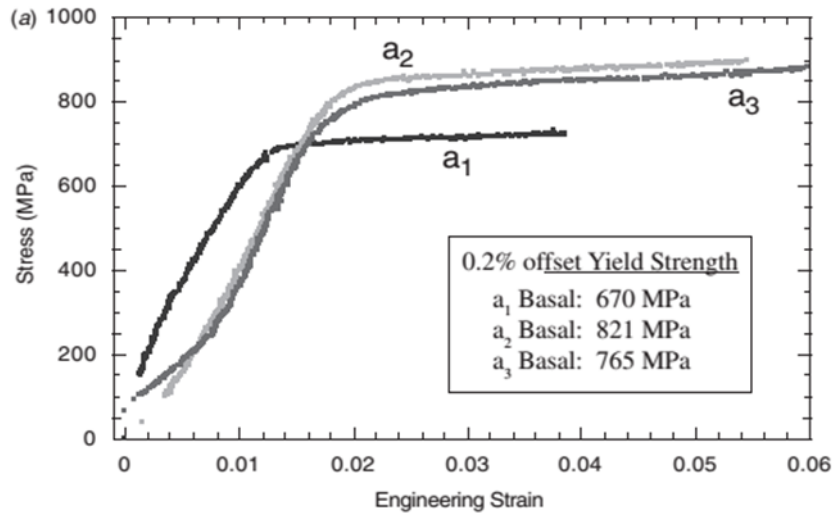


Figure 1-17 Anisotropie plastique de mono-colonies de Ti6242 en compression à vitesse de déformation constante [15]

L'anisotropie de comportement plastique en lien avec les orientations cristallographiques se manifeste également en fluage. Suri et al. [37] ont mis en évidence une vitesse de fluage de trois ordres de grandeur supérieure pour des échantillons mono-colonie de Ti-5Al-2,5Sn-0,5Fe orientés pour le glissement prismatique selon $[a_1]$ en comparaison d'un glissement prismatique selon $[a_2]$ (cf. figure 1-18). De la même manière qu'en déformation monotone à vitesse de déformation imposée, les dislocations résiduelles d'interface et les processus d'annihilation permettent d'expliquer la différence du comportement macroscopique :

- Pour la direction de glissement $[a_1]$, des dislocations résiduelles de faible « taille » (correspondant à la norme du vecteur de Burgers associé) facilitent la transmission du glissement entre les phases et la possibilité d'annihilation de ces dislocations résiduelles réduit l'écrouissage du matériau et explique une courbe de fluage linéaire ainsi que la grande vitesse de fluage.

- Pour la direction de glissement $[a_2]$, les dislocations résiduelles de plus grande « taille » rendent la transmission du glissement plus difficile. Ne pouvant s'annihiler, ces dislocations résiduelles s'accumulent rapidement à l'interface d'entrée et de sortie de la phase β et rendent le passage des dislocations suivantes plus difficile. Ceci se traduit par une grande vitesse de fluage initiale qui se réduit très fortement lorsque les empilements de dislocations se sont établis.

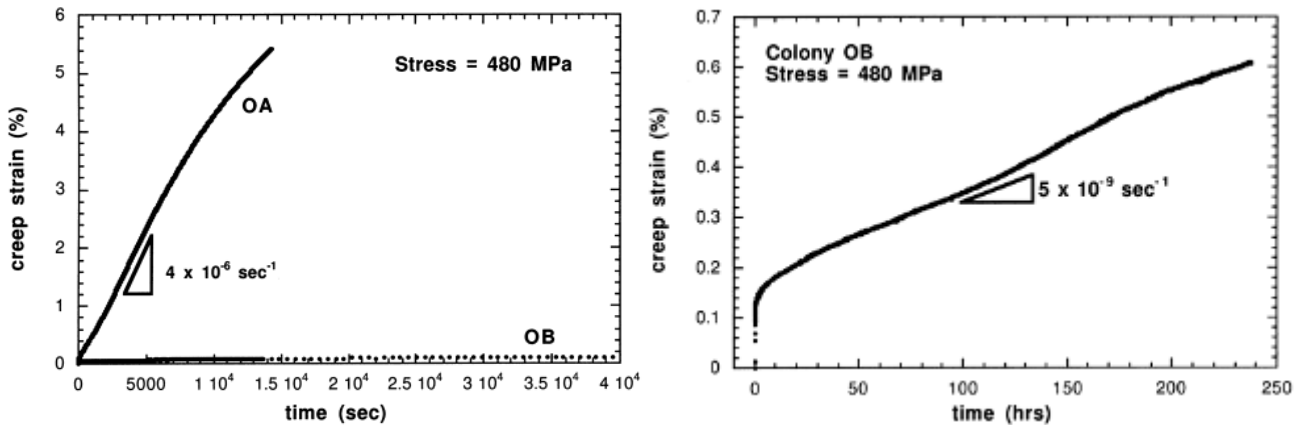


Figure 1-18 Déformation de fluage à température ambiante sous 480 MPa de deux mono-colonies OA et OB orientées respectivement selon la direction $[a_1]$ et $[a_2]$ pour le glissement prismatique [37].

La transmission du glissement dépend également de la largeur de la phase β . Pour des lattes β très fines, la transmission de la dislocation est directe. Si la phase β est plus large, un grand nombre de dislocation s'empilent dans la phase β [15]. Ce paramètre est cependant du second ordre vis-à-vis de la désorientation cristallographique des directions de glissement.

1.4.6 Morphologie du glissement

La déformation des alliages de titane est en général caractérisée à l'échelle microscopique par des lignes de glissement nettement définies. Un effet d'ordre à courte distance permet un glissement très planaire (forte localisation du glissement sur quelques plans particuliers par opposition à des événements de glissement diffus répartis sur un grand nombre de plans dans tout le volume) sur les plans prismatiques et basal [46].

Cependant, des différences peuvent être observées au niveau des bandes de glissement en fonction du système activé et du mode de sollicitation. Dans l'étude de Savage et al. [38] réalisé sur des échantillons Ti6242 de type mono-colonie (micro-éprouvettes de 1 700 x 300 x 300 μm orientées pour le glissement basal et prismatique et déformées jusqu'à $\approx 5\%$ en traction), le glissement prismatique dans les trois directions $\langle a \rangle$ est extrêmement plan. Les lignes de glissement sont régulièrement espacées et cisailent la phase β laissant une marche importante au niveau de l'interface (cf. figure 1-19 (a)). Par contre, sur le plan basal dans les trois directions de glissement $\langle a \rangle$, ces mêmes auteurs mettent en évidence des bandes de glissement extrêmement fines réparties de façon homogène à la surface (cf. figure 1-19 (b)). Des résultats plus récents [15] obtenus sur le même matériau mais en compression montrent des lignes de glissement basales selon $[a_1]$ régulièrement espacées de 40 à 70 μm et cisailant nettement les interfaces α/β . Pour le glissement selon $[a_2]$ et $[a_3]$, des traces plus fines, plus nombreuses, réparties de manière plus homogène et séparées en moyenne de 7 μm sont observées. Cette différence de distribution spatiale des glissements prismatiques et basals a également

été mentionnée pour le Ti64 à microstructure bimodale par Bridier et al. [32], [47]. Quant au glissement pyramidal, aucune étude portant sur la morphologie et/ou la répartition des bandes de glissement n'a été trouvée.

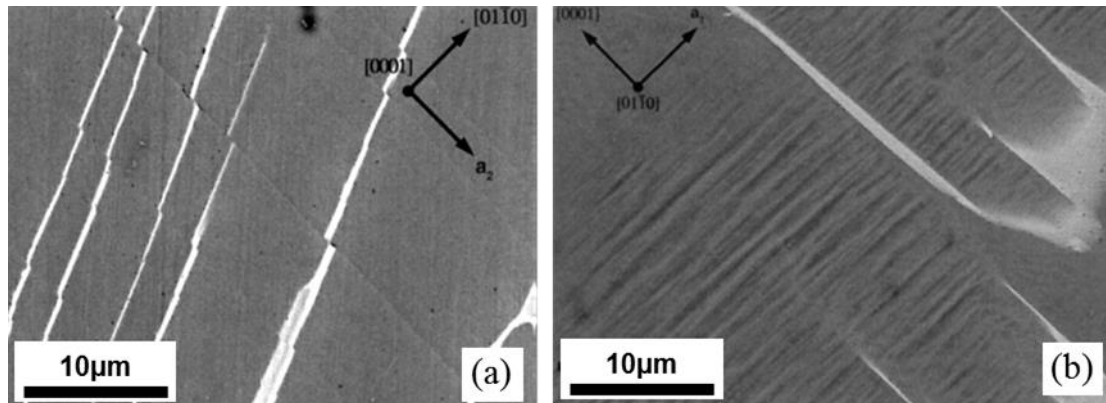


Figure 1-19 Micrographies MEB types des bandes de glissement observées lors du glissement sur le système : (a) prismatique et (b) basal [38]

Si les notions de localisation et de morphologie de glissement en relation avec la cristallographie locale restent peu documentées, ces aspects pourraient avoir une grande importance dans l'analyse des processus d'endommagement à partir des bandes de glissement (amorçage de fissures).

1.4.7 L'interface α/β

Il faut noter que l'ensemble des résultats présentés dans les paragraphes précédents ont été obtenus à partir d'échantillons de type mono-colonie. Pour cette morphologie et cristallographie particulière, il existe une relation entre l'orientation cristallographique et l'orientation morphologique des lamelles. Le plan définissant l'interface « macroscopique » entre la lamelle α et le résidu de phase β est celui contenant l'axe $\langle c \rangle$ de la maille hexagonale et une direction $\langle 335 \rangle_{\beta}$ [21], [43], [48]) ou $\langle \bar{7}250 \rangle_{\alpha}$ [12]). Cette direction (ligne invariante) fait un angle de $14,4^{\circ}$ avec une direction de type $\langle a \rangle$ [10], [15]. Le plan exact définissant l'interface semi-cohérente entre la phase α et la phase β dépend des paramètres de maille des deux phases [37] et est marqué d'un grand nombre de petites marches (cf. figure 1-20) [31], [37], [49]. En raison des marches, l'axe long des lattes β ne correspond pas à une direction cristallographique simple. Une représentation schématique des différentes directions cristallographiques est donnée en figure 1-21.

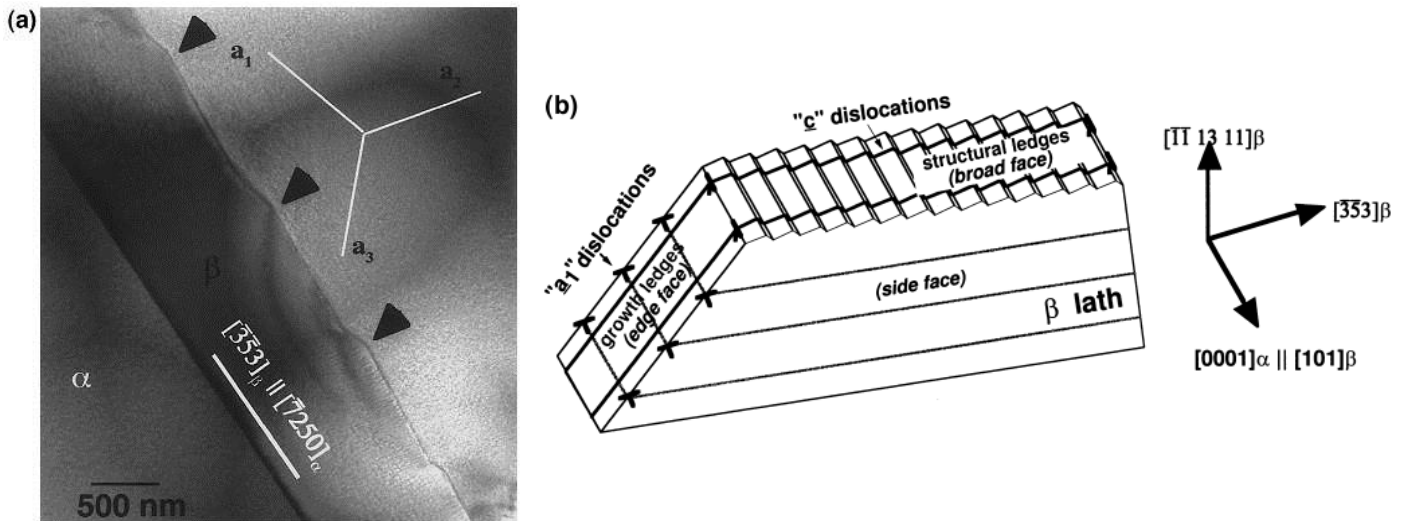


Figure 1-20 (a) Champ clair MET, faisceau parallèle à $[0001]_{\alpha}$ et $[101]_{\beta}$, dans une mono-colonie de Ti-5Al-2,5Sn-0,5Fe montrant les marches de croissance (flèches noires) ; (b) représentation schématique de l'interface α/β selon [50] ; [37]

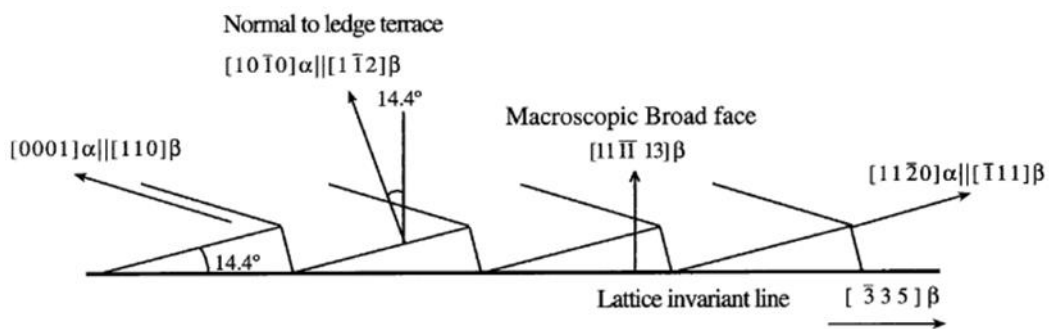


Figure 1-21 Marches d'interface entre les phases [10]

Ceci n'est vrai que pour des échantillons de type mono-colonie qui subissent un refroidissement très lent permettant à la microstructure de se former à l'équilibre. Dans les colonies de grande taille ainsi formées (5 et 25 mm en diamètre), l'épaisseur de la phase β peut atteindre 1 à 2 μm , la largeur des lamelles α étant de l'ordre de 10 μm [38]. Pour les microstructures plus couramment employées industriellement, qui sont généralement associées à des refroidissements beaucoup plus rapides, la microstructure est nettement plus fine et cette relation cristallographie-morphologie n'est pas forcément respectée. Bhattacharyya et al. ont montré, pour le Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo forgé dans le domaine β , qu'au sein d'un même ex-grain β , deux colonies de lamelles α peuvent avoir des orientations cristallographiques très proches (désorientation de 10°) tout en présentant des orientations morphologiques très différentes (désorientation de 84°). Par ailleurs, le liseré de phase α au niveau de l'ex-joint de grains β (phase α_{GB}) et la colonie ayant poussé à partir de cet ex-joint de grains (colonie α_{WGB}) ont une désorientation cristallographique inférieure à 2° mais une désorientation morphologique d'environ 25° [10]. La relation entre morphologie et cristallographie pourrait donc être vérifiée pour

les colonies de type Widmanstätten sans l'être pour la phase α_{GB} . Cependant, comme illustré en figure 1-22, pour les deux variants de phase α partageant le même plan basal $(0001)_\alpha$, l'angle entre les deux lignes invariantes « rouges » est de $80,6^\circ$. Ainsi, la désorientation morphologique prédite par Dahmen entre les lamelles de ces deux variants observées dans la direction $(0001)_\alpha$ est de $80,6^\circ$ (lignes en tirets). Pour le Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo forgé dans le domaine β , Bhattacharyya et al. [10] ont en effet observé des lamelles de désorientation morphologique (d'environ 60° et 84°) cohérente avec la désorientation morphologique théorique.

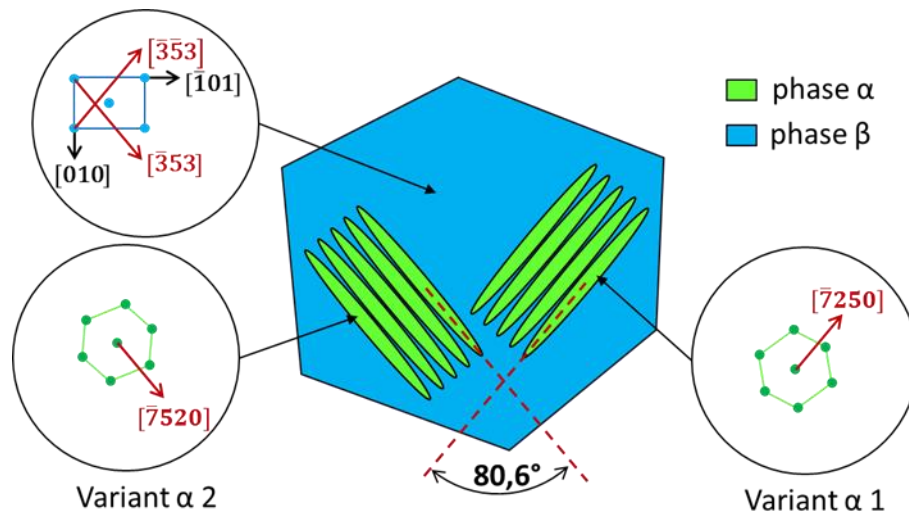


Figure 1-22 Lien théorique entre l'orientation morphologique et cristallographique pour deux variants α partageant le même plan de base au sein d'un ex-grain β

1.4.8 Localisation des premiers stades de plasticité

Les précédents paragraphes portaient sur les différents modes de glissement possibles selon la phase considérée (α ou β) (section 1.4.3) et la microstructure (lamellaire, bimodale...) (section 1.4.4), sur la transmission de glissement d'une phase à l'autre (section 1.4.5), sur la morphologie du glissement (section 1.4.6) ou encore sur le rôle de l'interface α/β (section 1.4.7). Il est également important d'identifier au sein de quelle phase et de quel type d'élément microstructural les premiers évènements de plasticité se mettent en place notamment pour expliquer à termes quelles sont les configurations microstructurales à considérer en priorité pour l'analyse des processus opérant pour un niveau global de plasticité relativement faible tel que celui appliqué dans un cadre de fatigue ou de fatigue-fluage.

Le glissement est supposé débuter dans la phase α généralement considérée comme plus ductile que la phase β [31], [51]. C'est ce qui est typiquement observé dans le cadre d'essais de déformation réalisés *in situ* dans un MEB [32] ou dans un MET [52] pour le Ti64 ou le Ti6242. C'est d'ailleurs également ce qui est constaté via des essais également développés *in situ* sous MEB dans le cas d'alliages β -métastables tels que le Ti555-3, le Ti10-2-3 et le Ti17 pour lesquels la phase β est très présente. Dans ce cas ce sont typiquement les nodules de phase α qui présentent les premières traces

de glissement [25], [53]. Lors de ces études, ces auteurs ont également constaté dans le cas des microstructures bimodales (nodules + matrice lamellaire) que l'activité de glissement se met en place en premier lieu au sein des nodules et qu'il faut atteindre des niveaux de déformation/contrainte légèrement supérieurs pour que cette activité concerne également les lamelles.

Les paragraphes précédents ayant dressé une description générale des alliages de titane et surtout de leur mode de déformation, il s'agit maintenant de s'intéresser plus en détail à la problématique centrale du présent manuscrit.

2 L'« effet » dwell dans les alliages de titane : Un problème historique « ancien »

La problématique étudiée durant cette thèse porte sur l'effet « dwell » ou « cold dwell effect » en anglais, phénomène connu depuis 40 ans et ayant causés plusieurs incidents dans le cadre de vols civils, sur des avions équipés de turbomachines.

Les premiers accidents dont l'origine a été attribuée à l'effet dwell ont eu lieu sur des avions Lockheed 1011 Tristar. Ceux-ci étaient équipés de moteurs Rolls Royce RB211 mis en service au début de l'année 1972. A peine un an plus tard, plusieurs ruptures prématurées de disque fan en alliage de titane IMI 685 sont survenues.



Figure 1-23 Rupture prématurée du disque fan en raison de l'effet dwell (RB211, le 10/01/1973) [54]

Comme le montre la figure 1-23 ci-dessus, la rupture prématurée du disque fan induit généralement la destruction quasi-totale du moteur. Il convient donc d'éviter absolument ce problème. Pour cela, il est indispensable de mieux comprendre l'origine de cette rupture prématurée. Dès les

premiers incidents de nombreuses études sur le sujet ont été menées. Beaucoup de paramètres influençant l'effet dwell ont pu être identifiés sans que l'origine physique ne soit réellement comprise.

L'effet dwell est toujours d'actualité aujourd'hui, même après amélioration des techniques d'élaboration, de mise en forme et de contrôle des alliages de titane. Depuis le Tristar, au moins quatre autres incidents sur avion civil ont été attribués à l'effet dwell sur des disques de compresseur réalisés en Ti6242 sur des moteurs GE CF6 : 1985 à Dakar, 1991 à Séoul, 1993 à Los Angeles et 1995 à Bangkok [55]. Durant l'incident de 1985, un moteur CF6-50, certifié pour 15 000 cycles, subit une rupture du 9^{ième} disque compresseur après uniquement 4 075 cycles de vols [56], [57]. Dans les autres cas, le même type de rupture prématurée a été identifié. Les recommandations émises par le National Transportation Safety Board et la Federal Aviation Administration (Airworthiness Directive 91-20-1 du 25 octobre 1991) ont conduit à inspecter en grande partie les pièces encore en service. Ainsi les contrôles par ultrasons et par courant de Foucault réalisés par GE ont permis de détecter avant rupture 16 corps de compresseur HP (étages 3 à 9) contenant des fissures attribués à l'effet dwell [56]. Si diverses informations de ce type sont bien connues et ont été diffusées, il est bien évident que ce domaine est fortement sensible et que la plupart des informations sur certains événements de type avarie ou incident susceptibles d'être liées à l'effet dwell restent confidentielles.

L'analyse de ces incidents a montré que la rupture des composants par des mécanismes cycliques a été fortement accélérée par le fait que la sollicitation soit maintenue durant le vol. Ceci a suggéré l'usage de la terminologie « dwell », terme anglais correspondant à la notion de maintien pour décrire le problème. Le processus de déformation à charge constante ressemble beaucoup à la notion de fluage. Il a cependant lieu à des températures inférieures (typiquement entre 20 et 150 °C), d'où le terme anglais de « cold-dwell effect ». Durant ses investigations, GE postule qu'une fissure avance de 2 à 3 stries par vol. En effet, un vol peut être schématisé selon la figure 1-24. Les durées caractéristiques des différentes étapes sont de l'ordre de quelques minutes à plusieurs heures (indiquées entre parenthèses). On néglige ici les chargements de faible amplitude et d'origine vibratoire qui se superposent à ce chargement moyen et qui constituent un autre sujet de recherche.

Un vol comporte donc différentes phases telles que le roulage jusqu'à la piste de décollage, l'attente avant le décollage, le vol de croisière, la descente et l'atterrissage. Les sollicitations mécanique et thermique sont caractéristiques de ces phases. En particulier, les phases de décollage, d'ascension et d'inversion de la poussée correspondent à une sollicitation mécanique maximale à température relativement faible et maintenue durant quelques minutes. Ces phases particulières réunissent les conditions nécessaires pour « activer » le phénomène dwell. Même si la sollicitation mécanique est maintenue durant des heures à un niveau élevé, la température est trop élevée durant la phase de croisière. Le mode de déformation et d'endommagement principal y est donc le fluage.

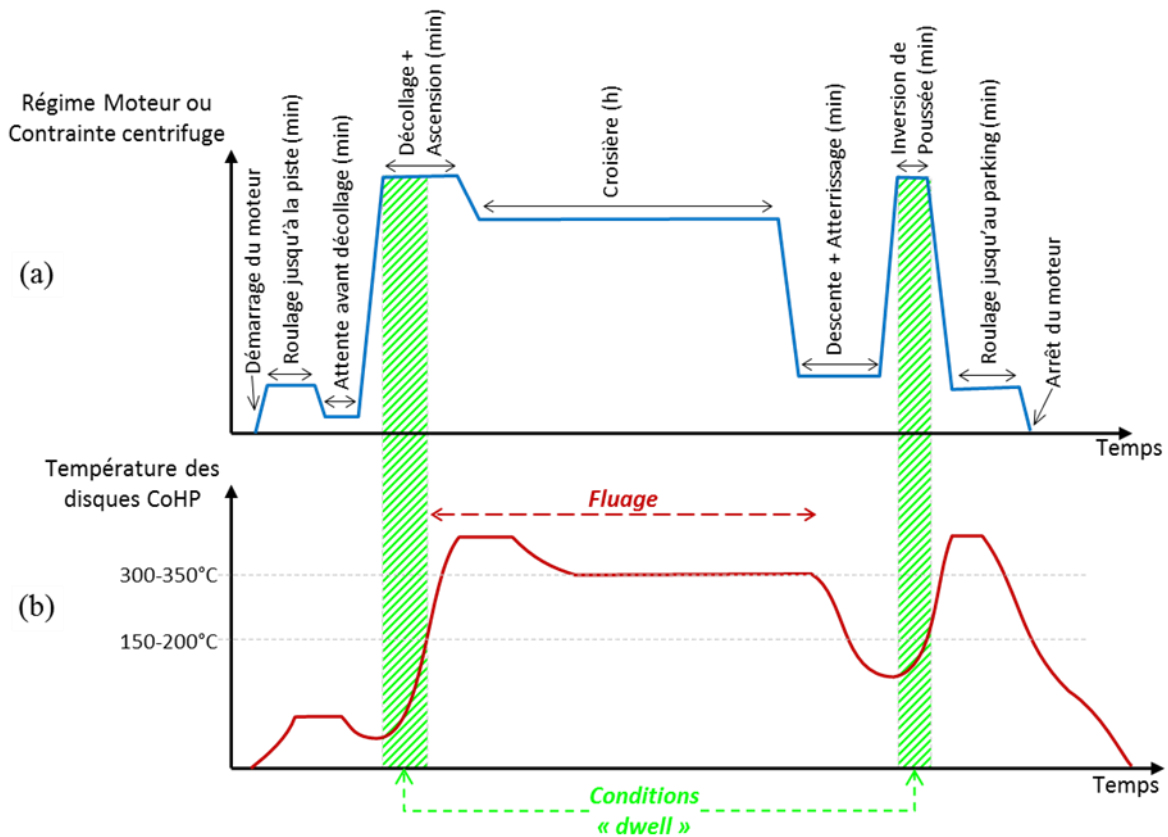


Figure 1-24 Chargement schématique d'un disque compresseur durant un vol commercial : (a) Sollicitation mécanique ; (b) Sollicitation thermique

Afin de reproduire sur éprouvettes le chargement vu en service, des essais en laboratoire sont réalisés à température ambiante en utilisant des cycles trapézoïdaux. Ceux-ci reproduisent les éléments essentiels pour étudier l'effet dwell : des phases de chargement et de déchargement pour induire un phénomène cyclique et une phase de maintien en charge. Ceci est généralement suffisant pour rendre compte de la rupture prématurée définissant l'effet dwell. En effet, la courbe suivante (cf. figure 1-25) montre un abattement de durée de vie des éprouvettes sollicitées par des cycles trapézoïdaux, i.e. en « conditions dwell », par rapport à celles sollicitées en fatigue « pure » (cycles triangulaires) réalisés à la même vitesse de chargement (vitesse de mise ne charge et de décharge) [58]. Cet abattement de durée de vie peut atteindre plus d'une décade et s'amplifie aux fortes valeurs de contrainte.

Dans la suite du manuscrit, « fatigue » ou « fatigue pure » désignera une sollicitation cyclique sans temps de maintien. « Dwell » ou « fatigue dwell » désignera une sollicitation cyclique avec un temps de maintien significatif à charge maximale.

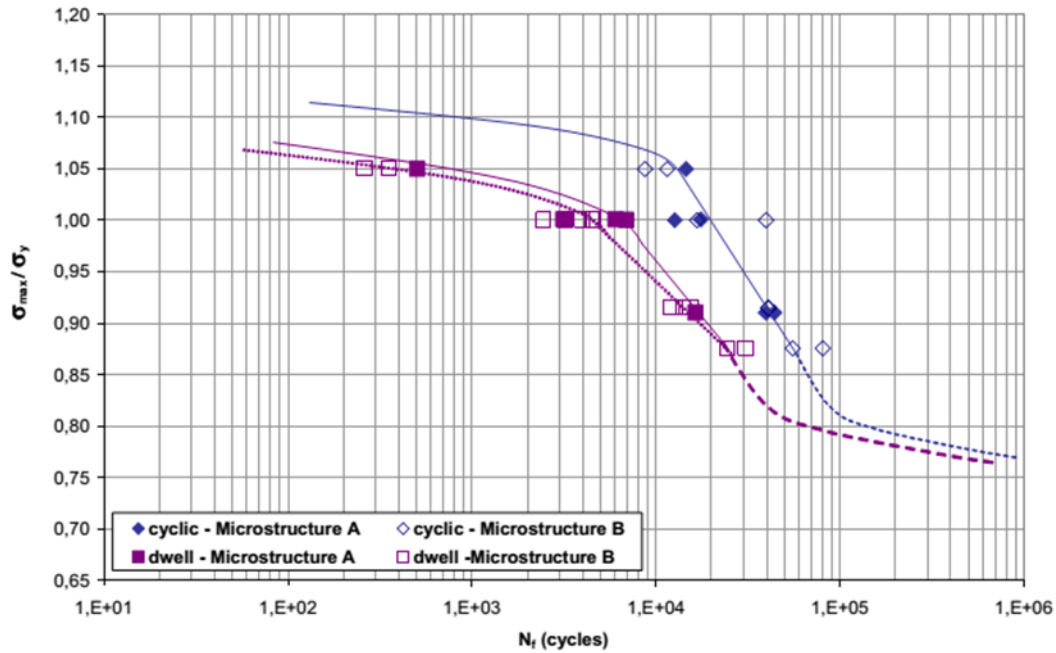


Figure 1-25 Effet dwell dans le Ti6242 [58]

Il est intéressant de noter que ces essais dwell sont très longs à réaliser. Par exemple 2.000 cycles dwell (1 - 120 - 1 s) nécessitent 68 heures alors que 20 000 cycles de fatigue « pure » (1 - 1 s) sont réalisés en 11 heures. Même avec un abattement de durée de vie d'un facteur 10, un essai dwell est environ 6 fois plus long à réaliser qu'un essai de fatigue pure. Il est donc difficile d'explorer des niveaux de contrainte faibles.

A la suite de ces incidents, de nombreux chercheurs ont essayé d'identifier l'origine ou les origines de cet effet dwell. Ils ont étudié diverses pistes dont une synthèse est proposée dans les sections à suivre. Seront abordés successivement les aspects relatifs aux spécificités du fluage « à froid » des alliages de titane (point 3), à l'influence de la composition chimique (point 4), à la teneur en hydrogène interne (point 5), à la microstructure (point 6), et aux paramètres d'essais mécaniques (point 7). Les mécanismes de déformation (point 8) et d'endommagement (point 9) spécifiques aux conditions dwell concluront cette section bibliographique.

3 Etude du fluage « à froid » des alliages de titane

Une des particularités des alliages de titane est leur capacité à se déformer plastiquement sous un chargement constant « à froid ». C'est en particulier le cas lors d'essais réalisés en laboratoire typiquement pour une température ambiante de l'ordre de 20 °C. Ce phénomène de fluage, bien connu pour un grand nombre de matériaux métalliques pour de plus hautes températures, est généralement associé à des processus de montées de dislocations et de diffusion d'éléments chimiques.

3.1 Le fluage à froid du titane

Bien avant les premiers incidents dwell, il était connu que le titane pur fluait à température ambiante [59]. Le même phénomène a progressivement été étudié pour divers alliages commerciaux, notamment des alliages α/β [4], [60]–[66]. Il apparaît dès 15 % de la température de fusion et à partir d'une contrainte de 60 % de la limite d'élasticité [37].

Des analyses MET ont montré que la déformation durant le fluage à froid s'effectue par glissement plan de dislocations [35], [66]. Une loi de fluage primaire parabolique en fonction du temps de sollicitation peut être identifiée. Une microstructure de type vannerie conduit à une déformation plus faible en raison d'une longueur de glissement élémentaire plus courte [65]. Différentes explications ont été proposées à ce phénomène de fluage. La forte sensibilité à la vitesse de déformation est généralement pointée comme un élément majeur de compréhension [60], le glissement activé notamment aux nombreuses interfaces présentes (interfaces α/β , joints d'ex-grains β , frontières entre colonies, etc.) étant très dépendant du temps de mise en charge [37], [65], [67]. Cependant, Suri et al. [37] n'ont observé aucun glissement aux interfaces α/β durant leurs essais de fluage sur des échantillons mono-colonie de Ti-5Al-2,5Sn-0,5Fe. De façon « surprenante », contrairement aux aciers et superalliages, la résistance au fluage augmente lorsque la taille de colonie diminue [37], [65]. En fonction des alliages, différents traitements thermomécaniques peuvent être appliqués pour améliorer les propriétés mécaniques. Une résistance maximale au fluage est obtenue par un recuit duplex (« duplex annealing ») [68]. Il consiste en un maintien de 28 à 56 °C en-dessous de la température de transus β pendant 1 h suivi d'un refroidissement à l'air. Une stabilisation supplémentaire est obtenue par un revenu pendant 8 h à 595 °C. Un tel traitement peut être appliqué aux alliages Ti6242 et Ti-8Al-1Mo-1V [69].

Le fluage constitue ainsi un mode de déformation non négligeable dans les conditions de service classique des alliages de titane [68]. Même si l'origine physique de cette capacité à fluer à température ambiante reste encore à comprendre, elle constitue pour certains chercheurs l'explication du phénomène dwell [70].

3.2 Le fluage à l'origine de l'effet dwell ?

Le fluage « à froid » des alliages de titane est le mode de déformation naturellement activé durant le temps de maintien à charge maximale à chaque cycle dwell. Il constitue ainsi pour certains auteurs l'explication de l'effet dwell. En effet, il y a une forte ressemblance, voire une complète similitude, entre des courbes de comportement macroscopique de fluage et de fatigue-dwell. Par ailleurs, il est constaté une forte ressemblance des faciès de rupture en fluage à froid et en fatigue-dwell. Dans les deux cas des facettes de quasi-clivage sont observées, identifiées comme éléments caractéristiques systématiques d'une rupture par effet dwell [71] (voir § 8.1 « Facettes de quasi-clivage » du présent chapitre pour des exemples).

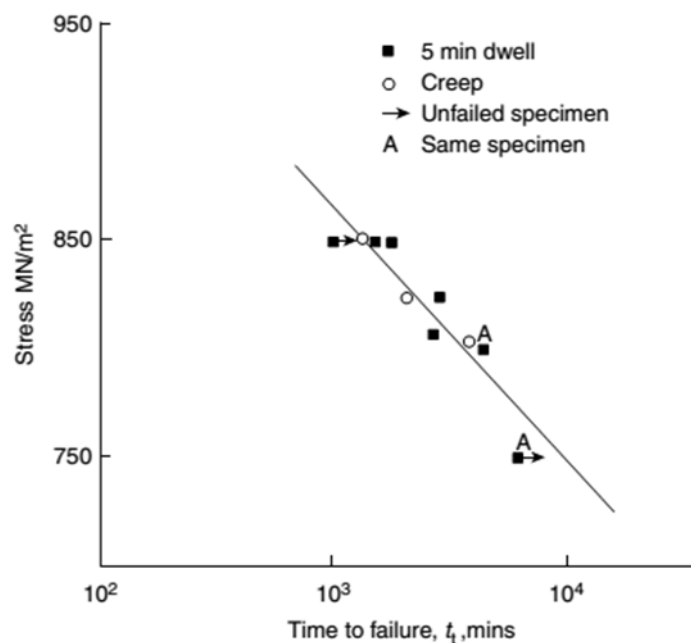


Figure 1-26 Résultats comparés d'essais de fluage et de type dwell avec long temps de maintien (5 min) pour l'IMI685 [68]

Des essais dwell (temps de maintien de 5 min) réalisés à température ambiante sur l'alliage IMI685 par Evans et Gostelow [62], indiquent que le temps à rupture en dwell est équivalent à celui obtenu en fluage comme le montre la figure 1-26. Une interprétation de cette courbe est que pour les différents niveaux de chargement étudiés, la rupture est obtenue en conditions dwell lorsque l'accumulation de déformation de fluage à température ambiante durant le temps de maintien des cycles dwell successifs atteint la déformation obtenue à rupture en fluage. Cette conclusion est renforcée par l'observation comparative des faciès de rupture en dwell et en fluage. Tous montrent des facettes de quasi-clivage similaires. Cela suggère donc que le fluage et la rupture en conditions dwell ont pour origine les mêmes mécanismes. De plus, ces auteurs affirment que la formation de facettes en condition dwell pourrait dépendre de l'effet cumulé de déformation pas à pas lors du maintien à charge maximale plutôt que des effets de charges et décharges cycliques [68].

Selon Hack et Leverant [64], la déformation totale cumulée est similaire pour des ruptures en dwell, fluage, dwell avec pré-déformation et dwell avec maintien à charge minimale. Ces résultats vont dans le même sens que ceux d'Evans et Gostelow. L'effet dwell semble donc plus être un problème de fluage à température ambiante qu'un problème de sollicitation cyclique [68].

La plupart des essais dwell présentés dans la littérature sont pilotés en contrainte [2]. Cependant, Winstone et Weaver [72] ont effectué des essais de fatigue et de dwell à déformation imposée sur l'alliage IMI829 à différentes températures. A 20 °C et 80 °C, l'introduction de temps de maintien à déformation maximale s'accompagne d'une augmentation de la durée de vie. A 120 °C et 300 °C, cet effet bénéfique du temps de maintien sur la durée de vie disparaît. Les auteurs attribuent cet effet à une relaxation de la contrainte pendant le temps de maintien à déformation imposée. Ils concluent également que le phénomène de dwell relevé pour des essais à contrainte imposée est lié à une accumulation de déformation de type fluage, activée par un fort niveau de contrainte.

3.3 Interactions entre fluage et fatigue – Influence du temps de maintien

Il faut noter que les résultats précédents ont été obtenus durant des essais dwell avec un temps de maintien relativement long de 5 minutes. D'autres essais réalisés avec un maintien nettement plus court de 40, 80 ou 120 secondes [2] révèlent également un effet dwell significatif (voir paragraphe 7.3). Cependant l'amplitude de la réduction de durée de vie par rapport à la fatigue « pure » dépend du temps de maintien. Plus il est grand, plus les résultats entre dwell et fluage à froid sont proches. L'ensemble de ces résultats suggère de fortes interactions entre fluage à froid et fatigue.

Pour le Ti6242, Pierre Lefranc a montré durant des essais de fatigue, de fluage à température ambiante et des essais de fatigue-dwell, que pour une contrainte élevée de 105 % de la limite d'élasticité conventionnelle, la déformation à rupture en fluage est 1,5 fois plus grande qu'en dwell alors que le temps à rupture en fluage est 10 fois plus grand qu'en dwell [58]. Ceci montre bien que le comportement en dwell peut être différent de celui en fluage pur. D'autres essais montrent que les vitesses de déformation en fluage et en fatigue-dwell sont proches et supérieures à celles en fatigue ; que l'accumulation de déformation en dwell peut être supérieure à celle en fluage alors que la durée de vie en dwell reste quand-même inférieure [2]. L'ensemble de ces effets démontre l'existence d'un couplage complexe entre fatigue et fluage.

A plus faible contrainte, la déformation cumulée en dwell peut-être supérieure aux déformations atteintes à rupture en fatigue et en fluage (cf. figure 1-27).

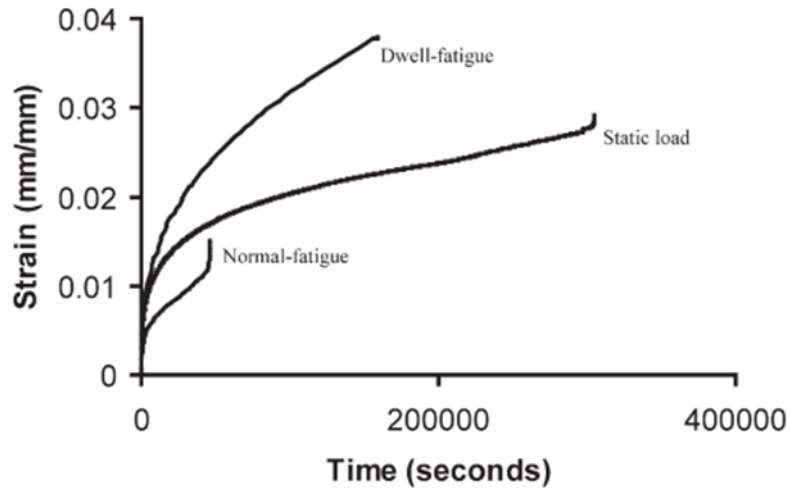


Figure 1-27 Accumulation de déformation en fatigue pure, dwell et fluage à température ambiante pour le Ti6242 à 95 % de la limite d'élasticité conventionnelle [73]

De même, une pré-déformation en fluage de 0,4 à 2 % à température ambiante peut augmenter la durée de vie en fatigue d'un facteur 2 à 4 [74]. La durée de vie en dwell ne correspond donc clairement pas simplement au cumul de la durée de vie en fluage « pur » et en fatigue « pure ». Un ou des processus spécifiques se développent en dwell, couplant les mécanismes de déformation cyclique et déformation par fluage.

4 Influence de la composition chimique

Il est important d'identifier si tous les alliages de titane sont sensibles à l'effet dwell d'une part, et pour ceux qui le sont, d'évaluer le degré d'abattement de durée de vie en comparaison avec la résistance intrinsèque en fatigue « pure » d'autre part.

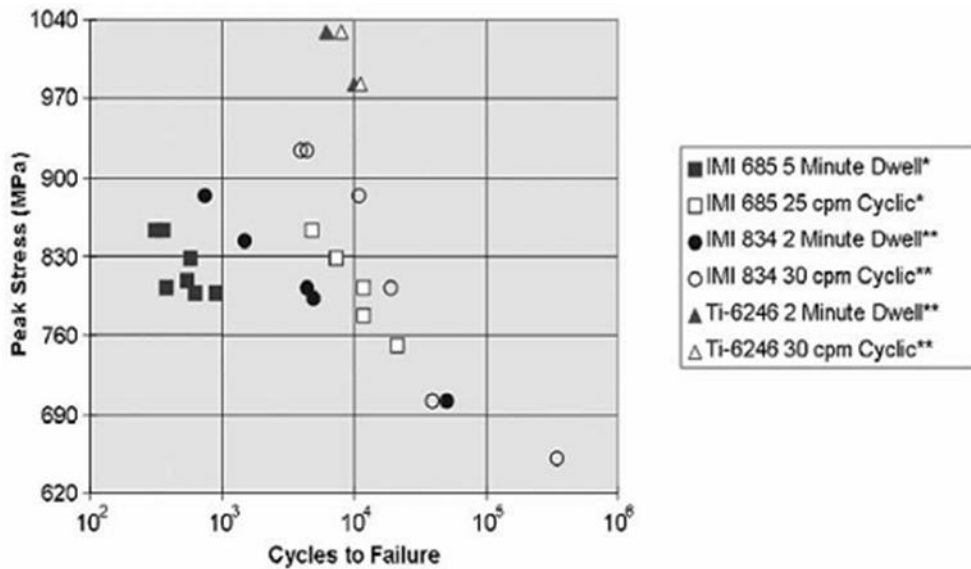


Figure 1-28 Sensibilité à l'effet dwell des alliages IMI685, IMI834, Ti6246 [1, p. 273]

La figure 1-28 présente une synthèse des résultats obtenus pour trois alliages différents. Il apparaît clairement que l'IMI685 (microstructure entièrement lamellaire [62]) et l'IMI834 (microstructure bimodale [75]) présentent une forte sensibilité à l'effet dwell, alors que le Ti6246 (microstructure entièrement lamellaire [76]) est quasiment insensible, même pour des niveaux de contrainte plus élevés. Ce résultat est associé à la différence de microstructure, mais surtout à celle de composition chimique sans pour autant que les raisons fondamentales soient comprises. Les alliages quasi- α ou α/β présentant une faible fraction volumique de phase β , étudiés notamment pour les applications hautes températures comme le Ti6242, l'IMI685, l'IMI829 et l'IMI834, sont généralement les plus sensibles à l'effet dwell. Des alliages α/β ou β tels que le Ti64, le Ti6246 ou le Ti17 sont au contraire peu ou pas sensibles au dwell [1, p. 273]. La figure 1-29 illustre la très faible sensibilité au dwell du Ti6246 dans la gamme de température de 20 °C à 150 °C.

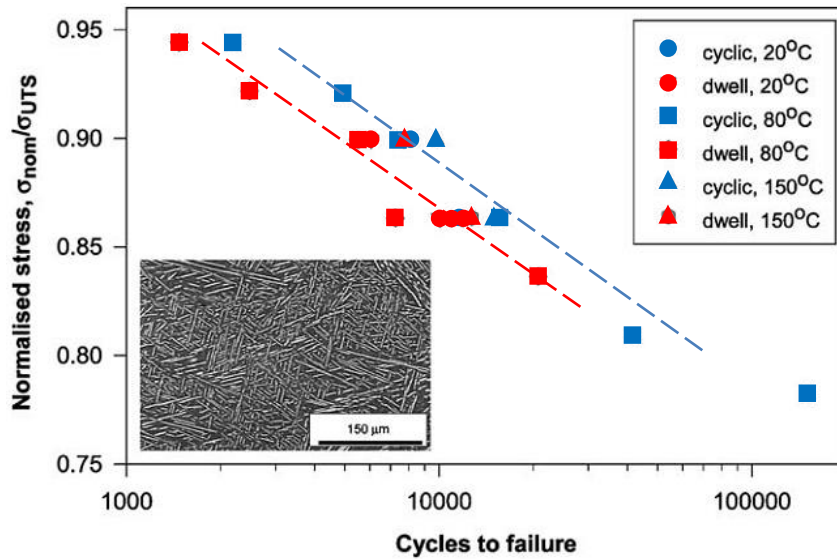


Figure 1-29 Résultats de fatigue et de dwell pour le Ti6246 issu d'un disque forgé [71]

La faible sensibilité au phénomène dwell de l'alliage Ti6246 forgé β est mise en évidence pour une gamme de températures allant de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ et pour des contraintes allant de 85 % à 95 % de la contrainte à rupture durant les études menées par Spence et al. [76] ainsi que par Bache [71]. Ces auteurs attribuent ce « non-effet » à la microstructure de l'alliage, caractérisée par la présence de petites zones où les lamelles α sont enchevêtrées les unes par rapport aux autres, noyées dans une matrice aciculaire très fine de type martensitique. Selon ces auteurs, cette microstructure empêche la formation de larges colonies, limite les configurations de larges colonies ayant un plan basal commun, identifiées comme probablement favorables à l'endommagement (voir § 8.2 « Configurations microstructurales associées aux plumes ») et minimise la désorientation cristallographique entre les grains. Les rôles respectifs de la microstructure et de la composition chimique restent cependant difficiles à séparer clairement et définitivement.

5 Influence de l'hydrogène interne, fragilisation

L'influence des éléments interstitiels comme l'hydrogène, l'oxygène ou l'azote sur le comportement mécanique des matériaux métalliques a déjà fait l'objet de nombreuses études. Par exemple, une forte concentration en hydrogène est connue pour réduire considérablement la ductilité et la durée de vie en fatigue pour certaines classes de matériaux [77], [78]. L'environnement extérieur (gazeux ou liquide) au matériau est naturellement identifié comme une des sources évidentes de tels éléments. A titre d'exemple, l'hydrogène associé à la vapeur d'eau peut entraîner une forte augmentation de la vitesse de fissuration sur des alliages d'aluminium [79], d'acier [80], de titane [81]... Cependant, les sites d'amorçage identifiés en fatigue et en dwell dans les alliages de titane n'étant pas uniquement surfaciques mais très souvent subsurfaciques, l'hydrogène externe issu de l'environnement n'est

probablement pas à l'origine de l'effet dwell (même s'il n'est pas exclu que cet hydrogène puisse accélérer certains processus). En revanche, la fragilisation par l'hydrogène interne est une des pistes pour expliquer l'effet dwell qui a été explorée dès 1982 [64] jusqu'à plus récemment [2], [82].

5.1 Influence de la teneur en hydrogène sur l'effet dwell

L'hydrogène interne issu des étapes d'élaboration dans les alliages de titane se trouve préférentiellement dans la phase β , avec une solubilité jusqu'à 2 % en masse, alors que la concentration maximale à température ambiante dans la phase α n'est que de 20 ppm [2].

Sur les propriétés en traction, l'hydrogène a une influence bénéfique jusqu'à environ 500 ppm en augmentant la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 %, la contrainte et la déformation à rupture [83]. Cependant, la limite d'élasticité réelle diminuerait en raison d'un volume d'activation plus réduit et une mobilité accrue des dislocations avec l'augmentation de la concentration d'hydrogène, ce qui expliquerait l'augmentation de la déformation en fluage. D'autres auteurs [62], [84] évoquent cependant une diminution de la ductilité...

En fatigue ainsi qu'en dwell, l'hydrogène a généralement une influence néfaste. Hack et Leverant [64] ont par exemple étudié l'effet dwell pour l'alliage quasi- α IMI685 à microstructure grossière en colonie de lamelles α (taille de colonie entre 400 et 750 μm) à l'état vierge (40 ppm d'hydrogène) et sur le même matériau chargé à 140 ppm en hydrogène. Ils ont montré que cette augmentation d'hydrogène interne réduit la durée de vie en dwell d'un facteur 30 à température ambiante. Ces auteurs proposent un modèle de fragilisation selon lequel l'hydrogène interne s'accumulerait en tête des empilements de dislocations qui se développent lors de la déformation durant la phase de type fluage à froid. Ces empilements sont limités par les frontières des colonies de lamelles de phase α (ex-joints de grains β). Au niveau des têtes d'empilements riches en hydrogène, une microfissure s'initierait et se propagerait alors par la formation et la fissuration d'hydrures, contribuant ainsi à la formation de facettes de quasi-clivage d'orientation proche de celle du plan basal [4]. Cependant, pour des alliages α/β tel que le Ti6242 et le Ti-6Al-4V, aucune fragilisation par l'hydrogène n'est observée. Les auteurs expliquent cela par la différence de microstructure. En effet, les alliages α/β présentent des ex-grains β plus grands et surtout des liserés épais et continus de phase β entre les lamelles de phase α . Etant donné que la solubilité et la diffusivité de l'hydrogène dans la phase β sont beaucoup plus grandes que dans la phase α , les lattes épaisses de phase β peuvent accepter une teneur plus grande en hydrogène liée au gradient de contrainte, avant de perdre en ductilité ou de former des hydrures.

L'effet de l'hydrogène interstitiel évoqué par Hack et Leverant a également été étudié par Evans [85] pour le même alliage et le même type de microstructure grossière, mais dans la gamme 10-50 ppm d'hydrogène. Evans constate que la durée de vie, à la fois pour des essais de fatigue pure et des essais dwell, augmente avec la teneur en hydrogène. Il suppose que cet accroissement de la durée de

vie peut être attribué à un changement de la croissance des fissures courtes, par une meilleure résistance à la déformation plastique pour la plus forte teneur en hydrogène.

Ces évolutions ne sont pas confirmées par les travaux d'Evans et Bache [84]. Toujours pour le même alliage et une microstructure purement lamellaire organisée en colonies, ils observent en effet une évolution continue de durée de vie en fatigue et en dwell en fonction de la concentration en hydrogène entre 20 et 275 ppm. Ils notent cependant deux régimes en fonction de la concentration en hydrogène :

a) Pour une teneur inférieure à 100 ppm (20 à 60 ppm), l'augmentation de la concentration en hydrogène facilite l'apparition de bandes de glissement intenses conduisant à un grand nombre de facettes de quasi-clivage sur le faciès de rupture. Dans ce régime, l'effet dwell n'est sensible que pour des contraintes supérieures à la limite d'élasticité.

b) Pour une teneur supérieure à 100 ppm, une rupture prématurée le long des interfaces α/β et aux ex-joints de grains β est attribuée à la formation sous contrainte d'hydrures augmentant la sensibilité à l'effet dwell. Dans ce régime, l'effet dwell produit un abattement de durée de vie de plus d'une décade, même à faible niveau de contrainte.

Ces différents travaux montrent que des concentrations élevées en hydrogène peuvent localement apparaître par diffusion assistée d'un gradient de contrainte, même si la concentration moyenne globale n'est pas élevée et problématique en tant que telle. La précipitation d'hydrures dépend alors de l'état de contrainte et de déformation à l'échelle locale. Plus précisément c'est la contrainte hydrostatique qui favorise la formation d'hydrures [82]. Ainsi, la précipitation d'hydrures peut concerner le cœur des éprouvettes où le matériau subit un état de déformation plane, alors qu'en surface la contrainte hydrostatique est trop faible pour former ces hydrures. Ceci est visible sur les faciès de rupture : le cœur de l'éprouvette montre des facettes de quasi-clivage de la phase α ou au niveau des interfaces α/β ; la couche de matière proche de la surface révèle au contraire une rupture ductile [2].

Comme Evans et Bache [84], Shih et al. [86] observent deux régimes pour l'alliage α Ti-4Al. L'analyse du rôle de l'hydrure de titane réalisée *in situ* sous environnement gazeux à température ambiante révèle deux mécanismes de rupture dépendant du niveau de la contrainte locale. Pour une contrainte élevée, la rupture est induite par la déformation plastique localisée et favorisée par l'hydrogène sans formation d'hydrure. Pour des niveaux de contraintes inférieurs, la fissure se propage à travers les hydrures formés en fond de fissure.

Les travaux de Mignot [87] sur le Ti6246 confirme que l'hydrogène stimule la plasticité et provoque une localisation de la déformation aux interfaces α/β lorsqu'il est ajouté quantité modérée (< 500 ppm dans le Ti-6246 ou < 100 ppm dans l'IMI 685). La raison pour laquelle la ductilité et la capacité de fluage à 20 °C diminuent pour de plus fortes teneurs en hydrogène n'est pas claire, la précipitation d'hydrures n'étant en particulier pas validée. La ségrégation d'hydrogène en forte concentration pourrait diminuer l'énergie de cohésion du réseau et provoquer la nucléation de fissures

[2]. Selon Shih et Robertson cette théorie n'est pas expérimentalement prouvée. Toutefois, une trop forte localisation de la déformation aux interfaces α/β pourrait y faire naître un endommagement nuisant à la ductilité de l'alliage [4].

Remarque : la microstructure souvent grossière testée dans ces articles diffère de celle étudiée dans le présent travail et pourrait ainsi avoir une réponse différente vis-à-vis de la présence d'hydrogène. La vitesse de sollicitation est également un facteur à prendre en compte, souvent non précisé dans ces différentes études.

Les essais réalisés par Lefranc [2] montrent que la durée de vie en fatigue et en dwell augmente avec la teneur en hydrogène dans la gamme 30 à 300 ppm pour le Ti6242. Une inversion de cette tendance pour des teneurs plus élevées n'a pas pu être étudiée. Il montre cependant une légère augmentation de la sensibilité à l'effet dwell lorsque la concentration en hydrogène augmente comme le montre la figure 1-30. Une analyse approfondie de tels résultats nécessiterait cependant de prendre en compte les évolutions de caractéristiques mécaniques en fonction de la teneur en hydrogène, ce qui n'était pas le cas.

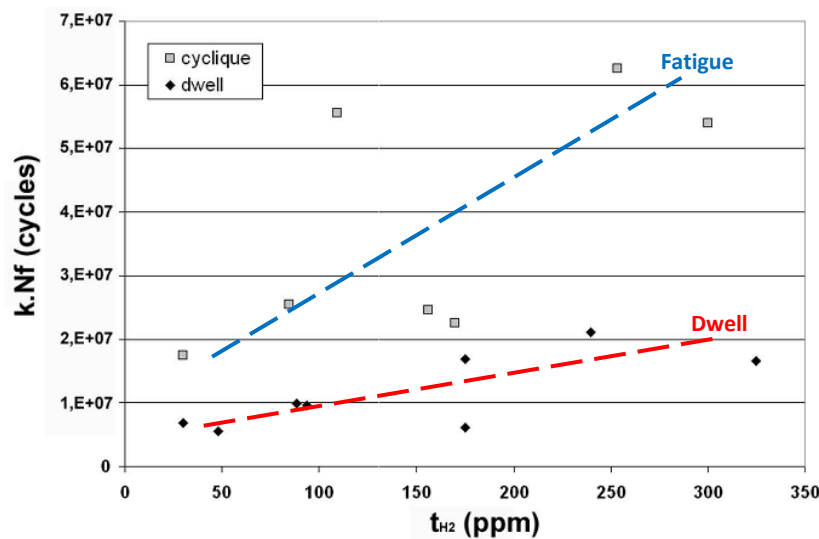


Figure 1-30 Evolution des durées de vie en fatigue et en dwell en fonction de la teneur en hydrogène [2]

5.2 Effet dwell : origine non clairement identifiée

Bien que son influence ne soit pas négligeable, la teneur en hydrogène interne ne peut pas expliquer à elle seule le phénomène dwell. Les travaux de Bania et Eylon [88] relativisent ainsi le rôle de l'hydrogène sur l'effet dwell. Ces auteurs n'ont pas été en mesure par exemple de reproduire les résultats obtenus par Stubbington et Pearson [89], [90] pour l'alliage Ti-6Al-4V bien que leur alliage ait été deux fois plus chargé en hydrogène. Par ailleurs, ils n'ont pu observer l'augmentation des vitesses de fissuration en conditions dwell pour le Ti11 chargé en 170 ppm d'hydrogène. Ils ont conclu qu'une forte concentration en hydrogène n'est pas l'origine directe de l'effet dwell [62].

Un autre résultat prouvant que la teneur en hydrogène n'est pas le seul paramètre à considérer pour expliquer l'effet dwell est la persistance de cet effet dwell pour l'IMI685 contenant très peu d'hydrogène [71]. La courbe reportée sur la figure 1-31 illustre ce point pour une teneur en hydrogène inférieure à 20 ppm.

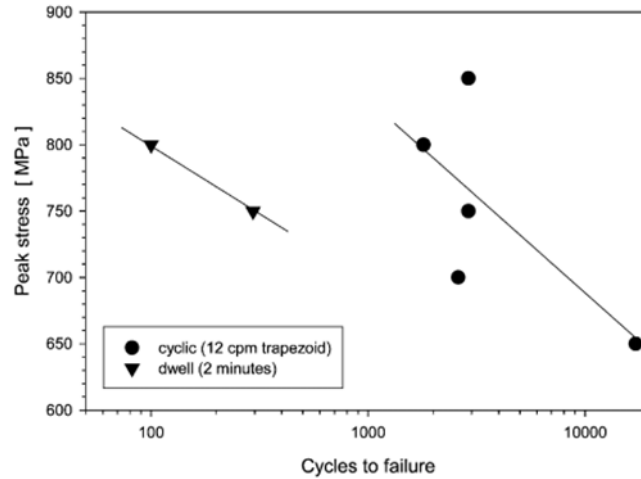


Figure 1-31 Effet dwell à très faible concentration en hydrogène sur l'IMI685 [71]

Les effets d'hydrogène ont donc été étudiés de différentes manières, par différentes équipes. Les résultats sont complexes, parfois opposés d'une étude à l'autre. Si une influence significative de la teneur en hydrogène sur le comportement et la durabilité des alliages de titane a été démontrée, la contribution à l'effet « dwell » n'est que partielle. Il faut donc chercher d'autres sources pouvant expliquer les réductions de durées de vie constatées entre essais conduits en fatigue-dwell et en fatigue « pure ».

6 Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques

Optimiser l'usage d'un alliage pour une application donnée nécessite de choisir et/ou adapter au mieux sa microstructure métallurgique. Le paragraphe 1.3 (« Microstructures métallurgiques des alliages de titane ») a présenté les multiples microstructures qu'il est possible de réaliser par des traitements thermomécaniques adaptés pour une même composition chimique. Cependant, une microstructure idéale n'existe évidemment pas, chaque caractéristique microstructurale jouant en général en faveur de certaines propriétés mécaniques et au détriment d'autres !

Dans une première partie, il s'agit de montrer les avantages et inconvénients généralement admis pour les différentes microstructures les unes par rapport aux autres. Dans un second temps, les paramètres importants de chaque microstructure sont présentés.

6.1 Avantages d'une microstructure lamellaire

a) Traction

Pour les alliages α/β , la microstructure lamellaire conduit généralement à une limite d'élasticité et une limite à rupture plus élevées que les microstructures bimodale et équiaxe, ainsi qu'à une meilleure ténacité [13].

b) Fatigue

Les alliages α/β de titane dont la microstructure est lamellaire sous forme de colonies, sont souvent le siège de glissements très planaires. Cette déformation localisée peut faciliter l'amorçage et la propagation de fissures [36]. Ainsi, une microstructure « en colonies » présente le plus souvent une tenue en fatigue modérée, ceci d'autant plus que la microstructure est grossière. Une microstructure fine en vannerie conduit au contraire à une meilleure résistance en fatigue [13], [61], [71] puisqu'elle inhibe la formation de longues bandes de glissement au sein du matériau et augmente la résistance à la propagation de la fissure [3] (cf. Figure 1-32).

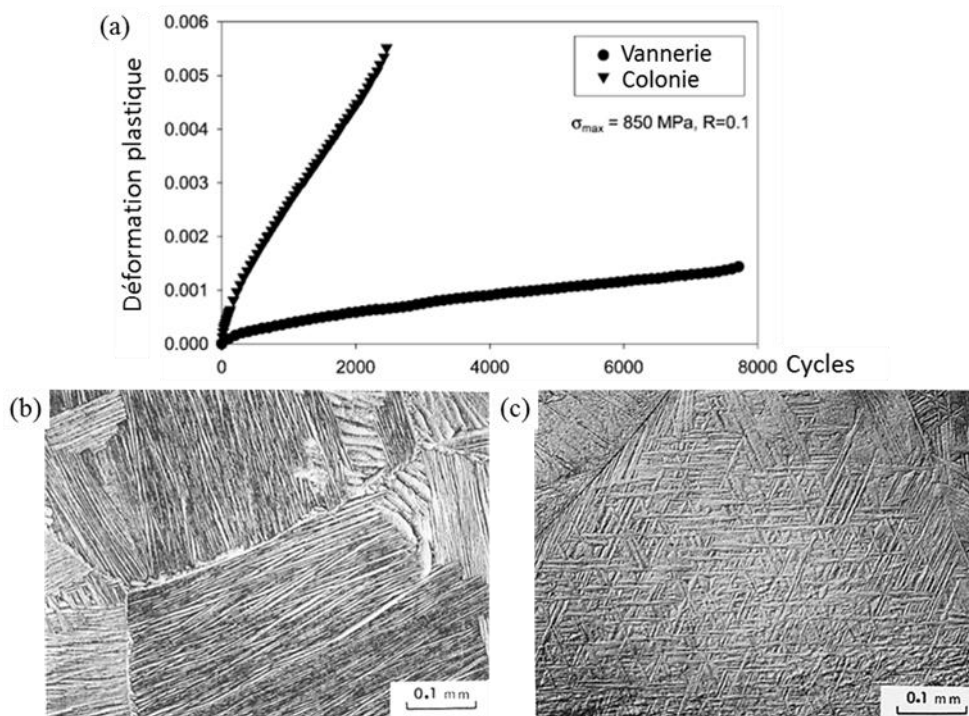


Figure 1-32 (a) Déformation plastique au cours de deux essais de fatigue « pure » pour deux microstructures différentes (réalisées à la même contrainte pour l'IMI685 [71]) ; Exemple de micrographies de l'IMI685 : (b) en colonies, (c) en vannerie [61]

Une microstructure de type Widmanstätten, structure très utilisée pour cette classe d'alliages, présente une bonne résistance à la propagation de fissures longues et ceci d'autant plus que la

microstructure est grossière [68], [91] puisqu'elle génère un chemin de fissuration tortueux et conduit à la formation de fissures secondaires [68].

Pour le Ti6242, une microstructure de type purement lamellaire sous forme de colonies entraîne une bonne résistance en propagation de fissures longues alors que les microstructures bimodales allongées et équiaxes sont moins résistantes [92], [93]. Cependant, pour la propagation de fissures courtes, la microstructure de type Widmanstätten présente également une résistance limitée [68]. De plus, une microstructure fine permet de retarder l'amorçage de fissures [91].

c) Fluage à chaud

La microstructure lamellaire conduit à la meilleure résistance en fluage à chaud. Alors que la microstructure bimodale ne peut être utilisée que jusqu'à 300 voire 450 °C [68], un traitement thermomécanique dans le domaine β conduisant à une microstructure purement lamellaire permet d'atteindre des températures de service entre 450 et 500 °C, voire 600 °C pour des alliages comme l'IMI834 ou le Ti1100 [68]. Le traitement thermomécanique entraîne cependant le risque de former une microstructure aciculaire (finement aiguillée) qui réduit fortement la résistance en fatigue de l'alliage [13].

d) Fluage à froid

Contrairement au fluage à chaud, Suri et al. [37] soulignent que la microstructure en colonie de lamelles présente la plus faible résistance au fluage à froid parmi toutes les microstructures possibles. Suri et al. [94] ont réalisé à température ambiante des essais de fluage compression sur l'alliage Ti6242 avec deux microstructures différentes. Ils observent une différence nette entre les deux microstructures étudiées : en vannerie (« Basketweave ») et en colonies de Widmanstätten (cf. figure 1-33).

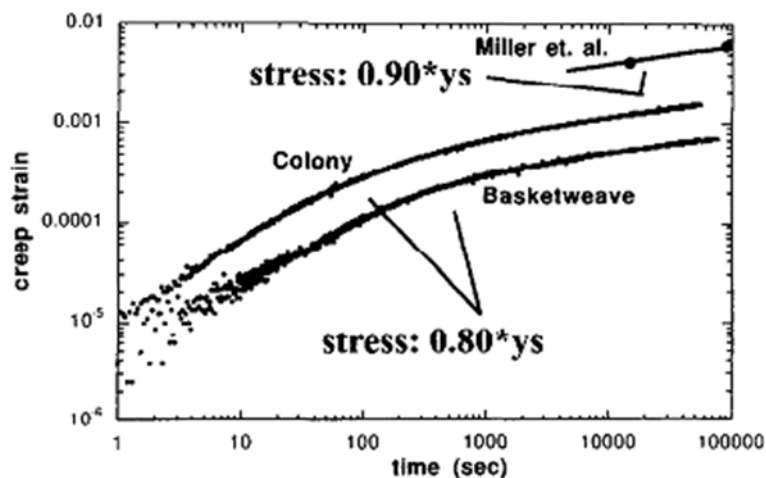


Figure 1-33 Comparaison des microstructures en vannerie et en colonies de Widmanstätten en fluage pour le Ti6242 [94]

Pour ce mode de sollicitation, les bandes de glissement traversent fréquemment toutes les lamelles d'une colonie et la résistance en fluage à froid augmente lorsque la taille de colonie diminue. Ils expliquent cette différence en associant la taille effective de colonie à la longueur de glissement des dislocations [1], [65]. Ainsi, pour la microstructure en vannerie ayant une taille de « colonie » plus petite, la déformation de fluage est naturellement inférieure. La résistance en fluage à froid augmente donc dans l'ordre suivant des microstructures : « en colonies, Widmanstätten, et vannerie » [37]. Cependant, ce paramètre n'est que du second ordre par rapport à l'alignement cristallographique des systèmes de glissement mis en jeu lors de la transmission du glissement entre les phases. Lorsque le glissement s'effectue selon des directions « dures » (cf. § 1.4.5 « Transmission du glissement entre α et β »), les premiers obstacles aux dislocations sont les interfaces β et non le bord de la colonie. Par ailleurs, Suri et al. [37] montrent une grande différence de la réponse en fluage à froid selon leur orientation pour des échantillons mono-colonie où la taille de colonie est un paramètre sans signification.

6.2 Avantages d'une microstructure bimodale

En raison du traitement thermomécanique dans le domaine β , la microstructure lamellaire a une taille d'ex-grain β plus grande qu'une microstructure bimodale obtenue dans le domaine $\alpha+\beta$, souvent de l'ordre de 500 μm à 1 000 μm contre 100 μm . Les propriétés mécaniques sont alors très différentes.

a) Traction

La microstructure bimodale, comme la microstructure équiaxe, conduit généralement à une meilleure ductilité et résistance en traction que la microstructure lamellaire [13].

b) Fatigue

La microstructure bimodale présente une meilleure résistance en fatigue oligocyclique qu'une microstructure lamellaire, et une microstructure équiaxe a une meilleure résistance en fatigue HCF qu'une microstructure de type Widmanstätten ou en colonies [13]. Ceci s'explique notamment par une meilleure résistance à l'amorçage de fissure de la microstructure bimodale [91].

Conclusion sur la microstructure bimodale :

Optimiser l'organisation spatiale et morphologique de la phase α permet d'optimiser les propriétés mécaniques. Ainsi, la phase lamellaire entraîne une faible ductilité en traction (zone plastique réduite), une haute résistance au fluage, une haute ténacité (chemin de fissuration sinueux), une faible tenue en fatigue oligocyclique. La phase équiaxe contribue à une bonne ductilité en traction, une faible ténacité (parcours facile pour la propagation de fissure) et une bonne résistance en fatigue oligocyclique [1]. Les microstructures bimodales conduisent alors à un bon compromis entre l'excellente résistance au

fluage d'une microstructure 100 % lamellaire et la bonne tenue en fatigue d'une microstructure équiaxe. Il semble que les propriétés optimales soient souvent obtenues lorsque la microstructure est constituée d'environ 15 % de nodules α_p distribués de manière homogène dans une matrice lamellaire [3].

6.3 Liens entre propriétés mécaniques et paramètres microstructuraux

6.3.1 Taille de colonie

Pour les alliages α/β présentant une microstructure purement lamellaire, la taille de colonie est un paramètre microstructural très important [37]. Elle peut en effet être assimilée à la longueur effective de glissement si l'on considère que la relation de Burgers autorise une transmission facile du glissement entre les deux phases. Ainsi, une diminution de la taille de colonie conduit à une augmentation de la limite d'élasticité [12], de la ductilité, de la résistance à l'amorçage et à la propagation de microfissures, i.e. à une amélioration de la résistance en HCF et LCF. La microstructure bimodale, qui présente une taille de colonie en générale inférieure à celle de la microstructure purement lamellaire, est meilleure vis-à-vis des propriétés mécaniques citées. Cependant, en raison de la répartition parfois inhomogène des éléments d'alliage au sein d'une microstructure bimodale, les régions lamellaires peuvent constituer le point faible de la microstructure, avec des propriétés mécaniques inférieures à celle de la microstructure purement lamellaire, notamment par rapport à la résistance en HCF et en fluage. Cet effet peut être contrôlé en limitant le taux de nodules α [20].

Une amélioration de la microstructure purement lamellaire consiste à faire précipiter des lamelles secondaires de phase α de très petite taille au sein du « résidu de phase β » entre les lamelles α primaire. On obtient ainsi une microstructure « bi-lamellaire » telle que décrite dans le § 1.3.4 « Remarques sur la microstructure lamellaire ». Ceci réduit l'espace inter-lamellaire ce qui favorise l'augmentation de la limite d'élasticité, de la ductilité, de la résistance à l'amorçage et à la propagation de microfissures. Le même principe pourrait être appliqué aux régions lamellaires d'une microstructure bimodale aboutissant ainsi à une microstructure « trimodale » ou « triplex » [20]. Cette idée provient de travaux sur le VT 25y (Ti-6Al-2Sn-3,5Zr-3,5Mo-1W-0,2Si, alliage Russe pour applications hautes températures) dont la microstructure ressemblait à une microstructure trimodale [20].

Dans le cas où la propagation de fissure s'effectue le long de bandes de glissement très marquées, les interfaces entre colonies deviennent alors des obstacles. Ceci a notamment été mentionné dans les travaux d'Eylon et al. [95]. Cependant, Ravichandran [96] a conclu que les lamelles sont les éléments prédominants dans une microstructure purement lamellaire en colonies alors que la taille des colonies n'est importante que dans une microstructure enchevêtrée [91].

Pour les alliages Ti64 et Ti-8Al-1Mo-1V forgés β avec une microstructure de type Widmanstätten, il apparaît une transition entre un mode de rupture par formation de facettes associées à un processus de type micro-clivage, et un mode d'amorçage de fissure progressif avec formation de stries de fatigue pour une valeur de ΔK_T caractéristique dépendant de la microstructure. Pour cette valeur, la propagation de la fissure passe d'un mode dépendant de la microstructure à un mode indépendant. $\Delta K_T = \frac{1}{4\pi} \sigma'_y \sqrt{l^*}$ où ΔK_T est l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte critique de la transition, σ'_y est la limite d'élasticité cyclique et l^* est la taille caractéristique de la microstructure [68].

6.3.2 Influence de la cristallographie

La microstructure, mais également la microtexture associée, ont un effet important sur les propriétés en fatigue. En effet, l'amorçage et la propagation de fissures en HCF ont lieu préférentiellement dans des colonies adjacentes ayant un plan basal commun [12].

Parfois, c'est même la cristallographie qui prédomine sur la morphologie. Selon Chan et al. 1981 [36], l'orientation morphologique des lamelles α et des lattes β par rapport à la direction de sollicitation n'a pas d'influence directe sur la résistance mécanique.

En outre, une échelle intermédiaire de la texture cristallographique est à prendre en compte. Comme cela est souvent le cas en fatigue, une grande dispersion des durées de vie est constatée en dwell. Pour les alliages de titane, cette dispersion est particulièrement marquée et provient d'hétérogénéités microstructurales. Un exemple parlant est la problématique associée à la présence de « macrozones » [39], zones étendues, parfois millimétriques ou plus, présentant une texture cristallographique prononcée souvent sans différence de morphologie par rapport aux zones de microstructure « standard ». L'origine de ces zones spécifiques est liée à l'histoire thermomécanique complexe de l'alliage. Elle concerne la structure et la texture à l'échelle des ex-grains β comme la sélection des variants α au sein de ces grains [97], [12], [98], [99], [11].

Ces hétérogénéités de microstructure se traduisent par des variations significatives de propriétés mécaniques. La figure 1-34 illustre ce point à partir de courbes de traction obtenues dans des conditions d'essais identiques dans le cas d'éprouvettes issues de la zone centrale d'un disque forgé en IMI834 [3]. Une variation importante de module d'Young ainsi que de limite d'élasticité est constatée. De telles variations de propriétés ont des conséquences en termes de dispersion sur la durabilité en fatigue [11], [39] et en dwell. La figure 1-35 illustre ce point pour des éprouvettes issues de la même zone centrale du disque en alliage IMI834 [3]. Les durées de vie varient d'un facteur proche de 3,6 dans cette zone du disque. Dans la « zone morte » du disque, la dispersion est moins marquée avec un facteur d'environ 2,3. Cette zone est moins déformée lors du forgeage du disque et donc probablement moins texturée.

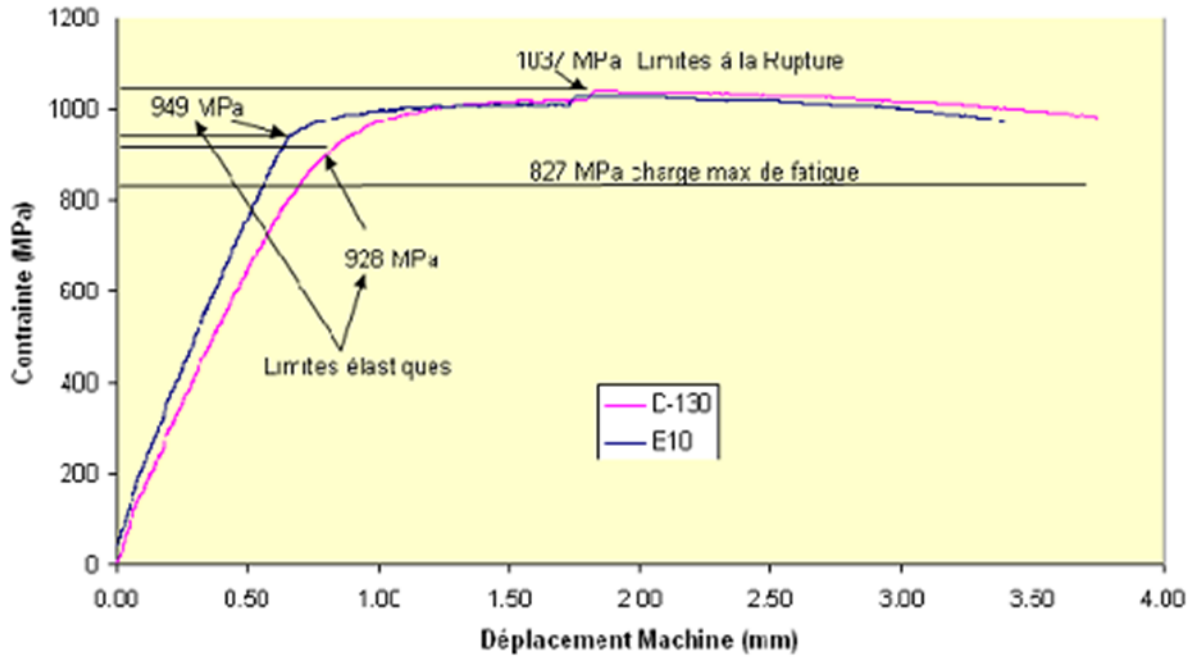


Figure 1-34 Influence des macrozones sur le comportement en traction (IMI834, structure bimodale) [3]

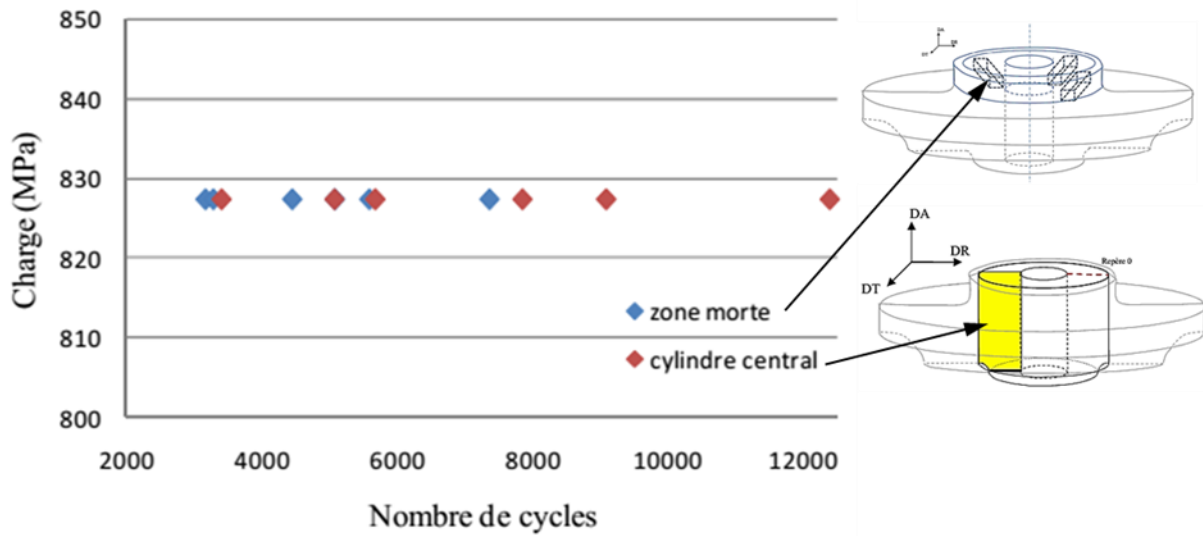


Figure 1-35 Dispersion de la durée en vie en fatigue-dwell pour l'IMI834 en raison des hétérogénéités microstructurales (essais dwell à 20 °C, $\sigma_{max} = 827$ MPa, $R = 0$, temps de maintien de 30 s) [3]

6.3.3 Influence de la microstructure sur l'effet dwell

Que la microstructure ait une forte influence sur l'effet dwell a été rapidement compris. Pour cette raison, l'IMI685 à partir duquel avait été identifiée la problématique dwell en 1972, a d'ailleurs été remplacé pour certaines applications par le Ti64 avec notamment une taille de grains inférieure [71].

L'effet dwell est plus ou moins marqué selon les trois microstructures citées précédemment. La microstructure équiaxe est la plus sensible [68] suivie par la microstructure bimodale et enfin la microstructure purement lamellaire qui présente la meilleure résistance pour le Ti6242 [58]. Pourtant, Evans et Bache [84] observent un effet dwell très marqué pour l'IMI685 avec une microstructure purement lamellaire de grandes colonies et précisent qu'elle est la plus sensible. Une fois de plus il est nécessaire de préciser la nature de la microstructure pour tenter d'établir un classement de résistance vis-à-vis d'une propriété telle que la sensibilité à l'effet dwell. Parmi les morphologies possibles de la microstructure purement lamellaire, la microstructure en vannerie semble moins sensible à l'effet dwell qu'une microstructure en colonies (pour l'IMI685 [100], [61]).

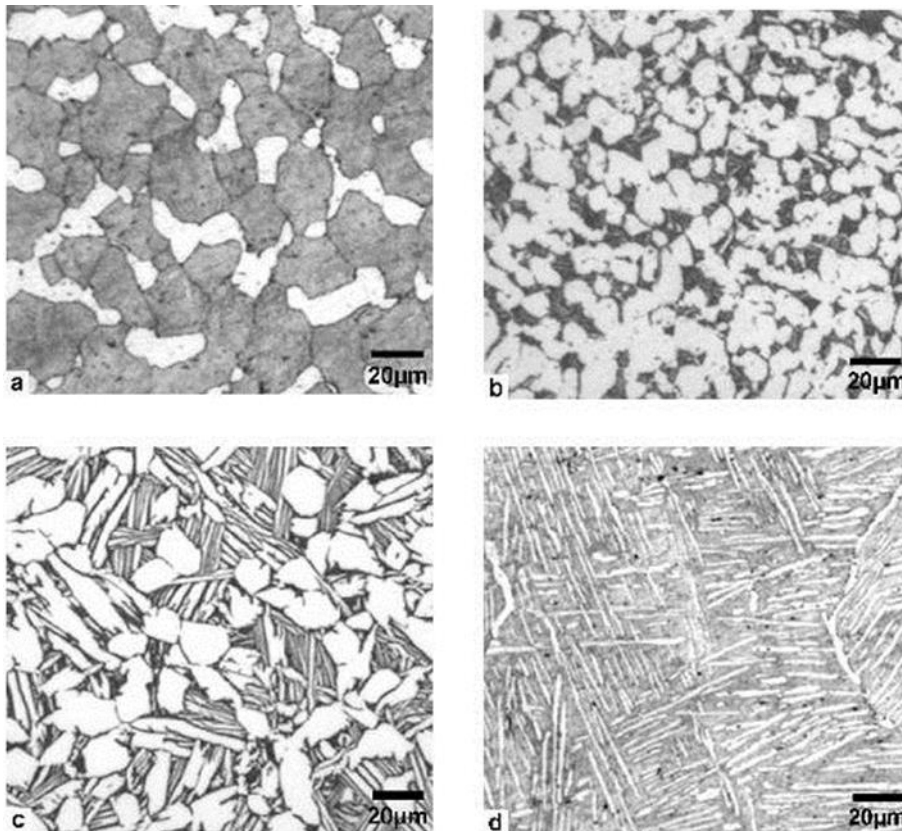


Figure 1-36 Sensibilité au dwell en fonction de la microstructure du Ti6242 : (a) bimodale faiblement texturée (cristallographiquement) ; (b) bimodale fortement texturée ; (c) bimodale, fortement texturée, représentative des années 1980 ; (d) purement lamellaire enchevêtrée [1, p. 274]

		<i>Contrainte max (MPa)</i>	<i>Temps de maintien (min)</i>	<i>Durée de vie en fatigue (cycles)</i>	<i>Abattement de durée de vie</i>
a)	<i>Bimodale faiblement texturée</i>	870	1	160 031	> 4,9
b)	<i>Bimodale fortement texturée</i>	870	1	37 724	9,2
c)	<i>Bimodale, fortement texturée, représentative des années 1980</i>	870	2	27 755	11
d)	<i>Purement lamellaire enchevêtrée</i>	917	2	30 197	2,5

Tableau 1-4 Comparaison de la sensibilité au dwell de 4 microstructures du Ti6242 [1, p. 274]

La figure 1-36 et le tableau 1-4 illustrent ce point dans le cas du Ti6242 pour 4 microstructures différentes. Tous les essais correspondant ont été réalisés à $R = 0$ ou $0,1$. Le temps de maintien varie cependant entre les essais. Etant donné que l'influence du temps de maintien se stabilise très rapidement, voir § 7.3 « Influence du temps de maintien », on peut supposer que cette différence ne modifie que peu la sensibilité à l'effet dwell étudiée ici. Le niveau de contrainte appliqué est le même pour toutes des microstructures, sauf la dernière. Etant donné que pour cette microstructure, la sensibilité est la plus faible et qu'en général la sensibilité augmente avec la contrainte, cette différence en contrainte ne modifie pas le classement en sensibilité des microstructures. Ainsi, les deux microstructures les plus sensibles sont les microstructures bimodales fortement texturées (microtexture cristallographique identifiée par EBSD). La microstructure bimodale faiblement texturée présente une sensibilité moyenne alors que la microstructure purement lamellaire a bien la meilleure résistance à l'effet dwell. Ceci confirme l'observation de Lefranc et al. [58]. Plus le matériau présente des zones d'orientation cristallographique proche, plus des fissures peuvent s'y développer, ce qui réduit la durée de vie en fatigue [101] et augmente la sensibilité à l'effet dwell [102].

6.4 Effet de la zone et du sens de prélèvement

Au-delà des différences de microstructures issues des multiples traitements thermiques et thermomécaniques possibles, des hétérogénéités importantes apparaissent à différentes échelles en particulier du fait de conditions de refroidissement très différentes d'une zone à l'autre pour des pièces épaisses par exemple. De plus, lors d'opérations de forgeage, l'écoulement plastique déforme les grains et oriente ainsi morphologiquement la microstructure. Différents auteurs ont cherché à évaluer si ces aspects jouent un rôle dans l'effet dwell en s'appuyant sur des prélèvements spécifiques d'éprouvettes.

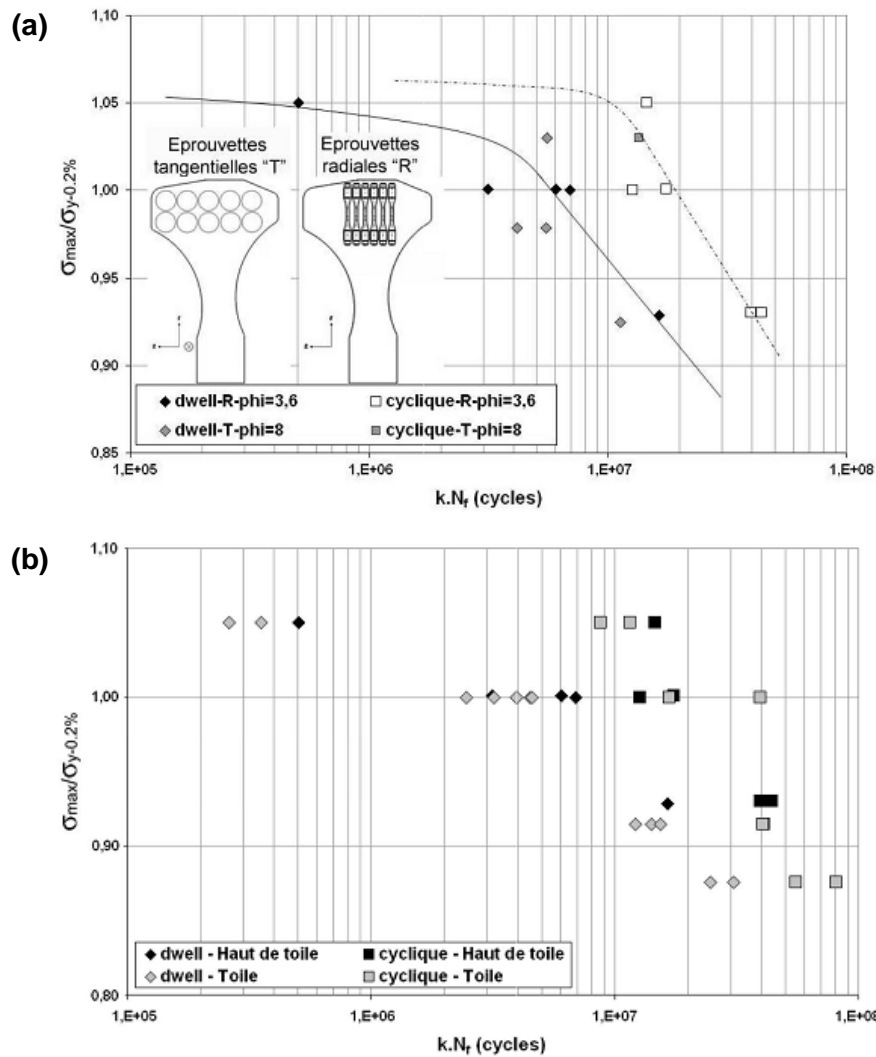


Figure 1-37 (a) Effet du sens de prélèvement des éprouvettes [2, p. 85] ; (b) Effet de la zone de prélèvement [2, p. 86]

Comme le montre la figure 1-37 (a) les essais réalisés par Lefranc ne font ressortir aucune tendance nette sur l'influence du sens de prélèvement sur la durée de vie ni en fatigue, ni en fatigue-dwell.

Par ailleurs, les résultats de Lefranc [2] et Cabocel [103] ne montrent pas non plus de grande différence de durée de vie entre des éprouvettes prélevées dans la « toile » ou le « haut de toile » d'un disque forgé en Ti6242, cf. figure 1-37 (b). Or la microstructure est sensiblement différente d'une de ces zones à l'autre, avec notamment une taille de colonies plus grande dans la partie toile du disque. Ce paramètre ne semble donc ici avoir qu'une faible influence.

En conclusion, l'effet dwell n'est pas restreint à une zone particulière d'une pièce réelle comme un disque forgé et ne dépend pas de la direction de prélèvement.

6.5 Influence des nodules α_p

Pour une microstructure bimodale, un grand nombre d'études [1], [3], [74], [89], [100], [104] suggère que les propriétés mécaniques sont contrôlées par la taille, le taux et la forme des nodules α_p . L'influence de ces paramètres pour l'IMI834 est illustrée sur la figure 1-38.

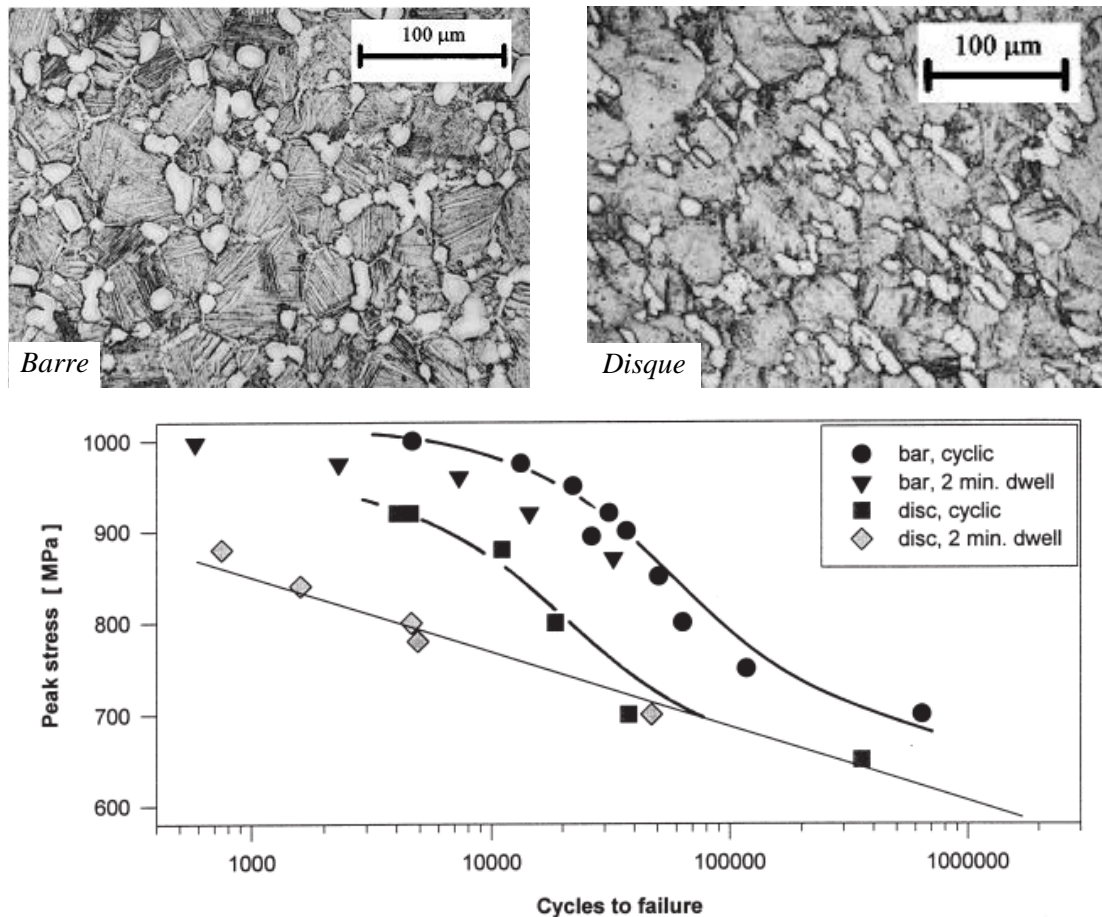


Figure 1-38 Comparaison entre fatigue et dwell pour des éprouvettes issues d'un disque et d'une barre pour l'IMI834 ; Microstructures correspondantes [105]

Dans ce cas, deux types de microstructure bimodale de morphologie différente sont étudiés. D'une part les éprouvettes sont issues d'une barre avec un taux de nodules équiaxes α_p d'environ 15 % répartis de façon homogène dans le volume. Ces nodules sont noyés dans une fine matrice β -transformée avec une taille d'ex-grain β de 60 μm . D'autre part les éprouvettes proviennent d'un disque avec des nodules d'une taille et d'un taux analogues au cas précédent, mais plus allongés (rapport d'élongement voisin de 2), souvent contigus et regroupés en amas, favorisant ainsi la propagation de fissures plus longues [68]. De plus, ces amas de nodules présentent une texture cristallographique marquée. Cette différence de microstructure se traduit par une résistance en fatigue et une sensibilité à l'effet dwell très différentes. La barre conduit à une grande résistance en fatigue et

une sensibilité au dwell mineure. Le disque est au contraire très sensible à l'effet dwell, et ceci même pour des niveaux de contrainte faible [75].

Kassner et al. [74] ont étudié la sensibilité au dwell en fonction de la morphologie de la microstructure bimodale dans le cas de l'alliage Ti6242. Ils relèvent globalement un abattement de durée de vie en dwell d'un facteur 3 à 5 pour des niveaux de contrainte faibles. Lorsque le taux de phase α_p augmente, l'effet dwell augmente. Ces auteurs proposent une explication en lien avec le développement de fissures trans-nodulaires. L'effet est d'autant plus marqué que la contrainte est élevée. Cependant, le taux de phase α_p n'a pas d'influence sur les résultats en fatigue « pure ». Une élimination complète des nodules devrait donc réduire au maximum l'effet dwell. Ceci confirmerait l'observation de Lefranc et al. [58] : une microstructure bimodale est plus sensible à l'effet dwell qu'une microstructure purement lamellaire.

Le tableau 1-5 ci-dessous permet de résumer la comparaison des microstructures.

	<i>Bimodale</i>	<i>Purement lamellaire</i>		<i>Equiaxe</i>
		<i>Colonie</i>	<i>Vannerie</i>	
<i>Taille de grain β</i>	<i>Petite</i>	<i>Grande</i>		<i>Petite</i>
<i>Traction</i>	- Bonne limite d'élasticité - La meilleure ductilité	- Moins bonne résistance en traction - Meilleure ténacité - Faible ductilité		- Bonne ductilité - Faible ténacité
<i>Fatigue</i>	Bonne résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures	Moins bonne résistance en fatigue oligocyclique		Meilleure résistance en fatigue HCF et LCF qu'une microstructure de type Widmanstätten
		La meilleure résistance à la propagation de fissures longues	Tenue en fatigue meilleure que les structures en colonies (retard à l'amorçage)	
<i>Fluage à chaud</i>	Faible résistance	Meilleure résistance		
<i>Fluage à froid</i>	Bonne résistance	La plus faible résistance	Meilleure résistance que colonies	
<i>Dwell</i>	Plus sensible à l'effet dwell que la microstructure lamellaire pour Ti6242	Plus résistant mais effet dwell marqué pour IMI685	Plus résistante au dwell que structures en colonies pour l'IMI685	Plus sensible à l'effet dwell que la microstructure bimodale

Tableau 1-5 Résumé de la comparaison des microstructures

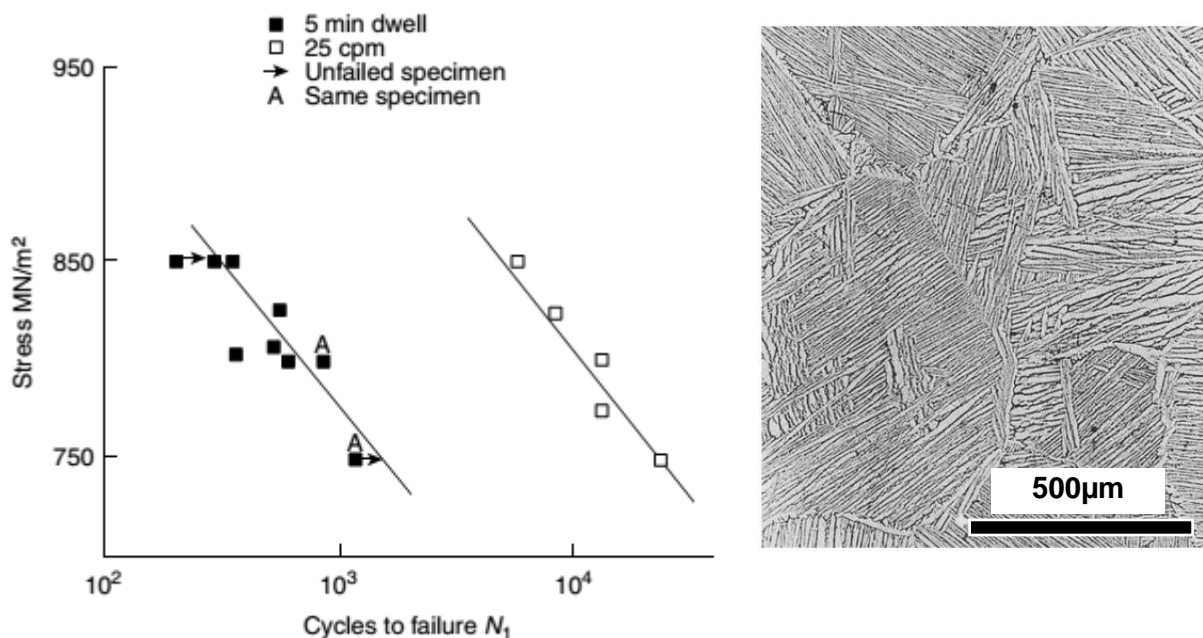
7 Influence des paramètres d'essai

7.1 Influence de la contrainte maximale sur l'abatement en durée de vie

Comme cela a déjà été évoqué au cours de précédents paragraphes, l'effet dwell est plus ou moins prononcé selon le niveau de contrainte appliqué.

Un grand nombre d'auteurs [74], [68], [85]... ont en particulier noté que l'amplitude de la réduction de durée de vie entre les essais dwell et la fatigue pure diminue lorsque la contrainte diminue. Pour une contrainte très faible, il est même possible que l'effet dwell disparaisse entièrement (cf. figure 1-38 pour des microstructures bimodales). Pour le Ti6242 purement lamellaire, l'effet dwell disparaît presque intégralement pour une contrainte inférieure à 75 % de la limite d'élasticité [58]. Ce domaine de contrainte correspondant souvent aux contraintes en service, il est important de réaliser des essais de laboratoire à de faibles niveaux de chargement, même si les essais sont alors extrêmement longs. Un essai réalisé à forte contrainte risque d'exacerber l'effet dwell sans que cela ne soit pertinent vis-à-vis de l'usage à termes du matériau sur pièce.

Cependant et comme le montre la figure 1-39, les essais réalisés par Evans et Gostelow [62] sur l'IMI 685 purement lamellaire en colonies ont au contraire tendance à montrer que l'abatement de durée de vie est indépendant du niveau de chargement. Une fois de plus, si des tendances marquées apparaissent, il existe quelques études démontrant la difficulté à conclure définitivement.



supérieure à cette valeur, l'accumulation de la déformation par fluage à froid à charge maximale est activée et augmente l'abatement de durée de vie. Pour des contraintes plus faibles, l'abatement devient presque négligeable, du même ordre de grandeur que la dispersion des résultats en fatigue pure.

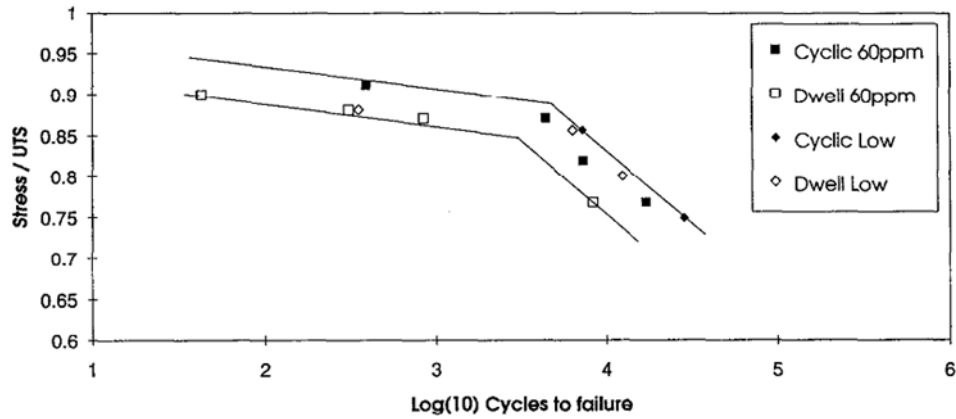


Figure 1-40 Durées de vie en fatigue et dwell (concentration en hydrogène de 20 et 60 ppm, IMI685 purement lamellaire, dwell 1 - 120 - 1 s) [84]

7.2 Influence du rapport de charge R

L'influence du rapport de charge R en fatigue a largement été étudié. La vitesse de propagation augmente généralement avec le rapport de charge dans les alliages de titane pour différentes microstructures. Cette évolution est attribuée à des mécanismes de fermeture de fissure due à la rugosité de la fissure. Par des mesures de complaisance, il a été montré que ceci est vrai jusqu'à un rapport de charge de $R = 0,5$. Au-dessus de cette valeur, l'effet de la fermeture de fissure n'est plus observée [68].

En conditions dwell, le rapport de charge le plus étudié est $R = 0$, ce qui correspond à un chargement proche de celui vu par les moteurs durant le vol. Cependant, quelques auteurs ont fait varier ce paramètre. Bache et al. [75] ont réalisé des essais, sur l'IMI834 bimodal issu d'un disque forgé, à rapport de charge R égal à 0.1, -0.5 et +0.5. Les résultats sont illustrés sur la figure 1-41 ci-dessous.

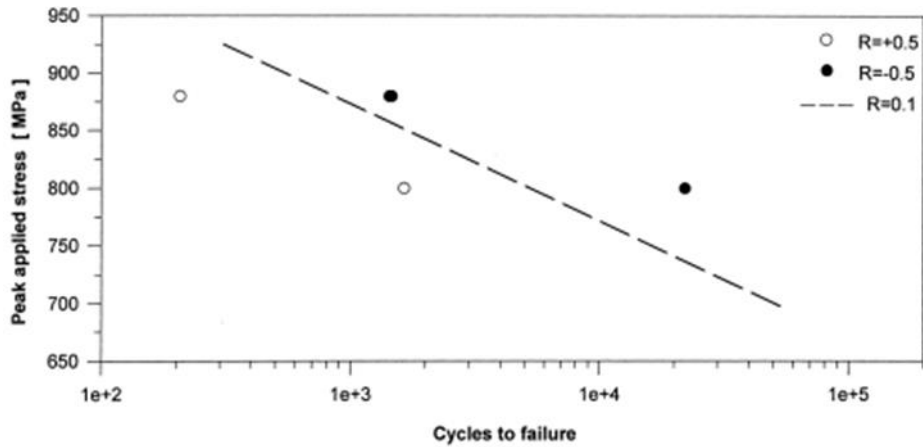


Figure 1-41 Effet du rapport de charge R sur la durée de vie en dwell pour l'IMI834 bimodale (essais à température ambiante, cycles dwell 2-120-2 secondes en contrôle de charge) [75]

Pour des essais réalisés à la même contrainte maximale, contrairement à la fatigue pure, une augmentation du rapport de charge, qui réduit l'amplitude de la contrainte, conduit à une diminution de la durée de vie. Les auteurs expliquent cette évolution en s'appuyant sur un modèle de Stroh modifié (voir paragraphe 8.3, « Mécanisme de rupture proposé ») [106]. La contrainte moyenne élevée correspondant à un rapport de charge positif induit une accumulation de déformation favorisant la formation de facettes de quasi-clivage. Au contraire, un rapport de charge négatif réduit cette contrainte moyenne et permet une redistribution des contraintes lors des phases de déformation négative, conduisant ainsi à une réduction du nombre de facettes de quasi-clivage.

7.3 Influence du temps de maintien

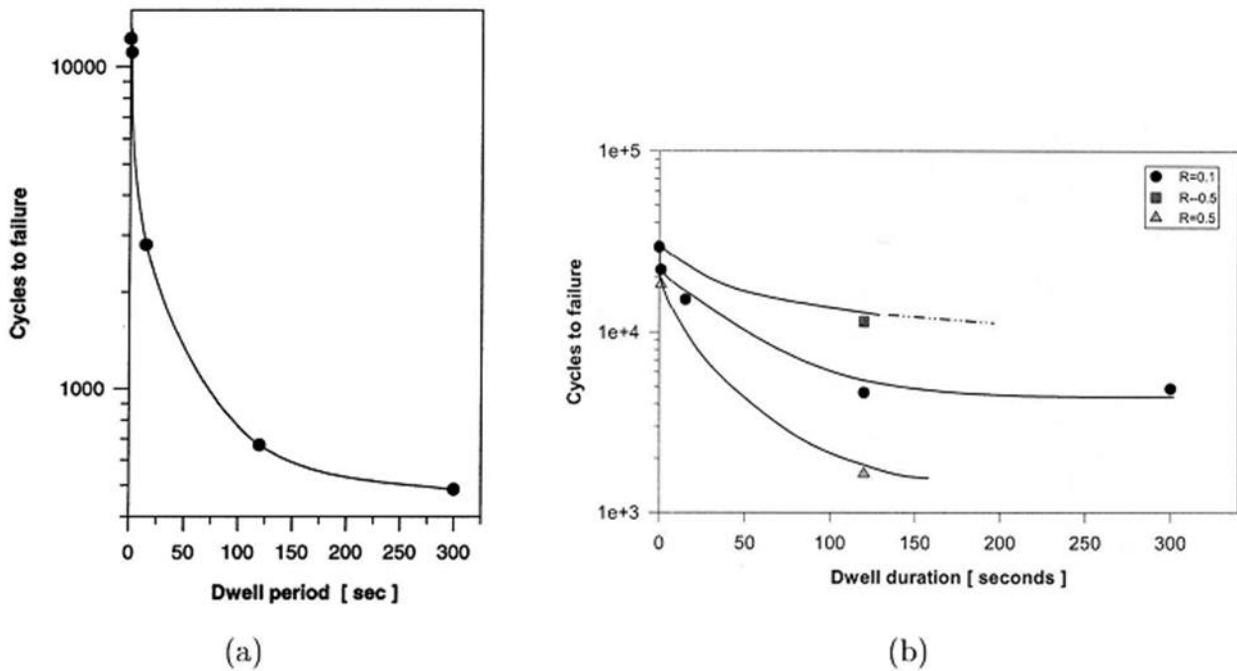


Figure 1-42 Influence du temps de maintien : (a) Pour l'IMI834 sur un disque forgé ($\sigma_{max} = 880 \text{ MPa}$, $R = 0.1$) [75] ; (b) A différents rapport de charge [2, p. 32]

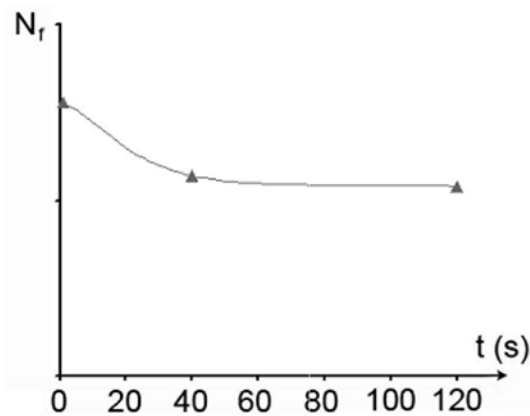


Figure 1-43 Influence du temps de maintien pour le Ti6242 [103]

Peu d'études traitent de l'influence du temps de maintien à charge maximale. Bache et al. [75] ont réalisé des essais sur l'IMI834 texturé cristallographiquement montrant que l'introduction d'un temps de maintien court réduit très fortement la durée de vie. Avec des temps de maintien de plus en plus grands, l'effet dwell semble se stabiliser et saturer (cf. figure 1-42 (a)). Ceci est également montré par Evans [107]. Il observe cependant un effet dwell moins marqué et une saturation plus rapide (cf. figure 1-42 (b)). Pour le Ti6242, l'effet dwell se stabilise encore plus vite. L'abattement de durée de vie maximal semble être atteint dès un temps de maintien de 40 secondes [103] (cf. figure 1-43).

De plus, Hack et Leverant [64] rapportent qu'un temps de maintien à charge nulle n'a pas d'influence sur l'abatement de durée de vie en dwell.

7.4 Influence de la vitesse de chargement

En fissuration, sous air et à température ambiante, les alliages de titane ne semblent pas être sensibles à la fréquence de chargement dans la gamme 10 Hz - 20 000 Hz [93]. Cependant, pour des fréquences très faibles de l'ordre du hertz, le fluage à froid et des effets d'environnement deviennent possibles.

La vitesse de chargement influe indirectement sur la résistance en fatigue et en dwell du fait du caractère viscoplastique de la déformation, même à température ambiante. Des essais de traction réalisés sur le Ti6242 illustre cet aspect.

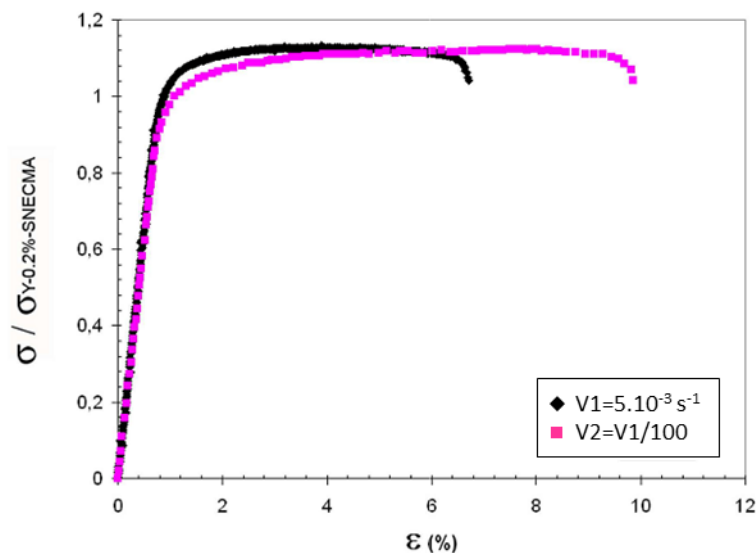


Figure 1-44 Courbes de traction à deux vitesses de chargement différentes [2]

Les deux essais présentés sur la figure 1-44 ont été réalisés à deux vitesses différentes, $V1 = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $V2 = V1/100$. $V1$ correspond à la vitesse de chargement lors d'un essai dwell. Une augmentation de la vitesse de chargement d'un facteur 100 s'accompagne d'une augmentation de la limite d'élasticité réelle de 6,6 %, d'une augmentation de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 % d'environ 5,5 %. Le module d'Young et la contrainte à rupture restent inchangés.

Au travers de cette sensibilité à la vitesse de sollicitation, le niveau de contrainte maximale cyclique appliquée lors d'un chargement dwell sera plus ou moins sévère relativement à la valeur de limite d'élasticité établie à la même vitesse de déformation.

De plus, la vitesse de chargement peut également modifier certains résultats dwell en lien avec l'influence de l'hydrogène interne sur la limite d'élasticité, la limite à rupture et la déformation à rupture [2].

7.5 Effet de la température sur l'effet dwell

Un bon nombre d'auteurs signalent que l'effet dwell ne se manifeste que dans une gamme de température restreinte. De ce point de vue, il est généralement admis que l'effet dwell disparaît à partir d'une température comprise entre 150 °C et 200 °C [58]. Ceci est confirmé par Hack et Leverant [64] pour l'alliage IMI685. Ces auteurs indiquent une absence d'effet du temps de maintien à plus haute température de 200 °C, mais aussi à température cryogénique de -70 °C.

Yu et al. [108] montrent à 520 °C comme à température ambiante une réduction de la durée de vie en fatigue avec temps de maintien de l'alliage Ti-6,5Al-3,5Mo-1,5Zr-0,3Si. Yu établit un lien avec le caractère planaire du glissement des dislocations dans ces conditions. On retrouve donc l'importance de la viscoplasticité déjà mentionnée pour les basses températures [4].

Cependant, d'autres résultats [109] suggèrent qu'un temps de maintien à 520 °C et à 595 °C n'a pas d'effet sur le Ti6242 purement lamellaire, la vitesse de propagation de fissure restant inchangée entre fatigue pure et dwell.

7.6 Effet d'une pré-déformation

Des essais de fatigue et de dwell en contrôle de déformation sur l'alliage α/β Ti-6Al-2Nb-1Ta-0,8Mo [110] ont montré qu'une pré-déformation en fluage à température ambiante de 0,4 à 2 % peut augmenter la durée de vie en fatigue d'un facteur 2 à 4. Ceci a été attribué à la mise en place durant la pré-déformation de réseaux de dislocations complexes qui ralentissent la propagation des fissures de fatigue. En outre, les éprouvettes pré-déformées présentent en moyenne moins de microfissures que les éprouvettes sollicitées directement en fatigue [68], [74].

Pour caractériser l'influence d'une pré-déformation sur l'effet dwell, Hack et Leverant [64] ont réalisé des essais avec un temps de maintien de 5 minutes sur des éprouvettes pré-déformées en traction. Les résultats ont révélé des durées de vie inférieures à celles obtenues dans les mêmes conditions de sollicitation sans pré-déformation. En revanche, la déformation à rupture reste similaire à celle obtenue sur éprouvettes non pré-déformées. Cependant, l'analyse de ces résultats ne permet pas de trancher clairement sur la sensibilité de l'effet dwell à l'amplitude de la pré-déformation.

Les résultats de Hack et Leverant contrastent avec ceux obtenus par Kassner et al. [74]. Pour l'alliage Ti6242, ces auteurs n'observent aucune influence d'une pré-déformation par fluage sur les durées de vie en fatigue. Les auteurs en concluent que le paramètre important en fatigue-dwell n'est pas tant l'accumulation de déformation mais plus précisément la répétition d'une accumulation de déformation dépendante du temps. Le comportement en dwell ne résulte donc clairement pas simplement d'un simple cumul linéaire d'une déformation de fluage et d'une déformation cyclique augmentant cycles après cycles.

8 Mécanismes de rupture en dwell

8.1 Facettes de quasi-clivage

Les investigations réalisées à partir des débris récupérés à la suite des incidents associés à l'effet dwell (voir § 2), ont systématiquement montré que les fissures fatales en dwell s'étaient amorcées sur des éléments microstructuraux particuliers. Des éléments de même nature ont été retrouvés lors d'essais conduits en laboratoire sur éprouvettes et sont caractéristiques des alliages quasi- α et α/β [71].

Il s'agit ici de décrire ces éléments et de montrer comment ils interviennent dans la problématique dwell. Ces éléments sont à dissocier de ceux qui caractérisent la rupture en fatigue-fluage à plus haute température. A titre d'exemple, à haute température pour l'alliage Ti1100, l'introduction d'un temps de maintien conduit à une vitesse de propagation beaucoup plus grande et à un changement de mode de rupture : avec facettes de quasi-clivage pour la fatigue et rupture inter-granulaire en fatigue-fluage [91].

a) Facettes de quasi-clivage dans le cas d'une microstructure bimodale

Dans le cas d'une microstructure bimodale, le faciès de rupture correspondant à un chargement de type dwell présente généralement un grand nombre de facettes planes, de taille entre 10 et 100 μm , souvent parallèles entre elles et perpendiculaires à la direction de sollicitation (cf. figure 1-45). Ce type de facette est habituellement associé à une rupture fragile. Dans le cas de ces alliages, à température ambiante, la nature du processus de rupture est plus complexe. Les facettes sont en effet la conséquence d'une première phase de déformation plastique par glissement plus ou moins important le plus souvent sur le plan de base, phase suivie d'une rupture locale plus fragile [102]. On qualifie généralement l'ensemble du processus de quasi-clivage.

Pilchak et al. ont montré également pour une structure bimodale dans le Ti64 dopé en yttrium, que la colonie dans laquelle se forme la facette de quasi-clivage se déforme par glissement. Plus précisément, ces auteurs mettent en évidence, juste sous la facette, des bandes de glissement sur le plan basal. Dans cet exemple, la facette est inclinée de 45° par rapport à la direction de chargement [42]. Le glissement plastique y est donc plus probable que pour une facette perpendiculaire à la direction de sollicitation. Dans tous les cas, les facettes correspondent à des nodules α_p , des amas de nodules ou des lamelles épaisses.

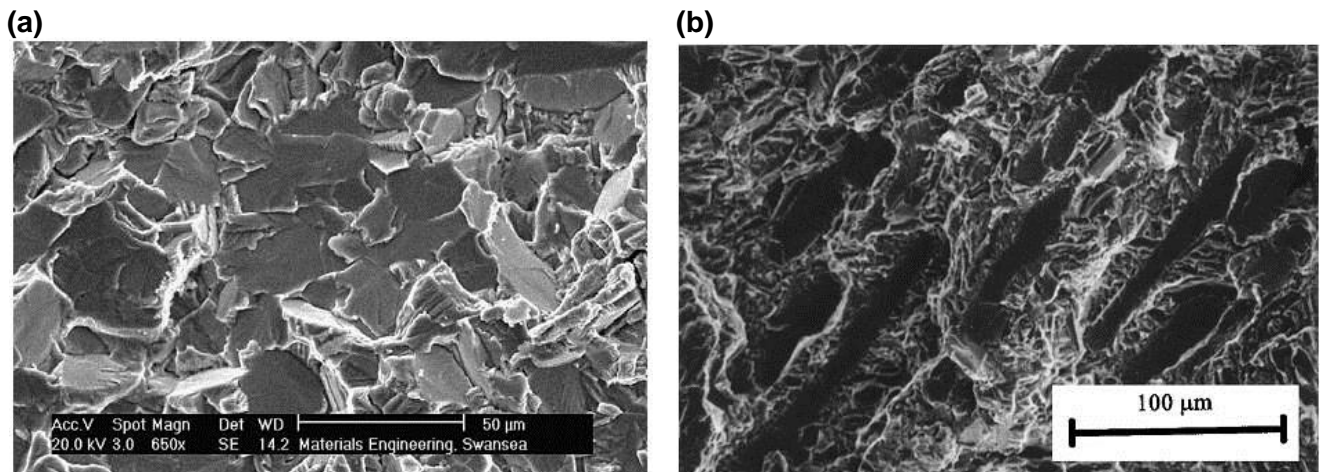


Figure 1-45 Facettes de quasi-clivage pour : (a) le Ti64 bimodal [71] ; (b) l'IMI834 bimodale forgé [75]

b) Facettes de quasi-clivage dans le cas d'une microstructure lamellaire

Pour une microstructure purement lamellaire, des facettes de quasi-clivage sont également observées systématiquement au niveau du site d'amorçage des fissures fatales en fatigue et en dwell, par exemple pour l'IMI685 et le Ti11 [111]. Ici, les facettes correspondent à une ou plusieurs colonies de lamelles α et sont donc plus grandes que dans le cas d'une structure bimodale (cf. figure 1-46 et figure 1-47).

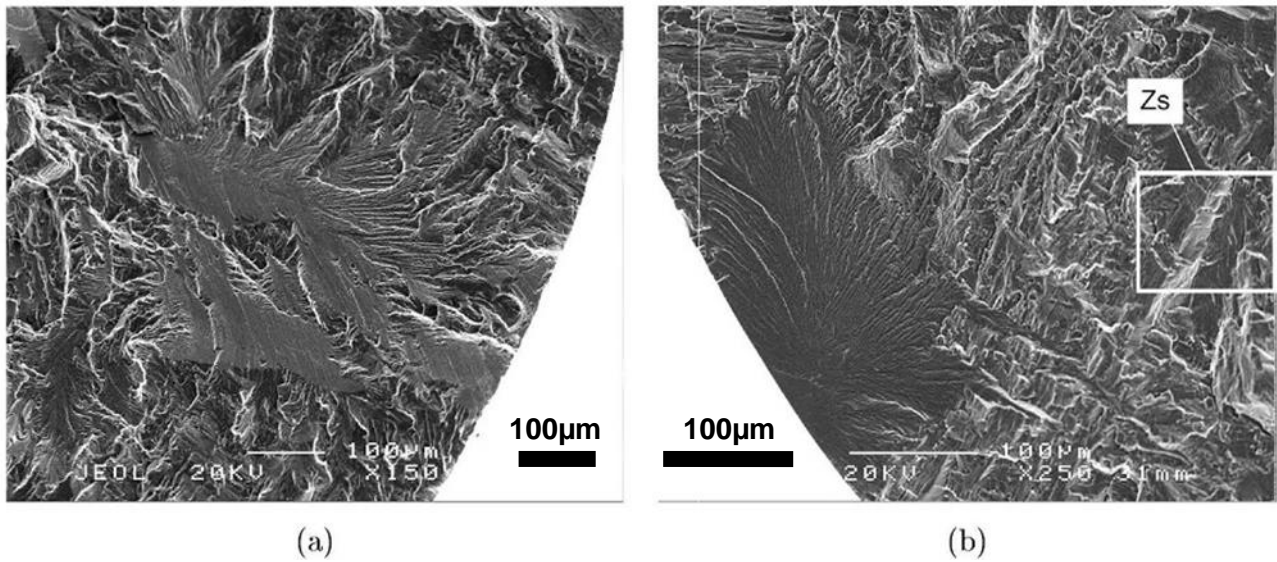


Figure 1-46 Sites d'amorçages avec formation de facettes de quasi-clivage pour le Ti6242 : (a) en fatigue pure et (b) en dwell [2]

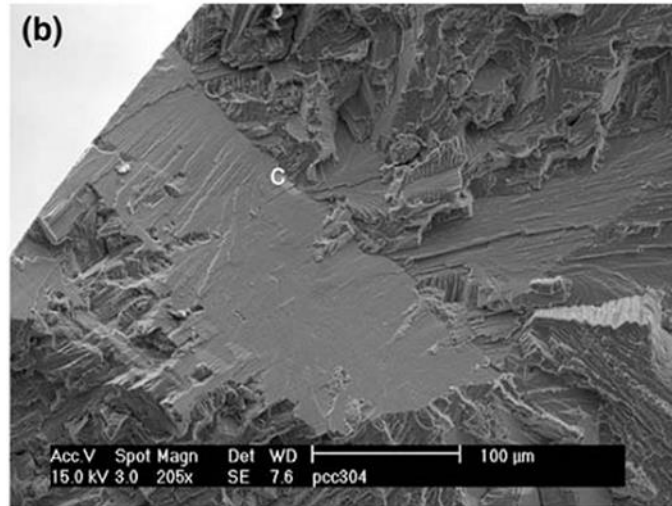


Figure 1-47 Facette de quasi-clivage en fatigue du Ti64 purement lamellaire [42]

Lorsque la facette de quasi-clivage contient plusieurs colonies, ces dernières sont souvent agencées d'une manière particulière : deux colonies ayant poussé de part et d'autre d'un ex-joint de grains β avec ou sans liseré α_{GB} . Ces configurations microstructurales ont été nommées « plumes » en raison de leur ressemblance à une plume d'oiseau (cf. figure 1-48).

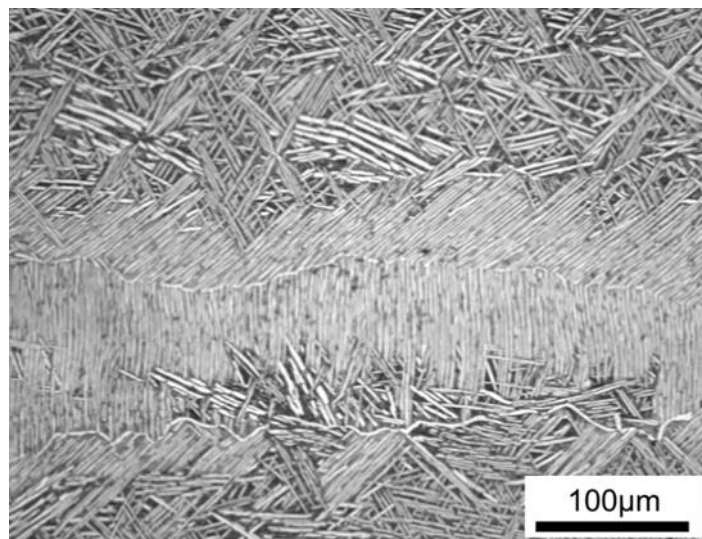


Figure 1-48 Plume dans le Ti6242 forgé β en microscopie optique [112]

Les plumes, généralement de forme élancée, sont de grande taille avec une largeur de 200 à 300 μm et une longueur atteignant ou dépassant le millimètre. Elles sont souvent visibles à l'œil nu sur une surface préparée pour l'observation microscopique.

En traction monotone, le faciès de rupture est d'aspect classique ductile. Il n'y a alors pas de corrélation entre les facettes observées et un plan cristallographique particulier, sauf en cas de forte teneur en oxygène [113]. Dans le cas d'une sollicitation cyclique de type fatigue ou dwell, au

contraire, les facettes correspondent en général à une orientation cristallographique particulière (voir paragraphe suivant), de type basal ou proche basal [75]. Il en est de même pour les sollicitations de fluage et de relaxation à température ambiante. Le même type de facette de quasi-clivage est observé sur les faciès de rupture pour le Ti64 bimodal [114] et l'IMI685 purement lamellaire [62]. La microtexture cristallographique est donc un paramètre important à prendre en compte dans la formation des facettes de quasi-clivage.

8.2 Configurations microstructurales associées aux plumes

8.2.1 Orientation cristallographique

Dans les alliages purement lamellaires, il existe un certain nombre de configurations cristallographiques entre les grains β favorisant la croissance de phase α de part et d'autre du joint de grains tel que son orientation cristallographique soit la même. La désorientation due au maillage de la phase β est un exemple [12].

Ceci explique pourquoi il est possible d'observer une facette plane ayant contribué à la rupture entre plusieurs colonies d'orientations morphologiques différentes. Parfois, la facette contient même des colonies d'orientation cristallographique différente comme dans le Ti64 purement lamellaire dopé en yttrium [42]. Cependant, dans ce cas, la facette correspond à un plan (110) de la phase β . Ce phénomène est favorisé par des configurations cristallographiques particulières qui peuvent apparaître de part et d'autre d'un ex-joint de grains β . Bhattacharyya et al. [10] ont par exemple montré l'existence d'ex-grains β adjacents ayant une direction [110] parallèle. Dans ce cas, les deux colonies émanant de cet ex-joint de grains correspondent à des variants de la phase α tels que leurs axes $\langle c \rangle$ sont parallèles entre eux et parallèles à la direction [110] commune entre les deux ex-grains β . Dans certains cas particuliers, il est même possible que les colonies aient la même orientation cristallographique (désorientation inférieure à 2°) [12]. De telles configurations pourraient favoriser la transmission du glissement d'une colonie à l'autre, d'un ex-grain β à l'autre et ainsi la formation de facettes de quasi-clivage de taille très importante, plus grandes d'une seule colonie.

Davidson et Eylon [111] ont également mesuré l'orientation cristallographique des facettes de quasi-clivage pour l'IMI685 en fatigue et en dwell. Dans les deux cas ils trouvent une orientation proche basale des facettes par rapport à la direction de sollicitation. Cependant, pour les essais de fatigue, les facettes sont désorientées entre 0 et 16° avec une moyenne de 7° , pour les essais dwell, la désorientation est entre 4 et 16° avec une moyenne de 10° . Dans ces travaux, une distinction franche n'apparaît donc pas entre les configurations identifiées à l'origine de la rupture en fatigue ou en dwell.

8.2.2 Orientation spatiale

L'orientation spatiale des facettes est également à considérer notamment en lien avec la direction de chargement mécanique. Il est en particulier intéressant d'évaluer la contrainte résolue de cisaillement dans le plan de la facette lorsqu'un glissement plastique γ est actif, ou perpendiculairement à la facette pour les aspects de rupture locale à caractère fragile type clivage (décohésion des bandes de glissement en mode I de rupture [42]).

En première approximation, les facettes de quasi-clivage sont localement parallèles au plan basal et perpendiculaires à la direction de sollicitation bien que des mesures précises montrent souvent une faible désorientation entre ces directions [113].

Si les facettes en dwell sont quasiment perpendiculaires à la direction de sollicitation, celles qui se forment en fatigue dans des colonies correspondent à un plan de base plutôt plus incliné par rapport à la direction de chargement, typiquement de 25° à 45° . Ceci implique que la contrainte de cisaillement résolue dans le plan et la contrainte normale à ce plan sont différentes selon le mode de chargement. Il semble que ces différences dépendent de la microstructure. Pour une microstructure grossière, les facettes de grande taille sont plutôt orientées à 45° alors que pour une microstructure plus fine, l'angle diminue [42].

Lefranc [2] observe également une dépendance de l'inclinaison des facettes au niveau de contrainte. Pour des essais dwell sur une microstructure de Ti6242 purement lamellaire en colonie, les facettes sont perpendiculaires à l'axe de traction pour une contrainte inférieure à la limite d'élasticité ; et inclinées jusqu'à 45° pour une contrainte supérieure. Ces observations corroborent celles d'Evans et Bache [106] pour l'IMI685. Une contrainte supérieure à la limite d'élasticité induit une forte accumulation de déformation et des facettes inclinées par rapport à la direction de sollicitation, en dwell et en fatigue. Pour une contrainte inférieure, l'accumulation de déformation est beaucoup plus faible. Cette configuration correspond au chargement de « fluage ».

8.2.3 Taille des facettes

La taille des facettes de quasi-clivage est proche de celle des nodules α_p de la microstructure bimodale [75]. Lorsque les nodules sont contigus et regroupés en amas, la facette peut prendre la taille de l'amas de nodules. Les dimensions sont donc comprises entre quelques dizaines et quelques centaines de microns, et ce quel que soit le mode de sollicitation [2]. Pour une microstructure purement lamellaire, les facettes sont du même ordre de grandeur que les colonies et les plumes ; elles atteignent donc plusieurs millimètres en longueur.

Certains auteurs notent que la taille des facettes diminue ainsi que leur nombre lorsque la contrainte appliquée augmente [58], [62].

8.2.4 Site d'amorçage

L'observation des faciès de rupture montre l'existence d'un seul site d'amorçage conduisant à la rupture finale. Des fissures secondaires non propageantes sont parfois observées. Ceci est noté aussi bien pour l'IMI834 bimodal [115] que pour le Ti6242 [71], [75], [85], [100].

Le site d'amorçage de la fissure fatale est systématiquement caractérisé par des facettes de quasi-clivage [113]. Ces facettes sont parfois surfaciques, souvent sub-surfaciques et quelque fois internes. Elles apparaissent en conditions dwell comme en fatigue pure [62]. En dwell, elles apparaissent plus souvent sous la surface, particulièrement pour des éprouvettes de grand diamètre qui présentent de plus un amorçage multiple [58].

Des travaux de simulations prenant en compte des effets de redistribution des contraintes au fur et à mesure du cyclage ont permis par ailleurs de prédire cet amorçage sub-surfacique [71].

8.2.5 Vitesse de propagation de fissure

A une distance de 150 à 200 μm du site d'amorçage et des facettes de quasi-clivage, il est possible d'observer des stries de propagation dans des plans perpendiculaires à l'axe de sollicitation, surtout pour des niveaux de contrainte faibles [2], [4]. Une évaluation de la vitesse de propagation à partir de mesures d'inter-stries montre qu'elle est sensiblement la même en dwell et en fatigue pure [58]. Ceci indique que la faible durée de vie en dwell serait due à un amorçage beaucoup plus précoce qu'en fatigue.

La propagation de la fissure fatale peut intégrer le processus de formation de facettes de type pseudo-clivage : soit par effet de coalescence de multiples petites facettes en avant de la fissure, soit par formation plus ou moins continue de facettes en pointe de fissure. Dans ce cas, la vitesse de propagation peut être d'un ordre de grandeur plus grand que pour une propagation uniquement par stries de fatigue.

La chimie influe également beaucoup sur le mode de propagation. Ainsi, un taux d'oxygène important induit la formation d'un plus grand nombre de facettes et donc une propagation plus rapide [113].

Lefranc a réalisé des essais de fissuration sur éprouvette CT de Ti6242 à $R = 0$ pour des valeurs de ΔK entre 20 et 68 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. La vitesse moyenne de fissuration semble augmenter légèrement en condition dwell en lien avec la traversée de grandes colonies de lamelles [58]. Le faible écart de vitesse de propagation entre les conditions dwell et de fatigue pure pourrait être lié aux effets d'environnement. En effet, les essais de fissuration sont réalisés sous air alors que pour une éprouvette de fatigue avec amorçage interne, le début de la propagation a lieu sans l'influence de l'environnement. Les différences de vitesses de propagation entre dwell et fatigue peuvent donc être importantes selon que l'on considère des éprouvettes lisses avec amorçage interne ou sub-surfacique ou des éprouvettes entaillées de mécanique de la rupture.

Par ailleurs, il n'existe pas d'accord sur l'effet d'un temps de maintien sur la vitesse de propagation. Certains auteurs trouvent qu'un temps de maintien plus long augmente la vitesse de propagation [62], tandis que d'autres concluent à des résultats opposés [116], [117] ou à une non-influence [95], [118]. Ces différents constats peuvent éventuellement s'expliquer par une forte sensibilité de la propagation de fissures à la microstructure et à l'orientation cristallographique locale [91]. L'étude de Stubbington et Pearson [89] a montré par exemple qu'il n'y a pas d'effet du temps de maintien lorsque la fissure se propage perpendiculairement au plan basal de la phase α , et au contraire un effet marqué lorsque le plan basal coïncide avec le plan de contrainte maximale.

En résumé, l'évolution de la vitesse de propagation avec l'introduction d'un temps de maintien n'est pas claire. Si l'on fait l'hypothèse d'une vitesse de propagation identique en fatigue et en dwell, l'effet dwell doit alors être associé en partie à un amorçage précoce. L'observation de microfissures à la surface de fûts d'éprouvettes avec un suivi de l'endommagement par émission acoustique semble effectivement indiquer que l'amorçage a lieu plus tôt en conditions dwell [58]. Ceci est confirmé par Bache [71] : une fois que la facette de quasi-clivage menant à la rupture est formée et qu'une fissure longue par rapport à l'échelle de la microstructure s'est formée, le temps de maintien en dwell n'a plus une grande influence sur la vitesse de propagation de fissure.

8.2.6 Importance relative des phases d'amorçage / propagation

Cependant, des essais réalisés sur l'IMI834 bimodal montrent que la phase de propagation de fissure joue un rôle très important dans la résistance au dwell [115]. Dans cette étude, le nombre de cycles jusqu'à amorçage (N_c), associé à la formation de la première fissure, a été évalué à partir d'une chute brutale du module d'Young. Il apparaît ainsi que la phase d'amorçage constitue moins de 8 % de la durée de vie totale. Une analyse de la partie relative de la phase d'amorçage par rapport à la durée de vie totale à rupture montre que plus la phase relative d'amorçage est courte, plus la durée de vie en dwell est grande (cf. figure 1-49). Donc inversement, plus la phase relative de propagation est longue, plus la durée de vie en dwell est grande. Ceci signifie que des éprouvettes résistant mieux à une sollicitation dwell ont une meilleure résistance à la propagation. Dans ce cas, l'effet dwell serait plus à associé à la phase de propagation de fissure. Ce type de résultat est cependant très dépendant de la manière dont la transition amorçage / propagation est détectée et définie. De ce point de vue la chute de module d'Young macroscopique masque peut être la réalité des processus physique d'endommagement à des échelles locales dont les répercussions macroscopiques ne sont pas détectables.

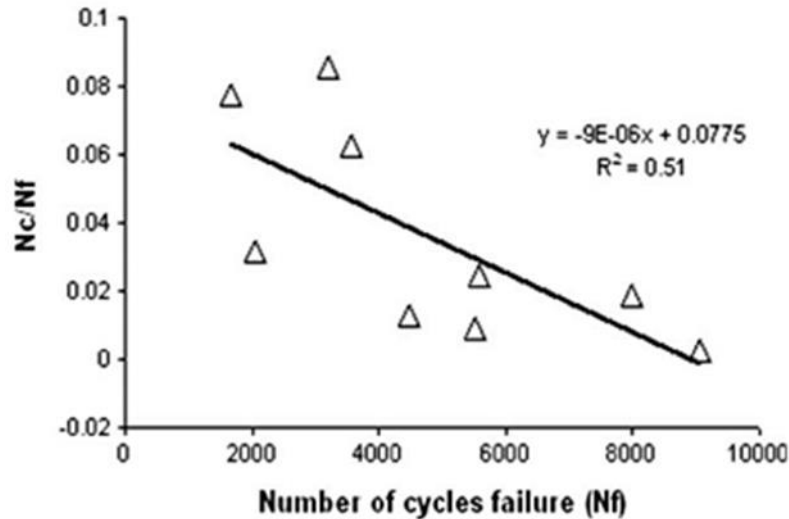


Figure 1-49 Evolution de la fraction relative de la phase d'amorçage (nombre de cycles jusqu'à la première fissure N_c / durée de vie à rupture N_f) en fonction de la durée de vie à rupture (essais dwell avec maintien de 30 s à 90 % de la limite d'élasticité)[115]

En réalisant des essais dwell en microscopie acoustique, d'autres auteurs montrent pour le Ti6242 que l'amorçage sub-surfacique n'a lieu qu'après 80 à 90 % de la durée de vie. La durée de vie correspond alors essentiellement à la période d'amorçage de fissures [35].

La partition de la durée de vie en phase d'amorçage et de propagation est au final très controversée. Les cas de figure étudiés ainsi que les méthodes d'analyse sont cependant assez différents.

8.2.7 Création de micro-vides

Au-delà des facettes de quasi-clivage identifiées sur les faciès de rupture comme signe majeur de l'endommagement en fatigue comme en dwell, une autre forme d'endommagement a été détectée. En effet certains auteurs mettent en évidence la présence de micro-cavités associées à certaines configurations locales microstructurales et de déformation. Ainsi, dans le cas d'une microstructure bimodale du Ti6242, Pilchak et al. montrent que des micro-vides se créent sur des points triples de nodules α ou des joints de grains avec une forte désorientation cristallographique relative d'un grain à l'autre [113] (voir figure 1-50). Ces vides apparaissent cependant en traction et en fatigue dans une couche surfacique enrichie en oxygène.

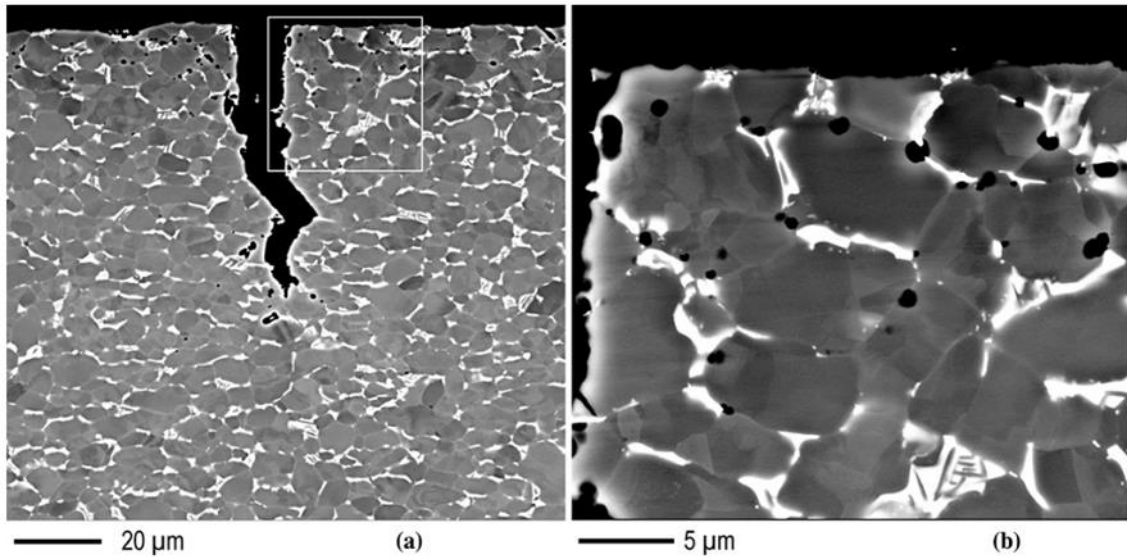


Figure 1-50 Micro-vides observés après essai de traction (direction de sollicitation horizontale) [113]

Ce type d'endommagement a également été observé lors d'essais de dwell et de fluage par Lefranc [2] pour le Ti6242 (cf. figure 1-51). Les micro-cavités se créent dans ce cas à l'intersection des bandes de glissement avec les interfaces α/β dans les colonies de lamelles et peuvent coalescer pour une déformation locale importante par glissement.

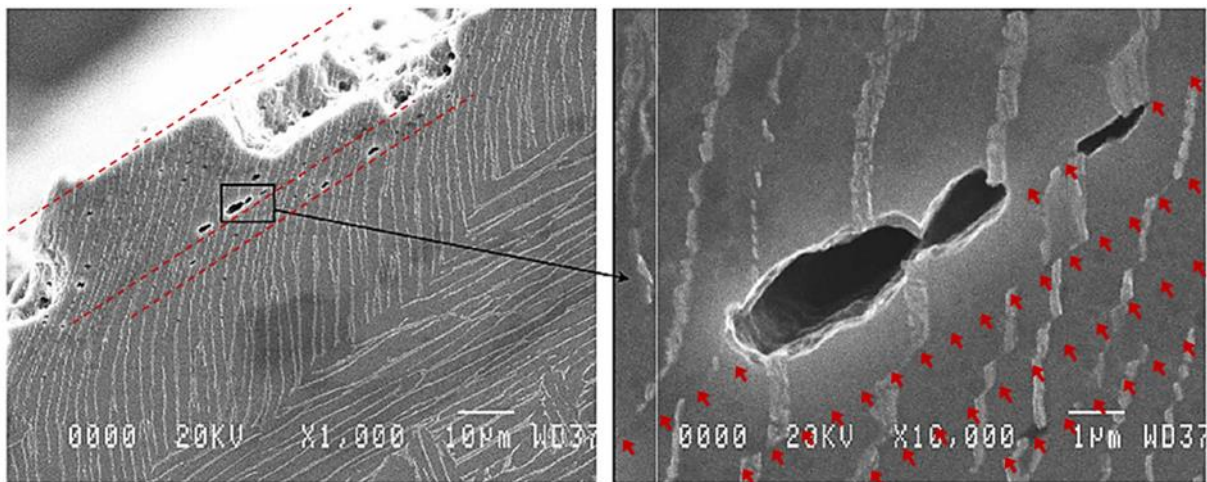


Figure 1-51 Coalescence de cavités sous le faciès de rupture en fatigue-dwell du Ti6242 [2]

Les cavités s'observent d'ailleurs essentiellement proche du faciès de rupture là où le niveau de déformation locale dépasse largement celui appliqué macroscopiquement à l'éprouvette. Ce processus d'endommagement ne correspond donc pas exactement à celui qui conduit à la formation des toutes premières fissures, mais il pourrait correspondre à un état intermédiaire d'endommagement entre la phase d'amorçage et la rupture par quasi-clivage produisant des facettes. La figure 1-51 montre par ailleurs l'alignement des cavités avec les bandes de glissement dans la colonie rompue ainsi que le

parallélisme entre ces bandes de glissement et la facette formée sur le faciès (voir traits en pointillés et flèches perpendiculaires aux lignes de glissement). Ceci suggère que ce processus est bien de nature à conduire à la rupture finale. Ces auteurs mentionnent également que le nombre de cavités ainsi que leur taille avant coalescence sont plus grands en fatigue-dwell et fluage qu'en fatigue pure.

De plus ces cavités sont observées préférentiellement au sein de grandes colonies qui favorisent des bandes de cisaillement plus intenses. Les lamelles de ces colonies sont le plus souvent faiblement désorientées par rapport à l'axe de sollicitation. L'analyse des données EBSD permet d'identifier que pour tous les modes de sollicitation, toutes les bandes de glissement produisant des cavités correspondent à un glissement sur un plan pyramidal, système de glissement en général le plus difficile à activer.

8.3 Mécanisme de rupture proposé

La formation et coalescence de cavités est un mécanisme possible pour expliquer la formation des facettes de quasi-clivage. Cependant, ces cavités n'ont pas été systématiquement rapportées à travers le grand nombre d'études sur le Ti6242 et les autres alliages sensibles au dwell. Evans et Gostelow [62] ont attribué la formation des facettes à une accumulation de déformation de type fluage pendant les phases de maintien à la charge maximale du cycle dwell. Cependant, la déformation ne peut être le seul paramètre contrôlant leur formation. En effet, le nombre de facettes diminue avec l'augmentation de la contrainte et donc de la déformation accumulée par fluage à froid [2].

Ainsi, d'autres modèles de formation des facettes ont été proposés considérant notamment le caractère fortement anisotrope des propriétés mécaniques de ces alliages. La structure cristalline de la phase α au sein des colonies en est la principale raison. Cet aspect limite en particulier grandement l'utilisation des approches classiques de mécanique de la rupture en élasticité linéaire qui supposent un matériau isotrope [119]. Wojcik et al. [120] ont montré que les facettes de quasi-clivage se forment généralement sur le plan basal [84]. Cependant, selon l'orientation de ces plans de base par rapport à la direction de sollicitation macroscopique, le glissement plastique sera plus ou moins facilité et la contrainte normale au plan sera plus ou moins élevée. Une direction de chargement perpendiculaire, ou presque, au plan de base permet de générer une contrainte normale élevée, mais interdit également une activité de glissement sur ce plan puisque le facteur de Schmid est nul, ou presque.

Les modèles présentés ci-dessous tentent de combiner ces différentes notions pour expliquer la formation de facettes de quasi-clivage.

Le modèle de redistribution à « deux éléments » [71] :

Ce modèle part de l'hypothèse que deux grains adjacents vont développer un comportement élastique et plastique différents en raison d'une différence d'orientation cristallographique. La figure 1-52 montre que lorsqu'une contrainte moyenne σ_{app} est appliquée à l'éprouvette, les deux grains

devraient se déformer d'une quantité différente, ϵ_s pour le grain le plus raide (« strong ») dont l'axe $\langle c \rangle$ est plus proche de la direction de sollicitation et ϵ_w pour le grain le plus souple (« weak »). Cette déformation différentielle n'étant pas possible à l'intérieur de l'agrégat de grains, les deux grains doivent se déformer de la même quantité ϵ_{eff} intermédiaire induisant ainsi dans les deux grains un différentiel de contrainte. Le grain raide subit une contrainte σ_s plus grande que σ_w , contrainte dans le grain souple et également plus grande que σ_{app} . Cette approche simpliste montre cependant que dans un grain raide dont l'orientation est proche de [0001] (voir §1.4.1 « Anisotropie élastique »), le niveau de contrainte pourra être particulièrement élevé favorisant le développement de la plasticité et de l'endommagement

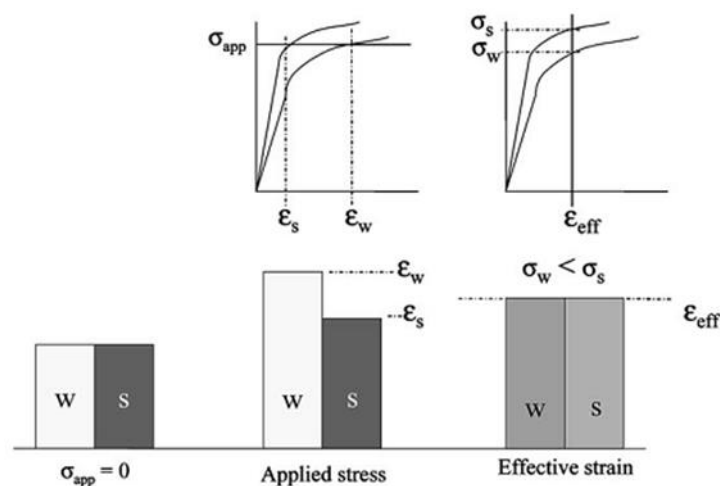


Figure 1-52 Modèle de redistribution à « deux éléments » [71]

Le modèle de Stroh

L'approche proposée par Stroh et al. a également été reprise par Evans et Bache [62], [106]. Ce modèle considère également le cas de deux grains adjacents (cf. figure 1-53). Le grain souple est orienté pour favoriser une déformation plastique intense par glissement. Il est également nommé grain « source » puisque des dislocations sont émises en grand nombre dans ce grain avec formation de bandes de glissement. Ces dislocations s'empilent contre le grain voisin au niveau du joint. Le grain raide est au contraire orienté pour ne pas favoriser la déformation plastique. Cependant, l'accumulation de dislocations au joint de grains provoque une redistribution du champ de contrainte locale. Une des conséquences est l'augmentation du niveau de contrainte de cisaillement τ sur les plans perpendiculaires ou proche de la perpendiculaire à la direction de sollicitation macroscopique dans le grain raide déformé élastiquement. Ceci pourrait alors favoriser le déclenchement d'une activité de glissement dans un plan cristallographique qui serait de type basal. Après cumul d'une activité plastique suffisante sur ce plan, la contrainte normale due à la contrainte macroscopique

atteindrait le seuil nécessaire au déclenchement du processus de quasi-clivage et à la formation d'une facette de rupture.

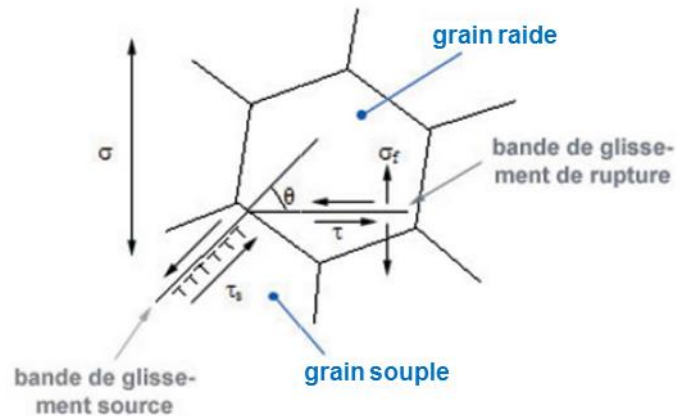


Figure 1-53 Redistribution des contraintes selon le modèle de Stroh [2]

En raison de l'amorçage sub-surfacique ou interne, le processus de déformation et d'endommagement associé au modèle de Stroh ne peut pas être observé expérimentalement *in situ*. Seules des observations *post mortem* sont possibles par la réalisation de coupes longitudinales par exemple. Ce modèle permet cependant d'interpréter un grand nombre d'observations.

Par exemple, l'insensibilité à l'effet dwell du Ti6246 relevée par Spence et al. [76] est attribuée à la microstructure de l'alliage. Celle-ci est caractérisée par la présence de fines lamelles α enchevêtrées les unes par rapport aux autres, noyées dans une matrice aciculaire de type martensitique. Selon les auteurs, cette microstructure empêche la formation de larges zones avec un plan basal commun et minimise la désorientation cristallographique entre les grains. Or selon Evans et Bache [106], c'est la redistribution des contraintes qui résulte de cette désorientation qui constitue l'origine du processus de quasi-clivage qui est considérée dans l'effet dwell.

Le modèle de Stroh sert également de base à des simulations. Anahid et al. [35] utilisent ce modèle pour développer un critère d'amorçage de fissure à l'échelle des grains sous conditions dwell. Le calcul est réalisé en plasticité cristalline sur une microstructure polycristalline statistiquement équivalente en morphologie et cristallographie.

9 Synthèse

Ce premier chapitre a tenté de dresser un bilan des phénomènes liés à la déformation et à l'endommagement en conditions dwell dans divers alliages de titane. Quelques tendances émergent sur le rôle de certains paramètres microstructuraux ou des conditions de chargement, mais aucune certitude ne peut être dressée, des contre exemples étant généralement trouvés et les conditions opératoires et/ou microstructurales différant souvent suffisamment pour empêcher les comparaisons rigoureuses.

La suite de ce manuscrit présente dans un premier temps les méthodes et techniques expérimentales utilisées pour le présent travail au chapitre 2. Il s'agit notamment d'essais à l'échelle « macroscopique » dont les résultats sont présentés dans le chapitre 3. Le développement d'un algorithme de traitement d'images afin de détecter et quantifier les plumes est détaillé au chapitre 4. L'analyse de la microstructure au niveau cristallographique est développée au chapitre 5. La déformation et l'endommagement à l'échelle « microscopique » est étudiée dans le chapitre 6.

Chapitre 2

Techniques expérimentales

Le deuxième chapitre présente les conditions expérimentales générales de cette étude. Après un très bref rappel au point 1 sur la matière utilisée durant ce travail de recherche, les points 2 à 4 décrivent dans l'ordre la géométrie des éprouvettes testées, leur position de prélèvement et leur préparation de surface. Les machines d'essai ainsi que le type de chargement appliqué sont présentés respectivement aux points 5 et 6. Pour finir, les techniques particulières d'instrumentation et d'analyse sont introduites aux deux derniers points 7 et 8 du chapitre.

1 Matière utilisée

Le matériau utilisé pour la présente étude est l'alliage Ti6242. Déjà présenté dans le chapitre précédent (paragraphe 1.2.2), cette nuance est obtenue par addition des éléments d'alliages principaux suivants : 6 % d'aluminium, 2 % d'étain, 4 % de zirconium, 2 % de molybdène et 0,1 % de silicium. Le tableau 2-1 donne une composition chimique générique complète de l'alliage. Cet alliage quasi- α a une température de transus β de 995 ± 15 °C [121].

Ti	Al	B	C	Cu	Fe	H ₂	Mn	Mo	N ₂	O ₂	Si	Sn	Y	Zr
≈85	6,6	<,005	<,0088	<,005	,0261	<,006	<,0005	1,97	,0038	,1215	,07	2,02	<,001	4,6

Tableau 2-1 Composition chimique générique du Ti6242 (en % massique) [2].

Les disques de compresseur haute-pression concernés par cette étude (cf. figure 2-1) sont réalisés à partir de Ti6242 dans un état « forgé β ». Le type de traitement thermomécanique appliqué est décrit au paragraphe 1.3.1 du chapitre 1. Les éprouvettes sollicitées mécaniquement à l'Institut P' durant la thèse sont toutes issues du même disque brut de forge. Les différentes étapes de forgeage et de traitements thermiques ne peuvent être détaillées dans ce manuscrit pour des raisons de confidentialité. Il est cependant à noter qu'il s'agit de la même matière que celle utilisée à l'Institut P' pour les études préliminaires concernant le phénomène dwell (cf. [122]).

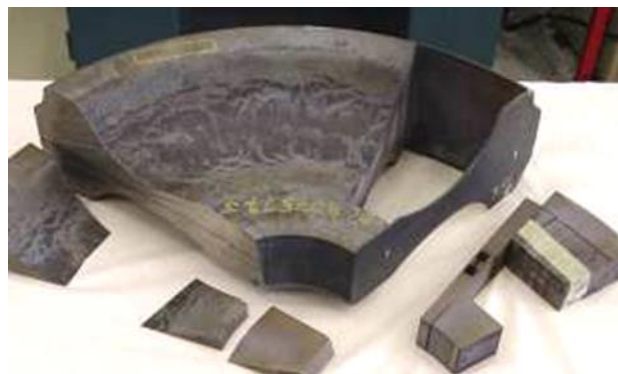


Figure 2-1 Disque compresseur de l'étude

En plus des essais réalisés à l'Institut P', quelques échantillons particuliers ont été analysés durant la thèse. Une éprouvette rompue par fatigue dwell présentant une « plume » de grande dimension sur le faciès de rupture a notamment retenu l'attention. Pour de tels échantillons, l'origine de la matière est précisée cas par cas.

2 Géométries d'éprouvette

Plusieurs types d'éprouvettes ont été utilisés durant la thèse. La géométrie est choisie en fonction des analyses à effectuer.

2.1 Eprouvette cylindrique de fatigue

Des éprouvettes de forme cylindrique ont été choisies pour réaliser les essais de fatigue et de fatigue-dwell. La géométrie utilisée comporte une partie utile de diamètre $\varnothing 4,3$ mm et une longueur utile de 13 mm. Le schéma de ces éprouvettes (cf. figure 2-2) est très proche de celui utilisé par Snecma.

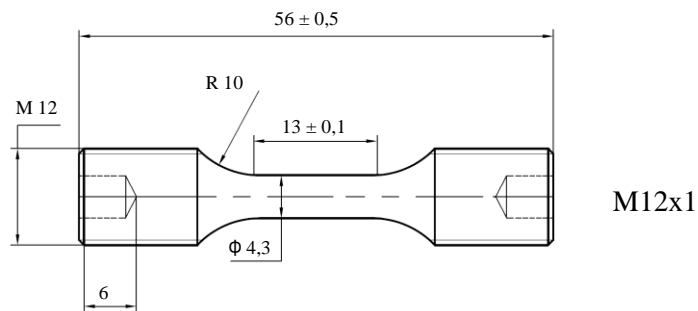


Figure 2-2 Eprouvette cylindrique $\varnothing 4,3$ mm

Cette géométrie est utilisée lorsque l'analyse porte sur la durée de vie sous différentes conditions de chargement mécanique. Ces éprouvettes « massives » intègrent dans leur partie utile un grand nombre d'ex-grains β , donc également un grand nombre de colonies de lamelles α . Cette géométrie permet donc l'évaluation d'un comportement moyen. Cependant, vu la grande taille des « plumes », ces hétérogénéités microstructurales locales peuvent néanmoins induire une différence de comportement d'une éprouvette à l'autre. Pour obtenir un comportement réellement moyen, des éprouvettes plus massives peuvent être nécessaires. Au contraire, si l'objectif est d'analyser le comportement d'éléments constitutifs de la microstructure, des éprouvettes plus petites seront nécessaires.

2.2 Microépreuve de traction

Pour les essais de déformation *in situ* sous microscope, un tout autre type d'éprouvette est nécessaire. Ces éprouvettes doivent être de taille réduite pour pouvoir être sollicitées par la micromachine de déformation présentée au paragraphe 5. La partie utile de ces éprouvettes mesure 10 mm en longueur, 2 mm en largeur et 1 mm en épaisseur (cf. figure 2-3). Elles sont maintenues par deux goupilles. Pour ces éprouvettes, une sollicitation en compression est impossible.

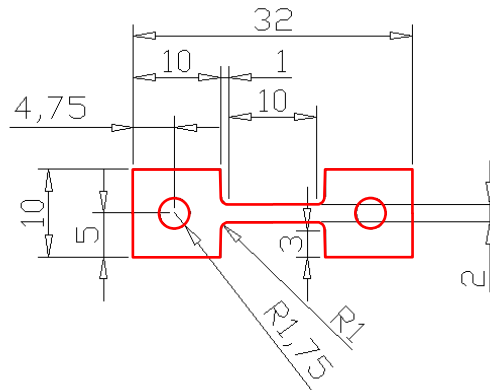


Figure 2-3 Microépreuve de traction

On peut remarquer que le volume de matière est ici très petit. La partie utile ne contient plus que quelques dizaines d'ex-grains β . Par conséquent le comportement d'une telle éprouvette est très sensible aux hétérogénéités locales et varie d'une éprouvette à l'autre (cf. paragraphe 1 du chapitre suivant pour des explications plus détaillées).

2.3 Eprouvette de fatigue à section carrée

Un des objectifs des travaux est d'étudier l'évolution des mécanismes de déformation au cours de la durée de vie des éprouvettes. Ceci est essentiellement réalisé par des essais *in situ* et par conséquent sur des microéprouvettes. Pour étudier les mécanismes de déformation sur toute la durée de vie, les éprouvettes doivent être cyclées à plusieurs milliers de cycles. Ceci n'est pas possible sur des microéprouvettes en raison de leur faible section et de leur géométrie favorisant un endommagement précoce à partir des arrêtes. Pour étudier les mécanismes de déformation et d'endommagement plus en avant dans la durée de vie, l'idée est de cycliser des éprouvettes plus massives pour générer les structures de dislocations à cœur de la matière et prélever ensuite des microéprouvettes pour les essais *in situ*. Les microéprouvettes vierges usinées dans la matière brute de forge représentent le disque final en début d'utilisation en service, les microéprouvettes issues des éprouvettes massives « précyclées » à N cycles représentent le disque en service après N cycles de vol.

La géométrie retenue pour les éprouvettes massives est présentée en figure 2-4. Il s'agit d'éprouvettes à section carrée qui permettent l'usinage ultérieur de 5 microéprouvettes « longues ». La partie utile de ces microéprouvettes spéciales reste identique à celle des microéprouvettes « classiques courtes ». Seules les têtes et congés de raccordement ont été modifiés (cf. figure 2-5).

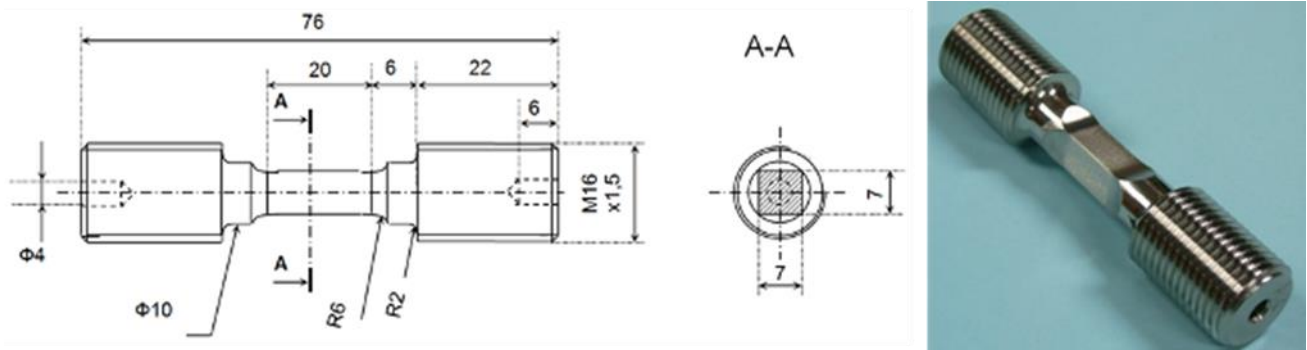


Figure 2-4 Epreuve à section carrée

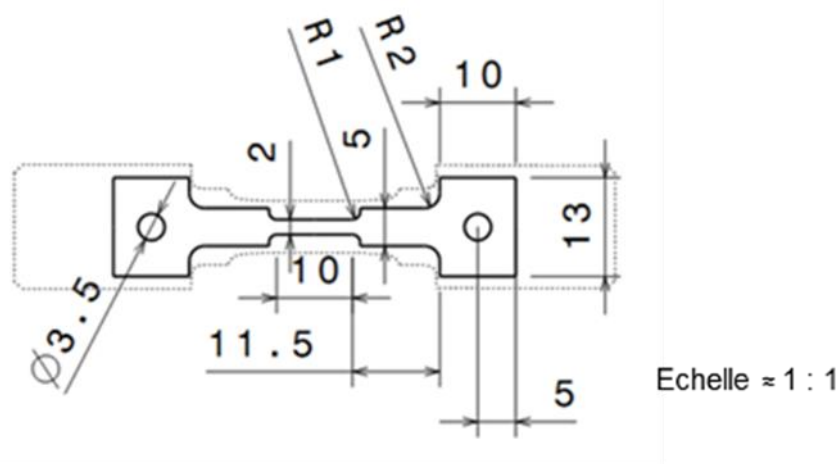


Figure 2-5 Microépreuve « longues »

3 Prélèvement des éprouvettes

L'ensemble des opérations de prélèvement et d'usinage des éprouvettes est réalisé par le service technique interne du laboratoire qu'il s'agisse d'électroérosion, de tournage ou de fraisage.

Une attention particulière est accordée au repérage des éprouvettes : la position et l'orientation de chaque éprouvette par rapport au disque est connue après le prélèvement et l'usinage. Pour les éprouvettes à section carrée, les faces de la partie utile ont été usinées perpendiculairement aux axes

tangentiels et axiaux macroscopiques du disque. Cette traçabilité permet d'expliquer certaines différences de comportement entre éprouvettes.

La position des blocs de matière par rapport au disque est décrite par la figure 2-6.

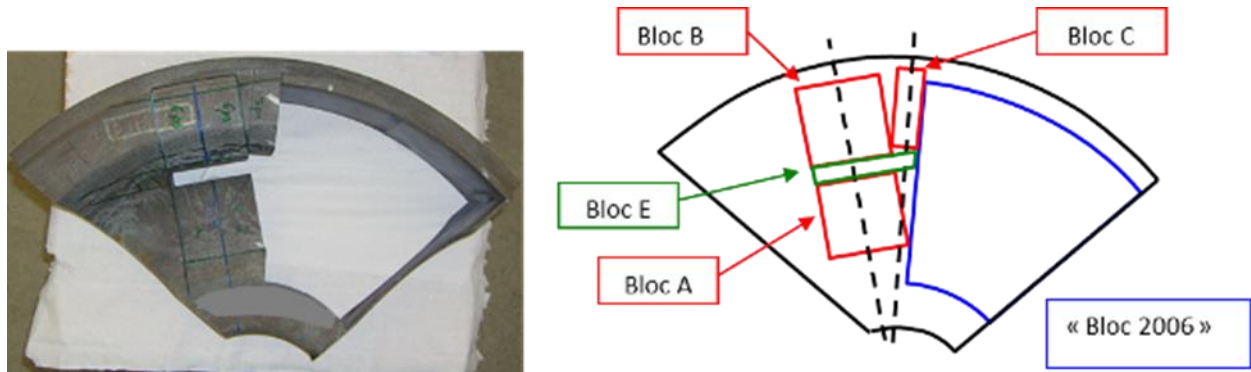


Figure 2-6 Schéma de prélèvement des éprouvettes à section carrée

24 éprouvettes à section carrée ont été prélevées dans le sens radial du disque à partir des blocs A, B et C : 8 éprouvettes A1 à A8 dans le milieu de toile, 12 éprouvettes B1 à B12 et 4 éprouvettes C1 à C4 à la frontière entre le haut de toile et la jante (cf. figure 2-7).

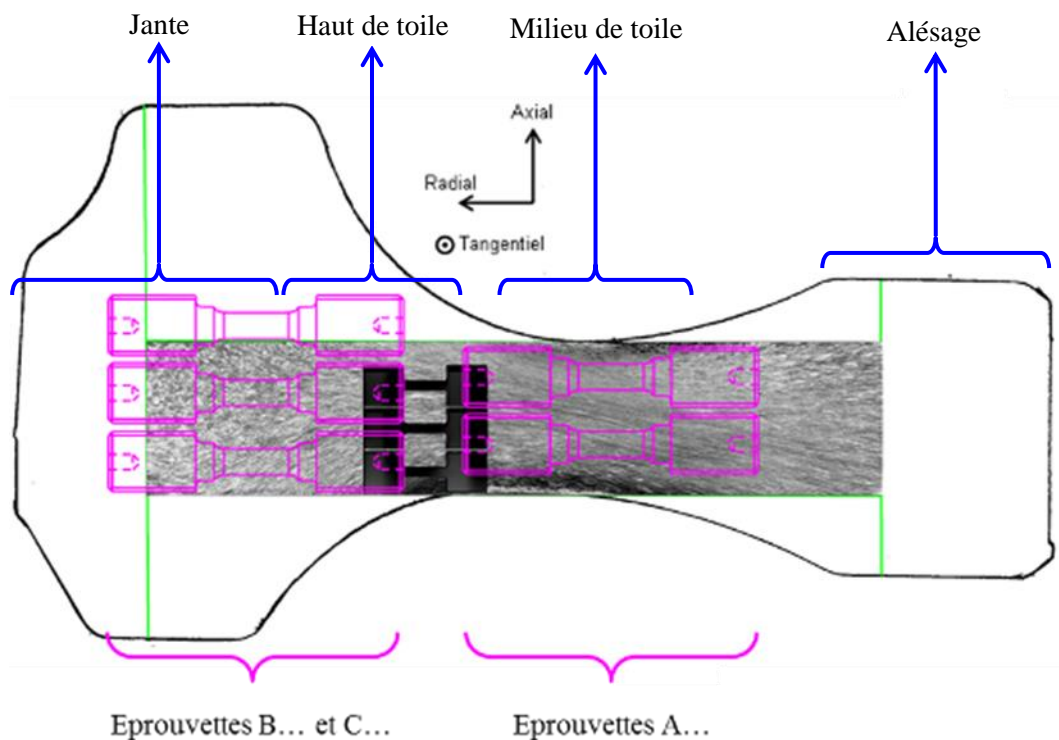


Figure 2-7 Position des éprouvettes à section carrée

Le bloc E a servi au prélèvement de 35 microéprouvettes dans le sens axial. L'idée était de solliciter les interfaces entre les ex-grains β qui sont très allongés dans cette partie « toile » du disque.

Cette configuration ne correspond pas à une sollicitation en service des disques. Elle permettrait cependant de fournir des résultats expérimentaux à comparer aux simulations numériques réalisées par K. Kuzmenkov [123].

Le bloc « 2006 » correspond au prélèvement de matière réalisé en 2006 pour une étude « préliminaire » du phénomène dwell [122]. Une partie des éprouvettes prélevées et non utilisées a été « recyclée » pour le présent travail. Les éprouvettes cylindriques ont été prélevées dans le sens radial en deux zones différentes du disque : les éprouvettes G1 à G12 ont une partie utile localisée dans la toile du disque, les éprouvettes D1 à D15 dans le haut de toile (cf. figure 2-8).

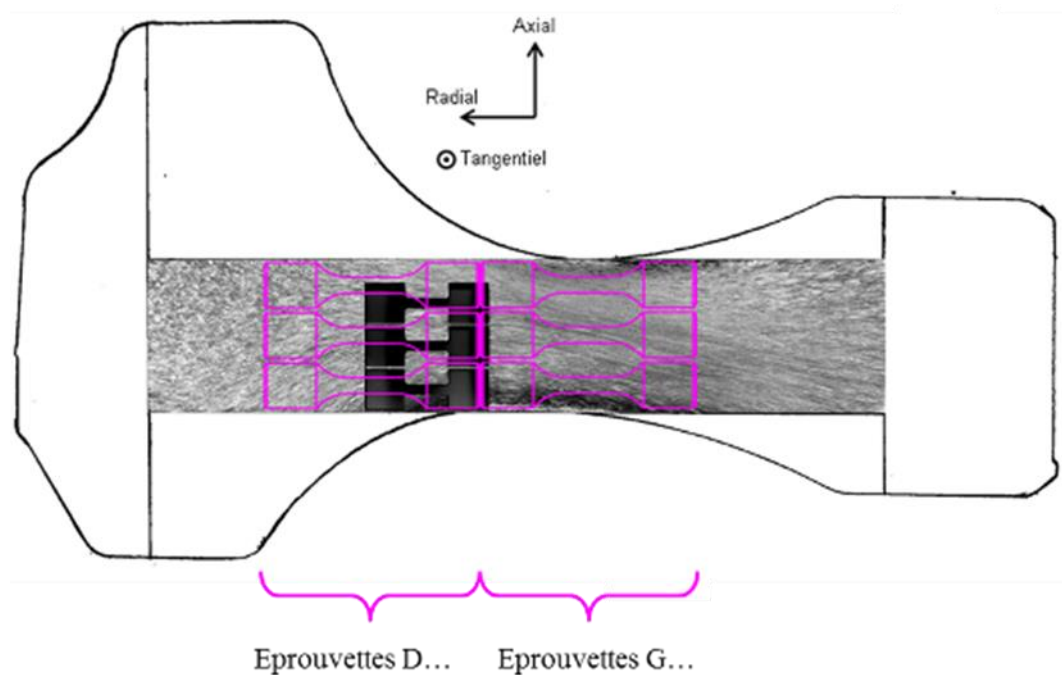


Figure 2-8 Position des éprouvettes cylindriques

Les microéprouvettes ont été prélevées dans le sens radial du disque, dans la partie milieu et haut de toile comme illustré en figure 2-9. La face des éprouvettes est différente selon les séries 1D, 2D, 3D et G comme le montre cette figure.

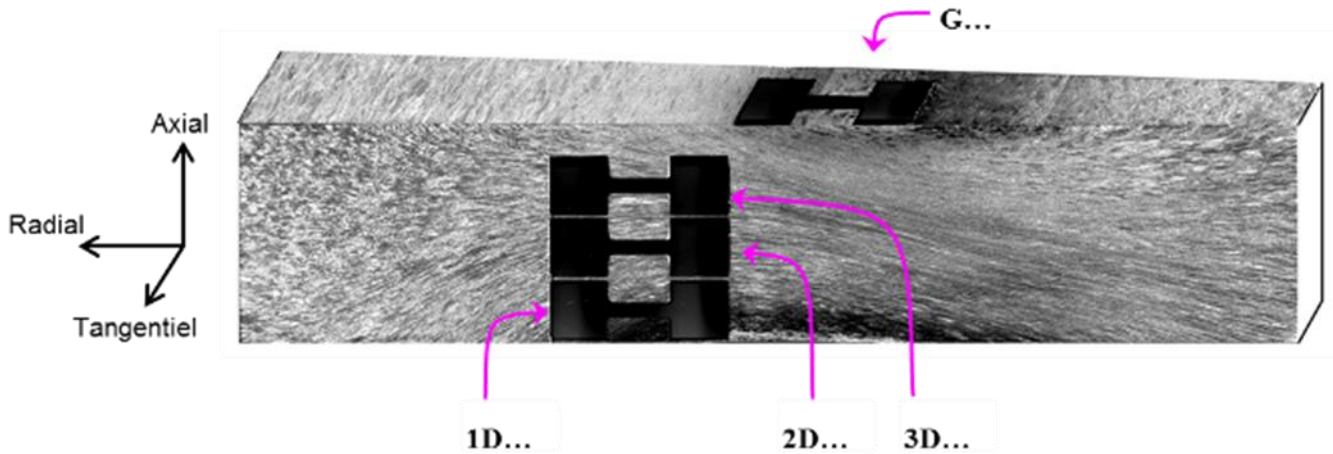


Figure 2-9 Position des microéchantillons

4 Préparation de surface

4.1 Procédure générique

En raison de sa grande ductilité, le titane et ses alliages comptent parmi les matériaux métalliques les plus difficiles à polir. Différentes « gammes de préparation » manuelles ont été comparées. Une procédure générale ne peut pas être proposée puisqu'elle dépend notamment de la géométrie des échantillons et du niveau d'expérience du « polisseur ». Cependant, la majorité des échantillons subissent de façon similaire la succession d'étapes suivante :

La première étape consiste en un polissage mécanique avec des papiers abrasifs SiC de grade successifs 180, 320, 500, 1 000, 2 400, 4 000. En général, plus le grade est élevé, plus l'effort appliqué sur l'échantillon sera faible et le temps de polissage long, jusqu'à 20 min par grade. Une deuxième étape mécanique de finition peut être appliquée. Des particules de diamant de grade 3 et 1 μm sous forme de sprays sont employées à l'aide de draps de polissage et de lubrifiants spécifiques. La dernière étape dépend du but de la préparation :

Simple observation micrographique : révélation de la microstructure à l'aide du réactif de Kroll, constitué de 2 mL d'acide fluorhydrique à 40 %, 3 mL d'acide nitrique à 65 % et de 95 mL d'eau distillée [25].

Analyse EBSD : polissage électrolytique sur polisseuse automatique ; électrolyte Struers A3 sortant du réfrigérateur ; tension de 40 à 45 V ; temps de polissage de 5 à 10 s. Cette étape permet d'éliminer la couche de matière écrouie par polissage mécanique, condition nécessaire à la diffraction des électrons rétrodiffusés. Une très légère attaque de Kroll peut terminer la préparation afin de révéler la microstructure.

Analyse EBSD : polissage mécano-chimique à la silice colloïdale (OP-S). Pour renforcer l'aspect chimique du polissage, la suspension de silice est diluée avec 10 % de H₂O₂ à 100 vol. Plus longue à mettre en œuvre, cette technique permet d'obtenir une planéité parfaite de l'échantillon et un dés-écrouissage de la surface suffisant pour la diffraction électronique.

4.2 Préparation des éprouvettes

Ce paragraphe détaille les techniques de préparation utilisées pour les différentes géométries d'éprouvette présentées précédemment.

Pour les éprouvettes cylindriques, un polissage manuel est très difficile. Une machine semi-automatique développée au laboratoire a été utilisée pour le polissage au papier SiC. La finition au diamant peut être réalisée sur la machine semi-automatique ou de façon plus manuelle à l'aide d'un petit tour d'horloger. Il est à noter ici que les éprouvettes testées au laboratoire durant la thèse ne subissent pas de greinillage après polissage contrairement aux éprouvettes Snecma. Aucune différence significative sur les durées de vies en fatigue et en fatigue-dwell n'a été constatée entre les résultats Snecma et ceux obtenus au laboratoire.

Pour toutes les éprouvettes et échantillons ayant une surface plane tels que les microéprouvettes, le polissage est effectué de façon manuelle sur des plateaux rotatifs de polissage. Un enrobage à la résine des échantillons n'a pas été nécessaire et aurait au contraire été gênant pour les observations MEB.

Une procédure de polissage spécifique des éprouvettes à section carrée a été mise en place. Celle-ci combine des étapes de polissage semi-automatique et des étapes de polissage manuel. En effet, la géométrie particulière des éprouvettes complique le polissage : la seule direction de polissage possible est suivant l'axe long des éprouvettes. En moyenne, le temps complet de polissage par éprouvette est de 8 heures.

5 Machines d'essai

5.1 Machines conventionnelles

Deux machines électromécaniques de fatigue oligocyclique ont été utilisées et sont présentées en figure 2-10.

Une machine Instron 1362 de capacité vérin 100 kN, équipée d'une cellule de charge dynamique +/-50 kN. Cette machine possède les montages adaptés aux éprouvettes cylindriques \varnothing 4,3 mm et éprouvettes à section carrée. La déformation sur éprouvette est mesurée à l'aide d'un extensomètre Instron à couteaux, de base 10 mm et de portée +/- 1 mm. La précision de ces capteurs est de +/- 1 μ m.

Une machine Instron 8562 de capacité vérin 100 kN, équipée d'une cellule de charge dynamique de +/- 5 kN dédiant la machine aux éprouvettes de faible section comme les microéprouvettes (cf ; annexe n°2 pour les montages associés). La déformation peut être mesurée à l'aide d'un extensomètre Instron à couteaux comme sur la machine 1362 ou d'un extensomètre à couteaux céramiques de base 12,5 mm et de portée +/- 3 mm.



Figure 2-10 Machines de fatigue électromécaniques 1362 (gauche) et 8562 (droit)

5.2 Micromachine

La majorité des essais de déformation *in situ* ont été réalisés grâce à une machine de traction « miniature » (cf. figure 2-11). Il s'agit d'une machine développée pour fonctionner dans une chambre de MEB. Elle mesure 17 x 11 x 5 cm et pèse environ 4 kg. Un moteur à faible champ magnétique permet la prise d'images MEB durant son fonctionnement. L'écartement des traverses est mesuré par

un capteur LVDT avec une précision de 10 μm . Une cellule de charge de capacité 5 000 N a été utilisée La vitesse de déplacement traverse est comprise entre 0,02 et 0,4 mm/min.

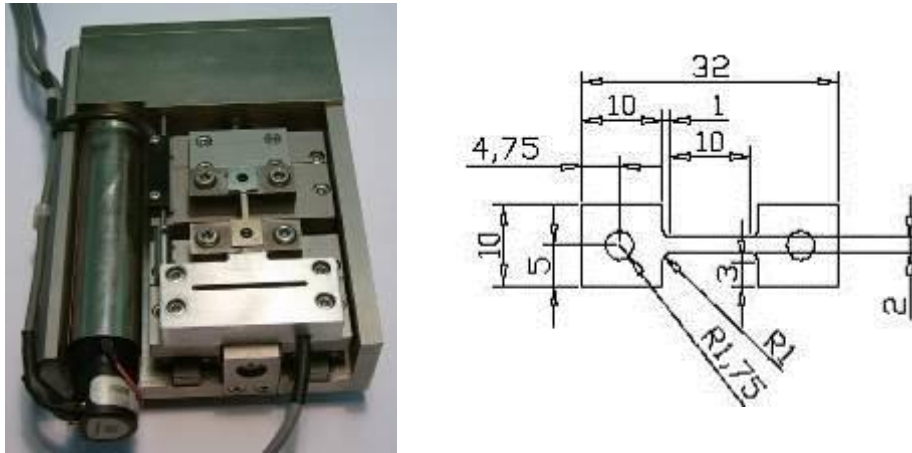


Figure 2-11 Machine de traction *in situ* (« Micromachine »)

La taille de cette machine rend possible un essai *in situ* mais induit également de la complexité dans la mesure des déplacements. En effet, en particulier pour les microéprouvettes métalliques à grande résistance mécanique, la rigidité de la micromachine n'est pas infinie devant celle de l'éprouvette. Le déplacement des traverses ne correspond pas seulement au déplacement de la partie utile de l'éprouvette mais intègre aussi la déformation élastique d'une partie du montage. Ce problème peut être maîtrisé par des essais préliminaires réalisés *ex situ*. Cette étape consiste à étalonner le capteur LVDT par une mesure fiable de la déformation, par exemple grâce à un extensomètre à couteaux. Il est alors possible de corriger le fichier résultats pour obtenir les vraies valeurs de déformation de la partie utile des éprouvettes. Cette méthode convient lorsque la matière des éprouvettes est très homogène et le comportement identique d'une éprouvette à l'autre. Ceci n'est pas le cas des microéprouvettes de Ti6242. Une autre solution présentée au paragraphe 7 a donc été mise en place.

6 Sollicitations mécaniques

Les essais mécaniques et en particulier les essais cycliques sont réalisés en contrôle de charge, i.e. à contrainte conventionnelle imposée. La réduction de section n'est pas prise en compte.

Les essais de fatigue pure sont réalisés à l'aide de cycles triangulaires, avec une fréquence de 0,5 Hz (cf. figure 2-12). Ainsi la vitesse de déformation dépend du niveau de contrainte maximal imposé mais est identique à celle d'un essai de fatigue-dwell réalisé au même niveau de contrainte.

Les essais de fatigue-dwell sont réalisés à l'aide de cycles trapézoïdaux 1 - 120 - 1 s, i.e. temps de monté en charge de 1 seconde, maintien de la charge maximale pendant 120 secondes et temps de

décharge de 1 seconde (cf. figure 2-12). Les cycles dwell ont ainsi une période de 122 secondes. Dans certains cas exceptionnels, le temps de maintien est modifié pour quantifier son influence sur l'abattement de durée de vie. Dans ces cas, le temps de maintien est précisé.

Le rapport de charge de l'ensemble des essais est strictement positif. En effet, en service, les disques de compresseur subissent uniquement des chargements de traction.

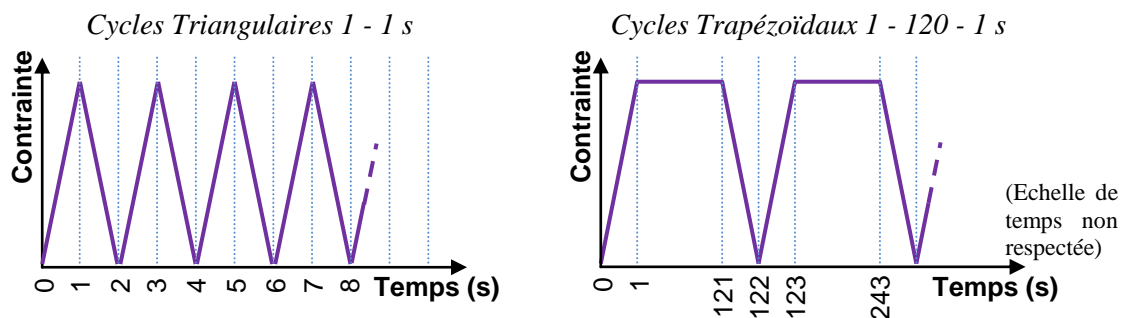


Figure 2-12 Sollicitations cycliques de fatigue et de fatigue-dwell

Pour les autres essais et en particuliers les essais *in situ*, les conditions d'essais sont détaillées lors de la présentation des résultats.

7 Instrumentation des éprouvettes

Avec une partie utile de 10 x 2 x 1 mm, le volume de matière « utile » des microéprouvettes est relativement petit. Les hétérogénéités microstructurales telles que les plumes peuvent atteindre plusieurs millimètres en longueur et ne sont pas distribuées uniformément dans la matière. Les différences de comportement peuvent être importantes comme cela sera montré au paragraphe 1 du chapitre suivant.

Pour les microéprouvettes, il est donc indispensable de prendre en compte le comportement individuel de chaque éprouvette au cours des essais. Ceci pose problème pour les essais *in situ* sous MEB. En effet, comme présenté au paragraphe 5, la machine de traction *in situ* est très souple. Le signal de déplacement des mors de la machine ne donne donc pas directement l'information sur la déformation de l'éprouvette. L'utilisation d'un extensomètre ou d'un mouchetis est impossible puisque ces derniers empêcheraient l'observation de la partie utile. Une grille de mesure déposée dans la zone de suivi de l'éprouvette permettrait à posteriori de calculer la déformation locale, mais uniquement dans la zone d'observation. Une mesure plus globale de la déformation effectuée en face arrière de l'éprouvette a été retenue. Vu l'espace réduit disponible entre l'éprouvette et la micromachine, une jauge de déformation semble être la meilleure solution.

7.1 Les jauges de déformation retenues

Il existe un large choix de jauges de déformation selon leur forme, leur taille, leur résistance, leur nombre de grille de mesure, etc. Deux jauges de marque HBM ont été retenues et testées. Ces jauges sont à la fois :

- suffisamment petites pour tenir sur la partie utile des microéprouvettes : il est nécessaire que tous les brins conducteurs de la jauge ainsi que les connexions électriques soient collés sur la partie utile ;
- assez grandes pour mesurer une déformation moyenne selon l'axe de traction : vu que les hétérogénéités microstructurales peuvent être millimétriques, une mesure trop locale de la déformation pourrait fausser les résultats.

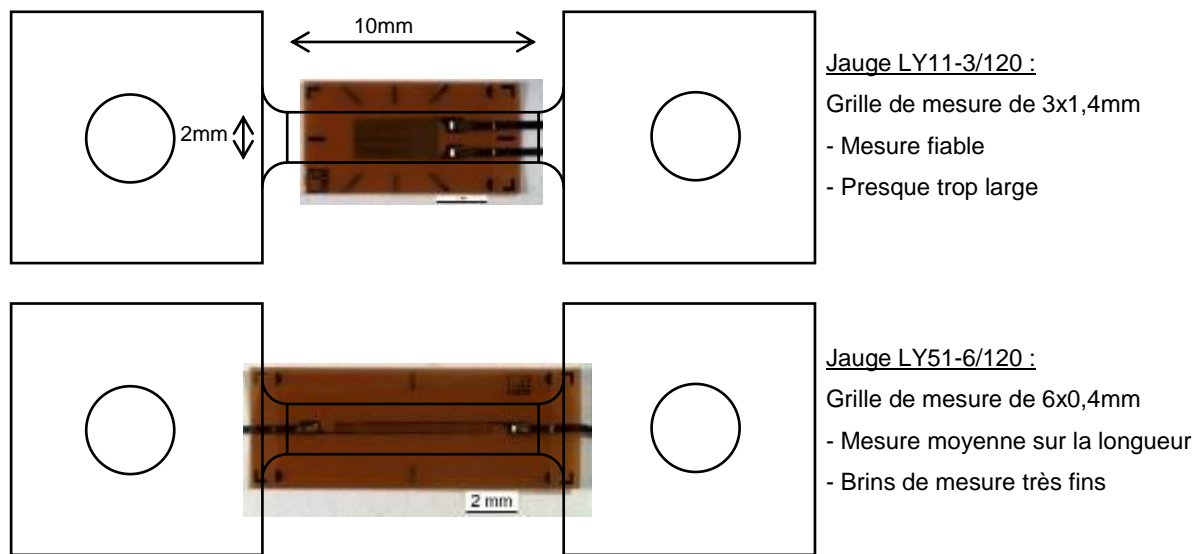


Figure 2-13 Jauges de déformation pour microéprouvettes

La figure 2-13 précédente montre les deux types de jauge utilisés.

- La jauge LY11-3 possède une grille de mesure, i.e. la zone où est mesurée la déformation, relativement courte mais qui couvre presque toute la largeur de l'éprouvette. Cette jauge est plus facile à mettre en œuvre et à relier électriquement.

- La jauge LY51-6 est de forme très allongée. Bien que la grille de mesure ne mesure que 6 mm, sa longueur totale est presque de 10 mm. Les connexions électriques sont donc relativement délicates à réaliser puisqu'elles ne doivent en aucun cas être en contact avec les mors de la micromachine. Sa grande longueur la rend presque équivalente à un extensomètre classique à couteaux.

L'instrumentation des microéprouvettes a nécessité la mise au point d'un mode opératoire très délicat impliquant notamment un travail sous loupe binoculaire de préparation de la surface, de positionnement, de collage et pour finir de raccordement électrique de la jauge.

7.2 Validation des jauges de déformation par essais de traction

Étant donné qu'il n'existe aucune jauge de déformation dont la grille de mesure couvre l'intégralité de la partie utile des microéprouvettes, la représentativité de la mesure locale par jauge de déformation par rapport à la déformation globale de la partie utile a dû être vérifiée. Pour cela, plusieurs essais de traction dans le domaine d'élasticité du matériau ont été réalisés pour les deux types de jauges. Les essais ont été réalisés sur une machine de fatigue oligocyclique classique à l'aide des mors spéciaux. Les graphiques suivants en figures 2-14 et 2-15 montrent la comparaison entre le signal de la jauge et le signal d'un extensomètre à couteaux obtenus durant le même essai. L'extensomètre utilisé est un extensomètre à couteaux céramiques très longs. Ceci explique que son signal soit bruité.

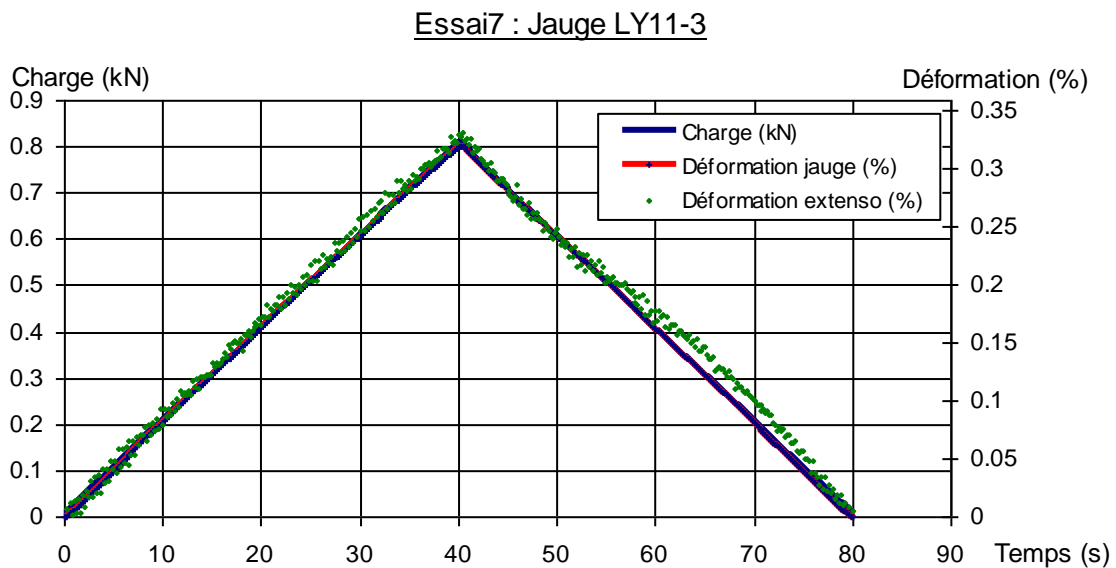


Figure 2-14 Essai de traction avec une jauge LY11-3

Remarque : pour la figure 2-14 ci-dessus, les courbes rouge et bleue sont parfaitement superposées.

Essai10 : Jauge LY51-6

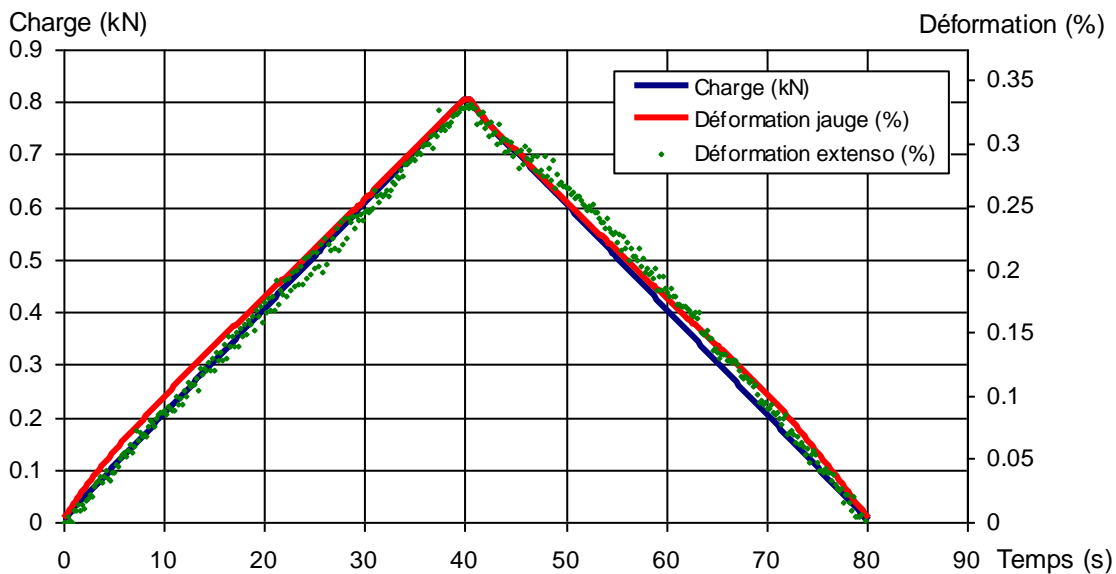


Figure 2-15 Essai de traction avec une jauge LY51-6

Ces deux essais montrent que les deux jauges de déformation fournissent un signal très propre, sans aucun bruit, et précis. Aux jeux dans les couteaux céramiques près, la valeur de la déformation est la même pour l'extensomètre et les jauges.

7.3 Validation de l'utilisation des jauges de déformation sous MEB

L'utilisation de jauges de déformation *in situ* sous MEB n'est pas courante. Est-ce que les conditions particulières d'utilisation sous MEB perturbent le signal de la jauge de déformation et vice versa ? Une vérification préalable a donc été réalisée :

Influence du vide secondaire régnant dans la chambre du MEB sur la mesure de déformation : Lors de la création de ce vide, la température diminue et induit une légère contraction de la microéprouvette. Une résistance de compensation thermique est placée dans la chambre pour prendre en compte cette différence de température. De plus, si possible, l'ensemble microéprouvette et micromachine est installé la veille de l'essai pour assurer l'homogénéité et la stabilité de la température et de la pression.

Il a également fallu vérifier si le signal de la jauge est perturbé par les divers champs électromagnétiques générés au sein du MEB et inversement si la jauge perturbe le système d'imagerie du MEB. Aucune perturbation n'a été détectée pendant les essais. Par précaution, l'ensemble des câbles électriques a été blindé.

7.4 Acquisition des données

Lors d'un essai *in situ* « classique », l'acquisition du déplacement des traverses et de la charge appliquée à la microéprouvette est assurée par le logiciel de pilotage de la micromachine. Dans le cas présent, il s'agit d'acquérir en parallèle le signal de déformation mesuré par la jauge. Cette dernière est conditionnée par un pont de jauges Vishay configuré en demi-pont de Wheatstone. La sortie de ce pont est un signal analogique +/- 10 V proportionnel à la déformation mesurée. Puisque ce signal ne peut pas être enregistré par le logiciel, très simpliste, de pilotage de la micromachine, un PC d'acquisition supplémentaire est nécessaire. Après modification du boîtier de contrôle de la micromachine pour externaliser les signaux de déplacement, de charge et de commande du moteur, le PC d'acquisition permet l'acquisition synchrone de l'ensemble des signaux nécessaires à la conduite d'un essai.

Toutes les données sont acquises, traitées et enregistrées par un programme implémenté dans Measurement Foundry version Academic v5.0.0.206. Celui-ci permet de plus d'exporter les données vers Excel afin de tracer **en temps réel** la courbe de traction contrainte en fonction de la déformation plastique. Il est alors possible d'arrêter un essai après les tous premiers signes d'une déformation plastique ou au contraire à un certain niveau de contrainte au-dessus ou en-dessous de la limite d'élasticité conventionnelle définie à 0,2 %.

7.5 Conclusion

Par leur taille réduite, les microéprouvettes révèlent des hétérogénéités microstructurales très marquées. Pour prendre en compte la différence de comportement éprouvette à éprouvette, il faut instrumenter ces dernières. Des jauges de déformation ont été mises en place, testées et validées. Elles permettent une mesure de la déformation moyenne de la partie utile des microéprouvettes et sont compatibles avec une utilisation *in situ* en direct sous MEB.

8 Instruments d'observation et techniques de mesures spécifiques

La majorité des observations a été réalisée utilisant deux types de microscopie :

En raison de sa simplicité et rapidité d'utilisation, la microscopie optique a été fréquemment utilisée durant les travaux de thèse. En particulier, une binoculaire de marque Leica, MZ95, et un microscope optique, Reichert-Jung MeF3, ont été utilisés. Ces deux instruments permettent la prise d'images numériques à travers une caméra CCD Leica et un logiciel d'acquisition IM50. Une autre microscope optique est utilisé et présenté au paragraphe 8.2.

L'autre type est la microscopie électronique à balayage. Utilisée depuis presque 50 ans[124], cet instrument d'observation n'est plus à présenter. La technique spécifique, plus récente, de la diffraction des électrons rétrodiffusés sera brièvement présentée au paragraphe 8.3.

Les avantages de la microscopie électronique à balayage par rapport à la microscopie optique sont principalement une grande profondeur de champs et une meilleure résolution spatiale. Il est possible d'obtenir des informations sur la topologie de la surface, la composition chimique (EDS ou WDS), l'orientation cristallographique (EBSD), etc. Un travail sur l'utilisation et/ou la combinaison des différents signaux accessibles, a permis d'optimiser la dynamique des images. Ceci est essentiel pour l'application reproductible d'un traitement d'images systématique. Le signal d'électrons rétrodiffusés a servi à l'acquisition des cartographies de grandes tailles.

Différentes techniques expérimentales complémentaires ont été mises en œuvre. Celles nécessitant quelques explications sont décrites ci-dessous.

8.1 Mesure du champ de déformation dans le plan (Mouchetis)

Déterminer les champs de déformation dans le plan (X,Y) de la surface d'une éprouvette permettrait de mettre en évidence des hétérogénéités de déformation à différentes échelles : entre différentes lamelles, entre différentes colonies, entre les plumes et la matière environnante...

Les approches de corrélations d'images numériques sont sur le principe tout à fait adaptées à cet objectif. Le principe de telles méthodes est de réaliser un mouchetis de grains plus ou moins fins à la surface d'une éprouvette (ou de s'appuyer parfois sur des marqueurs métallurgiques préexistant au sein de la microstructure) dont on va suivre les évolutions lors d'un chargement mécanique. A chaque niveau de contrainte ou étape lors de l'essai mécanique, une image du mouchetis est acquise pour chaque zone. Ces images sont alors « comparées » à l'image initiale du mouchetis par des algorithmes de corrélation d'images numériques. Cette étape a été réalisée grâce au logiciel « Granu » développé au sein du laboratoire [125]. En chaque point préalablement défini, ce logiciel calcule le déplacement entre deux images d'une petite zone autour du point de calcul. Le champ de déformation est ensuite calculé dans CAE Abaqus.

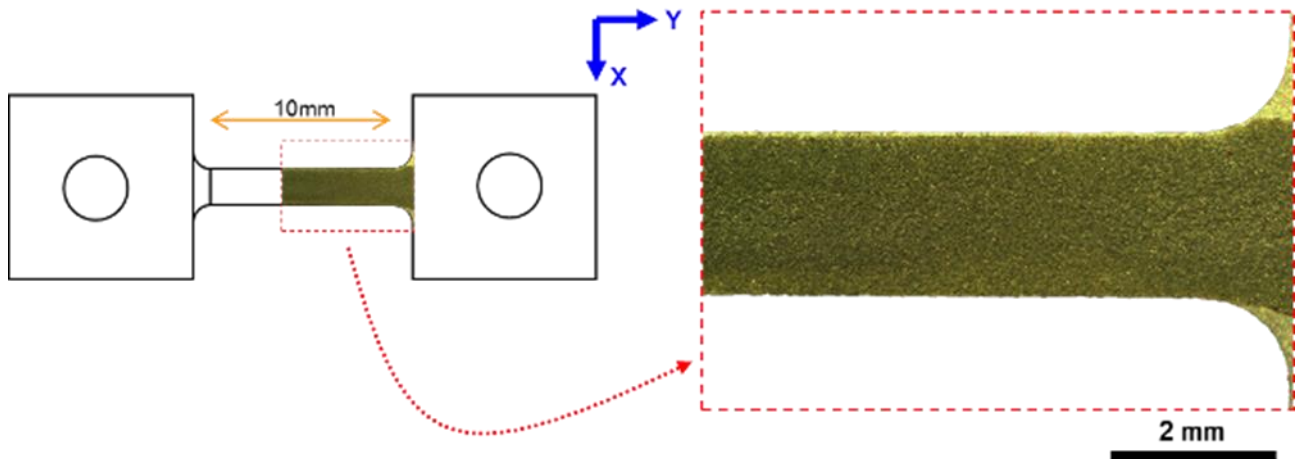


Figure 2-16 Exemple de mouchetis pour caméra optique

La figure 2-16 montre un exemple d'application du mouchetis « macroscopique ». Celui-ci est conçu pour être suivi par une caméra optique haute-résolution de 10,7 MPix. La taille de grain est d'environ 7 μm , soit 3 pixels sur les images. Cette valeur est idéale pour le fonctionnement du logiciel de corrélation d'images. Cet exemple est issu du travail de thèse de T. Duval [25] qui a utilisé ce mouchetis pour mesurer les champs de déformation entre ex-grains β dont le diamètre peut atteindre le millimètre dans des alliages de type Ti5553 et Ti17. Dans ce cas, la méthode a permis de mettre en évidence une nette différence de déformation entre les ex-grains β .

8.2 Microscope optique interférométrique

Le Talysurf CCI 6000, Coherence Correlation Interferometry, de AMETEK Taylor Hobson est un profilomètre 3D sans contact. Ce Microscope Optique Interférométrique (MOI) en lumière blanche, White Light Interferometer en anglais, accessible au sein de l'Institut P' dans le département Génie Mécanique et Systèmes Complexes, utilise un algorithme breveté de détection des franges d'interférence obtenues par la réflexion sur un miroir semi-réfléchissant actionné par un moteur piézoélectrique (cf. figure 2-17). Il permet une mesure rapide et précise du relief d'une surface réfléchissante. A travers des objectifs interchangeables allant de x5 à x50, il est possible d'analyser une zone plus ou moins grande avec une résolution verticale comprise entre 1 μm pour les faibles grossissements et 0,1 \AA pour le plus fort. La résolution (X, Y) dans le plan de mesure reste celle d'un microscope optique classique, i.e. de l'ordre de 0,6 μm pour l'objectif x50.

Le post-traitement des données permet entre autres la suppression d'une forme globale de la surface de l'échantillon, la soustraction d'un relief, l'extraction de profil de hauteur, la mesure de hauteur de marche, l'assemblage de plusieurs champs de mesure pour cartographier une surface plus importante.



Figure 2-17 Talysurf CCI 6000 et schéma de principe

Cet outil est ainsi parfaitement adapté à la mesure du champ de déplacement hors-plan créé par les hétérogénéités de déformation autour des plumes dont les dimensions typiques sont 100 à 300 μm en largeur et 1 à 5 mm en longueur. Deux exemples sont illustrés en figures 2-18 et 2-19. De plus la rapidité des mesures permet un suivi de la déformation, par exemple pour des essais de traction *in situ*, « étape par étape ».

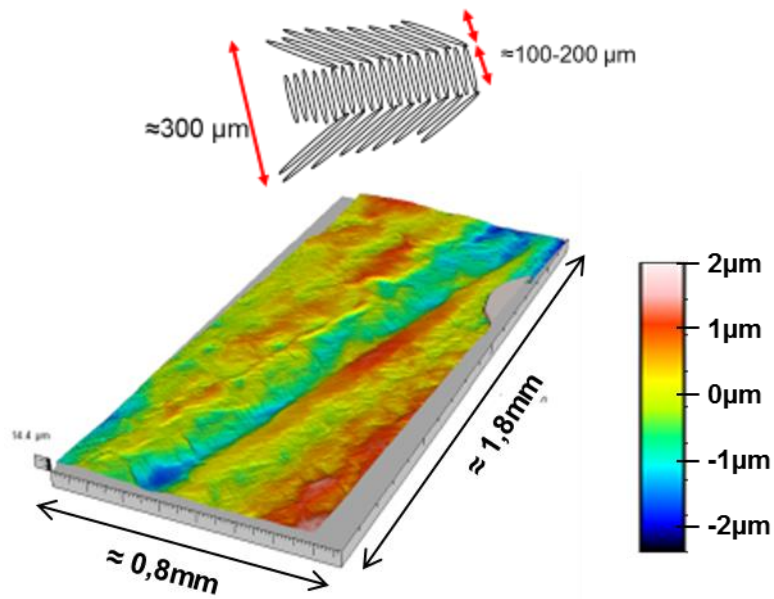


Figure 2-18 Exemple de relief après essai dwell sur éprouvette cylindrique \varnothing 4,3 mm

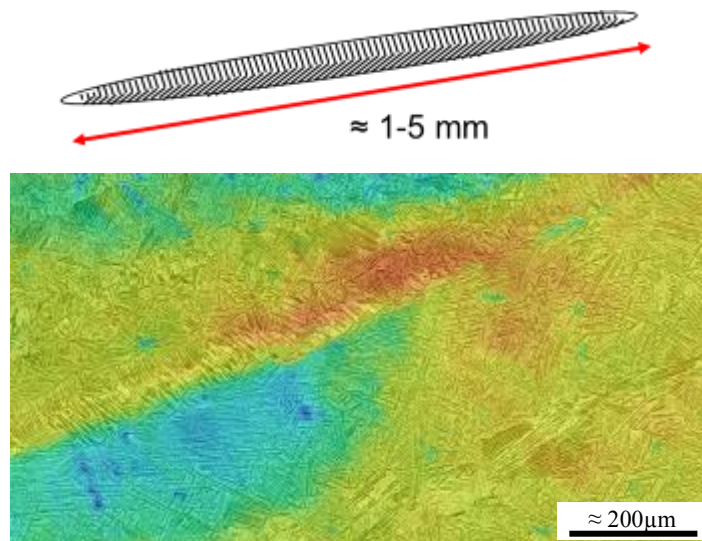


Figure 2-19 Exemple de localisation de la déformation sur microéprouvette

Remarque sur la grandeur mesurée : le microscope optique interférométrique mesure le relief à la surface d'un échantillon. Il ne permet pas de mesurer la variation d'épaisseur d'une éprouvette. Il n'est possible de mesurer que des différences de hauteur entre des points appartenant à la même surface. Pour estimer le retrait de la surface en raison de l'effet Poisson, une solution est de prendre des mesures relatives par rapport aux têtes d'éprouvette.

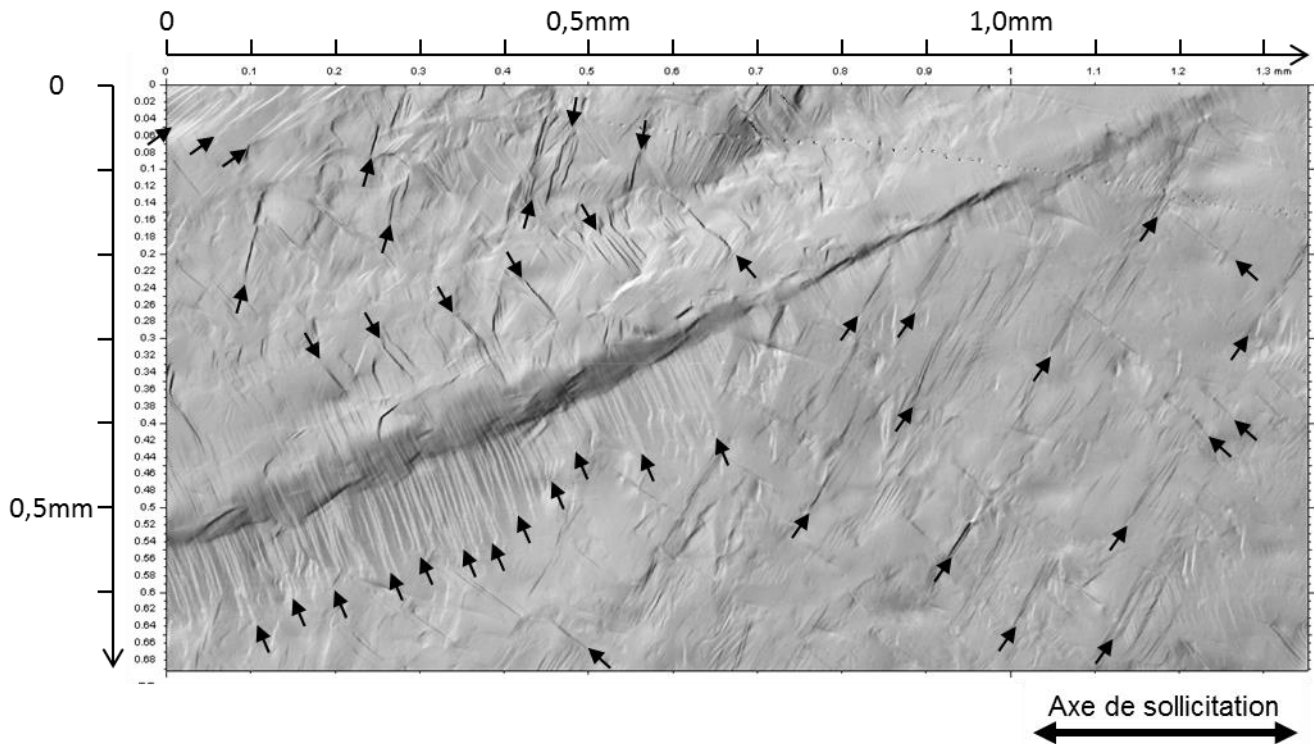


Figure 2-20 Image photoréaliste du relief de la zone 1 à x50

L'image photoréaliste ci-dessus (figure 2-20) permet de matérialiser les bandes de glissement dont un certain nombre est pointé par des flèches noires. Ces bandes sont également identifiées au MEB. Le MOI permet de quantifier le dénivelé correspondant aux bandes de glissement. Cette image est obtenue en assemblant 6 champs de mesure avec l'objectif x50.

8.3 Détermination de l'orientation cristallographique locale (EBSD)

L'orientation cristallographique locale a une grande influence sur les propriétés mécaniques du matériau à une échelle très fine. En effet, comme présenté dans le chapitre précédent, le mode de déformation plastique principal est le glissement de dislocations sur des plans cristallographiques bien définis (cf. paragraphe 1.4.3 du chapitre 1). L'activation de ce glissement planaire dépend essentiellement de l'orientation cristallographique locale par rapport à l'axe de sollicitation.

Il existe plusieurs moyens expérimentaux pour déterminer l'orientation cristallographique locale. Développée dans les 20 dernières années, la diffraction des électrons rétrodiffusés ou EBSD (Electron BackScatter Diffraction) utilise la sonde électronique générée par une MEB pour accéder à l'orientation cristallographique locale au sein de microstructures métallurgiques fines, ce que les autres techniques (Diffraction de Rayons X notamment) ne permettent pas. Les électrons rétrodiffusés émis dans la poire d'interactions entre électrons incidents et échantillon sont issus de la diffraction sur les différentes familles de plans réticulaires. Les cônes de diffraction générés sont interceptés par un écran

de phosphore sur lequel se matérialise un diagramme de diffraction dit « de Kikuchi ». Le progrès en acquisition et traitement d'images permet une indexation rapide du diagramme et le calcul de l'orientation cristallographique correspondante. Cette procédure est répétée point par point. Les avancées de ces dernières années notamment en termes de performance des caméras et de puissance informatique font qu'avec le système employé au laboratoire 400 points de mesures peuvent être identifiés par seconde. Ce système est installé sur un Jeol 6100, MEB conventionnel à filament de tungstène permettant la réalisation en standard de cartographies d'orientation avec un pas de mesure de l'ordre de 100 nm. Un second système a également été utilisé pour des applications à plus fort grossissement : il est installé sur un Jeol 7000F, MEB-FEG à émission de champ permettant de descendre à un pas de mesure de l'ordre de 20 nm, limite de ce qui peut se faire en EBSD. Le lecteur pourra se référer aux ouvrages notamment de V. Randle [126], [127].

8.4 Identification des systèmes de glissement activés

Comme présenté dans le paragraphe précédent, la déformation plastique à l'échelle de lamelles de phase α se fait par glissement planaire. L'identification du système de glissement activé permet de donner des indications sur le mode de déformation du matériau. Cette identification nécessite évidemment la détermination préalable de l'orientation cristallographique locale. L'approche utilisée s'appuie sur les étapes suivantes :

- se placer dans une zone déformée plastiquement, i.e. présentant des bandes de glissement
- à partir des données acquises en EBSD, déterminer l'orientation cristallographique de la zone déformée
- calculer la trace théorique à la surface de l'échantillon des plans de glissement potentiellement activés
- comparer les traces théoriques et la trace expérimentale pour identifier le système activé.

On s'intéresse ici uniquement aux systèmes de glissement activés dans la phase α de l'alliage. En effet le liseré de phase β est trop fin pour que les éventuelles bandes de glissement soient identifiables (cf. figure 2-21). Etudier les mécanismes de plasticité et notamment les systèmes de glissement activés au sein de la phase β nécessiterait de descendre à l'échelle des structures de dislocations et donc des analyses réalisées au microscope électronique en transmission. La finesse des liserés de phase β reste cependant un obstacle également pour ce type d'analyses.

Dans les lamelles de phase α , il est possible de déceler des bandes de glissement. L'identification du système de glissement est concentrée sur les systèmes évoqués dans la littérature. Il s'agit des systèmes activés sur les plans de base, prismatiques et pyramidaux tels que décrit au paragraphe 1.4.3 du chapitre précédent.

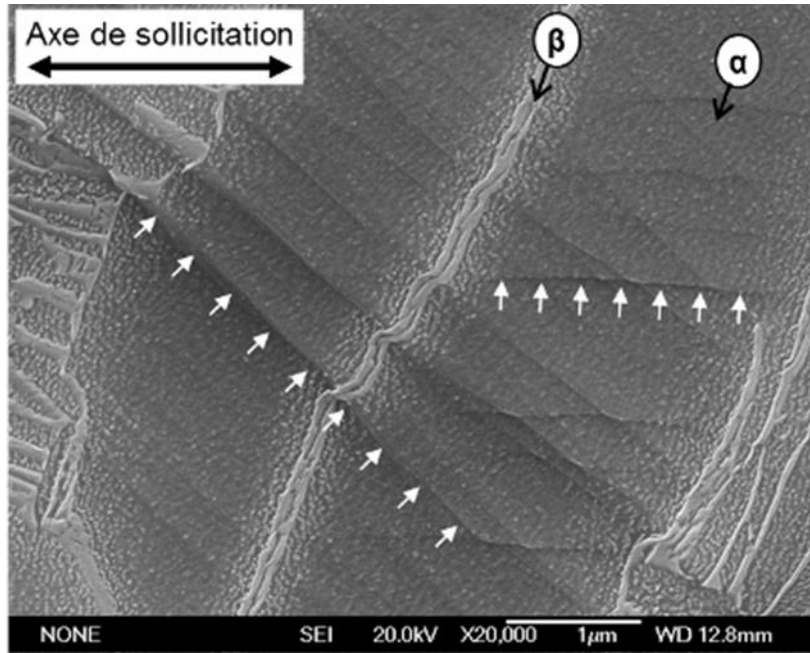


Figure 2-21 Bandes de glissement après 1 000 cycles dwell

La figure 2-21 illustre les bandes de glissement visibles dans la phase α uniquement, après 1 000 cycles dwell 1 - 120 - 1 secondes à une contrainte correspondante à la limite d'élasticité conventionnelle de 0,2 %. Le détail de cette éprouvette « A4 » à section carrée est donné au paragraphe 5 du chapitre suivant.

Un exemple d'identification de système de glissement activé est présenté ci-dessous. La figure 2-22 montre la cartographie EBSD d'une zone déformée plastiquement, i.e. comportant des bandes de glissement. On s'intéresse ici uniquement à la colonie de lamelles α indiquée sur la figure par le numéro 16. L'orientation cristallographique moyenne de cette colonie est donnée dans le tableau à droite de la cartographie.

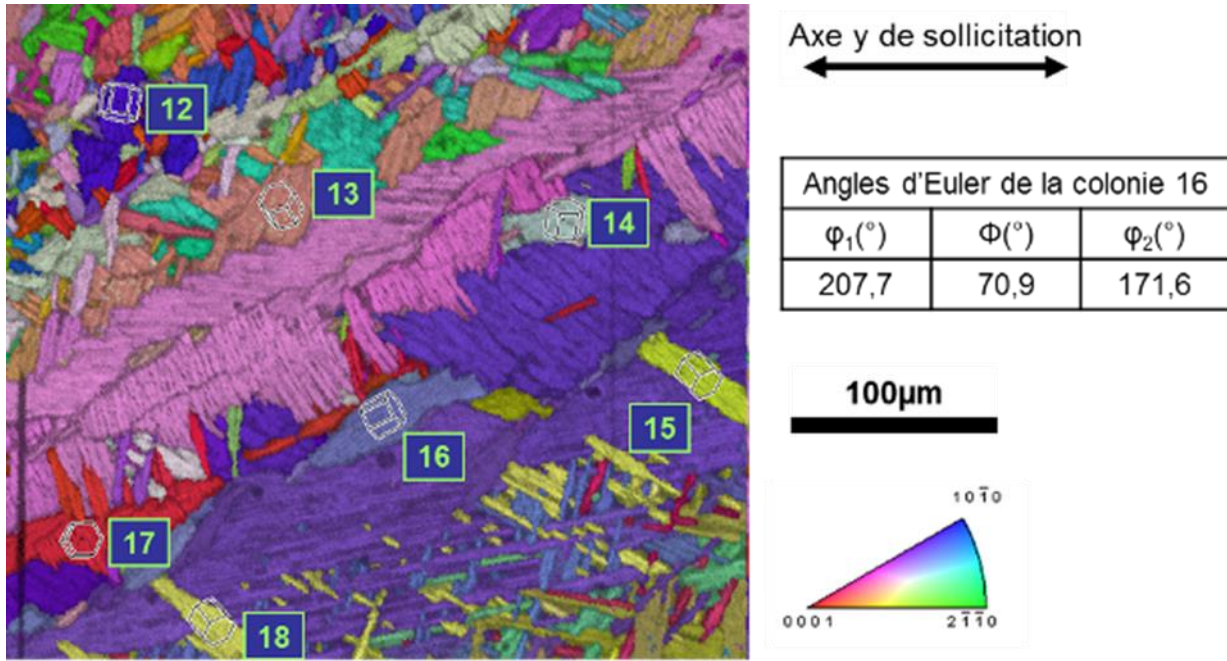


Figure 2-22 Cartographie IPF ND + IQ d'une zone contenant une plume.

Cette orientation cristallographique est exprimée par les trois angles d'Euler. Ils permettent de calculer les traces théoriques de chaque système de glissement possible, listées dans le tableau 2-2 ci-dessous.

<i>Basal</i>				<i>Prismatique 1^{ère} espèce</i>					
<i>angle/y</i>	$\mu_{BE}[1-2.0]$	$\mu_{BF}[2-1.0]$	$\mu_{BG}[11.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{EB}[1-2.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{FB}[2-1.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{GB}[11.0]$
62.3	0.08	0.35	0.43	144.9	0.05	86.6	0.15	166.8	0.10

<i>Pyramidal 1^{ère} espèce dans la direction <a></i>											
<i>angle/y</i>	$\mu_{OF}[1-2.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{RF}[1-2.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{PG}[2-1.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{SG}[2-1.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{TE}[11.0]$	<i>angle/y</i>	$\mu_{TE}[11.0]$
127.0	0.09	164.4	0.01	75.1	0.30	150.7	0.04	143.9	0.29	6.0	0.12

Tableau 2-2 Orientation des traces des plans de glissement et facteurs de Schmid associés

Pour chaque système de glissement, la colonne « angle/y » décrit l'orientation de la trace du plan de glissement à la surface par rapport à l'axe de traction y. La colonne « $\mu...$ » donne le facteur de Schmid μ associé à chaque système de glissement. Celui-ci, de signification purement géométrique, aide dans certains cas difficiles où plusieurs traces théoriques sont proches de la trace expérimentale. Dans ce cas, soit le point de mesure est exclu de l'analyse, soit lorsque les valeurs du facteur de Schmid sont toutes très faibles sauf une, le système de glissement est attribué à celui pour lequel le facteur de Schmid est maximal.

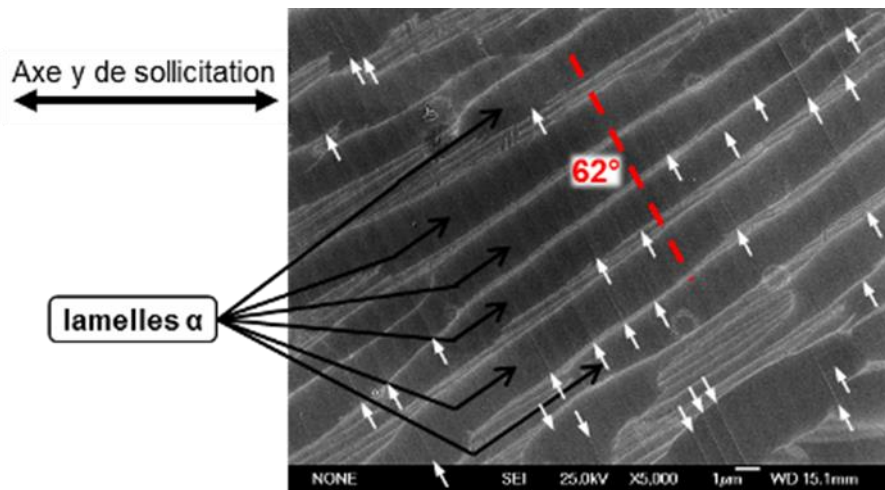


Figure 2-23 Images MEB (FEG) de bandes de glissement au sein de la colonie 16 après un essai de traction incrémentale (éprouvette 1D3, cf. §1 du chapitre 6)

Dans l'exemple proposé sur la figure 2-23, les lamelles au sein de la colonie 16 présentent des traces de glissement formant un angle de 62° par rapport à l'axe de traction horizontal. Chaque flèche blanche indique une bande de glissement.

La comparaison avec les traces théoriques listées dans le tableau 2-2, conduit naturellement au système basal BG[11.0]. Cependant, il n'est pas possible de déterminer expérimentalement la direction de glissement dans le plan de base, seule la trace du plan étant identifiable géométriquement. Compte tenu des valeurs du facteur de Schmid associé aux trois systèmes de glissement possible dans le plan de base, le système activé est BG[11.0].

Ce second chapitre a présenté le matériau étudié ainsi que les techniques expérimentales principales utilisées durant ce travail de thèse. Les résultats des essais mécaniques et les analyses des échantillons à différentes échelles sont détaillés dans les chapitres suivants.

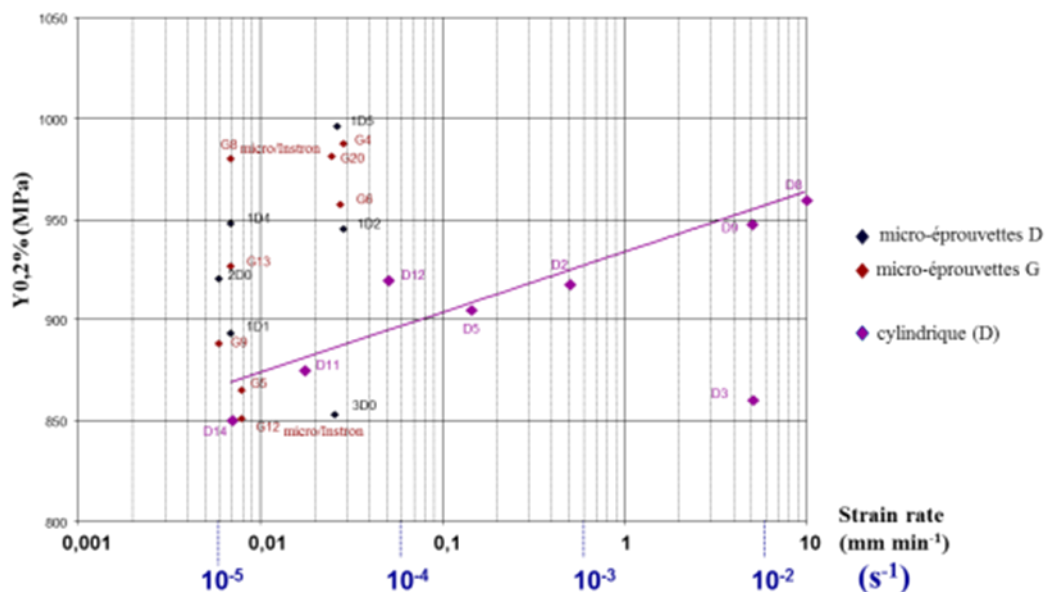
Chapitre 3

Observations à l'échelle macroscopique

Le 3^{ème} chapitre décrit les propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique. Ces analyses se basent sur des essais réalisés durant des campagnes d'essai par Snecma, durant une étude préliminaire au LMPM [122] et durant la présente thèse. Les propriétés en traction sont illustrées au point 1 alors que le point 2 s'intéresse plus particulièrement aux résultats obtenus en fatigue et en dwell. Les faciès de rupture obtenus sous chargement cyclique sont présentés et analysés au point 3. Des essais originaux permettant d'étudier l'influence de l'historique du chargement sont présentés au point 4. La dépendance du comportement cyclique de la microstructure sera illustrée au point 5.

1 Propriétés en traction monotone

Comme cela a déjà été indiqué, l'ensemble des essais, sauf contre-indication, concerne le lot de matière également utilisé durant l'étude préliminaire à la thèse [122]. Une série d'essais de traction monotone a tout d'abord été réalisée afin d'évaluer précisément les caractéristiques mécaniques de cette matière. Il s'agissait notamment de se focaliser sur la limite d'élasticité, valeur importante pour rationaliser ultérieurement la contrainte appliquée lors des essais cycliques. Ces essais ont également permis de quantifier la dispersion des propriétés mécaniques et la sensibilité à la vitesse de traction. La gamme de vitesse de déplacement explorée est de l'ordre de $8.10^{-3} \text{ mm.min}^{-1}$ à 10 mm.min^{-1} , ce qui correspond approximativement à $1,3.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à $1,6 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ de vitesse de déformation. La vitesse la plus élevée est représentative des essais de fatigue et dwell alors que la plus faible vitesse correspond à celle appliquée lors d'essais *in situ*. Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques de diamètre 4,3 mm identiques aux éprouvettes de fatigue. D'autres essais ont été réalisés sur des microéprouvettes de section rectangulaire $2 \times 1 \text{ mm}^2$.



Les résultats en termes de limite d'élasticité conventionnelle définie à 0,2 % de déformation plastique macroscopique sont présentés en figure 3-1. Les points roses correspondent aux éprouvettes cylindriques et montrent une augmentation « conventionnelle » de la limite d'élasticité d'environ 100 MPa pour une variation de vitesse de déformation d'un facteur 1000. Les effets de viscoplasticité à 20 °C du Ti6242 sont donc non négligeables.

Les points bleus et rouges correspondent aux essais sur microéprouvettes. Ces derniers montrent également une sensibilité à la vitesse de déformation. Cependant, la très grande dispersion des valeurs, de l'ordre de 150 MPa pour une même vitesse de sollicitation, ne permet pas de conclure avec certitude. Les microéprouvettes ont pourtant été prélevées côte à côte dans le disque. Pour les éprouvettes cylindriques, la limite d'élasticité ne diffère que de 30 MPa par rapport à la courbe moyenne (sauf pour une éprouvette D3 présentant un comportement anormal). De plus, les valeurs obtenues sur microéprouvettes sont en moyenne plus grandes que pour les éprouvettes cylindriques.

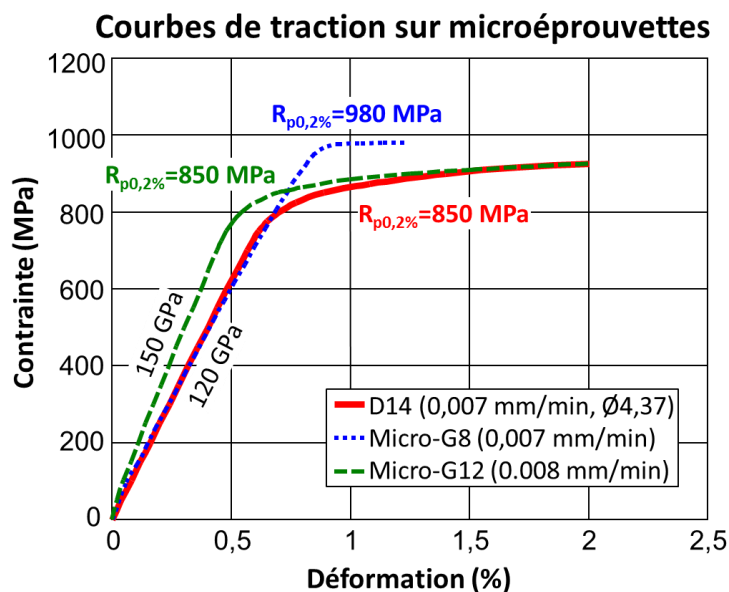


Figure 3-2 Courbes de traction de microéprouvettes et éprouvettes cylindriques [122]

Un autre exemple de la variation des propriétés mécaniques est donné en figure 3-2. La courbe rose est la courbe de traction de l'éprouvette cylindrique sollicitée à la même vitesse que les microéprouvettes et représente ainsi une courbe de référence et de comportement moyen. Il est alors possible d'observer une variation du comportement élastique et plastique des microéprouvettes par rapport à cette référence. La courbe verte correspond à une microéprouvette ayant la même limite d'élasticité mais un module d'Young de 150 GPa très différent des valeurs des éprouvettes cylindriques toutes comprises entre 111 et 123 GPa. A l'opposé, la courbe bleue correspond à une microéprouvette ayant un module d'Young moyen de 120 GPa mais une limite d'élasticité bien supérieure de 980 MPa. De plus, le comportement plastique diffère avec un écrouissage moins marqué. Il apparaît donc clairement qu'en réduisant le volume de matière testé, la dispersion de comportement mécanique augmente fortement. En fait, la section des microéprouvettes s'approche de

l'échelle caractéristique de la taille des ex-grains beta, des colonies de lamelles et des plumes, éléments microstructuraux ayant une texture cristallographique prononcée et un comportement suspecté fortement anisotrope.

Cette observation motive l'utilisation d'éprouvettes « massives » de grand diamètre afin d'obtenir les propriétés mécaniques moyennes du matériau. L'utilisation de microéprouvettes de faible section permet quant à elle de se focaliser sur les processus de déformation associés à des éléments microstructuraux particuliers et d'en évaluer les effets sur la réponse mécanique macroscopique. De telles microéprouvettes doivent alors être instrumentées de jauge de déformation afin de suivre en temps réel la déformation vraie de la partie utile lors d'essais *in situ*.

2 Essais conventionnels de fatigue et de type dwell

Des essais de fatigue et de dwell ont été réalisés à 20 °C selon les procédures décrites dans le chapitre précédent.

2.1 Quantification de l'abatement de durée de vie en dwell

L'effet dwell étant depuis longtemps identifié, un grand nombre d'essais ont été réalisés en interne chez Snecma pour en préciser les contours. La base de données établie par Snecma et le LMPM, voir figure 3-3, réunit ainsi des essais réalisés sur divers lots de matière en faisant varier la zone de prélèvement, le sens de prélèvement, les paramètres d'essais, etc. L'ensemble de ces variables ayant une influence sur l'effet dwell, il est très difficile d'analyser l'intégralité de la base de données d'un seul tenant.

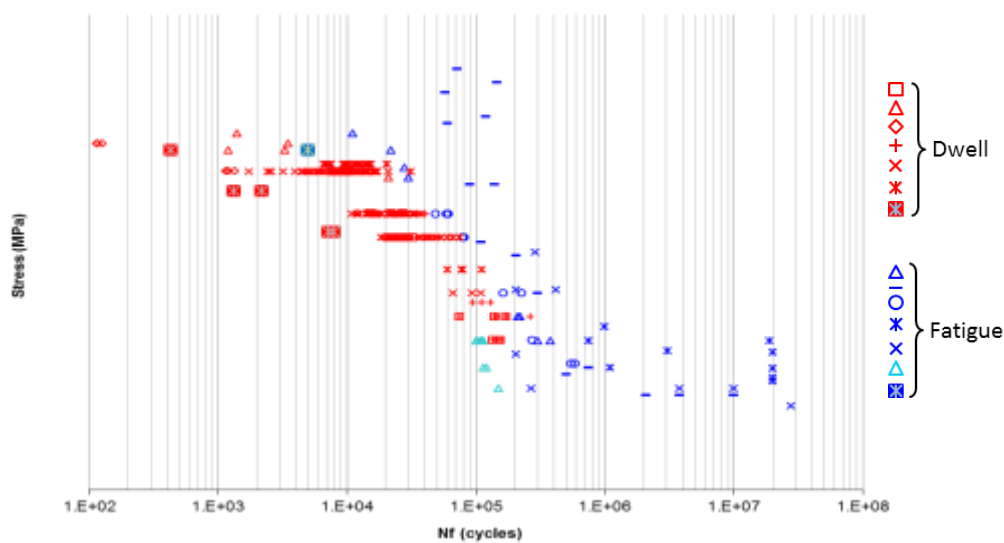


Figure 3-3 Base de données en fatigue (bleu) et dwell (rouge) établie par Snecma et le LMPM

Pour cette raison, la présente étude se limite à des éprouvettes issues de la toile du disque forgé et à des essais réalisés à température ambiante, à rapport de charge $R = 0$, avec des cycles dwell trapézoïdaux de 1 - 120 - 1 s. Les résultats en termes de durée de vie en fatigue et en dwell sont présentés en figure 3-4 ci-dessous. La contrainte a été normalisée par la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 %.

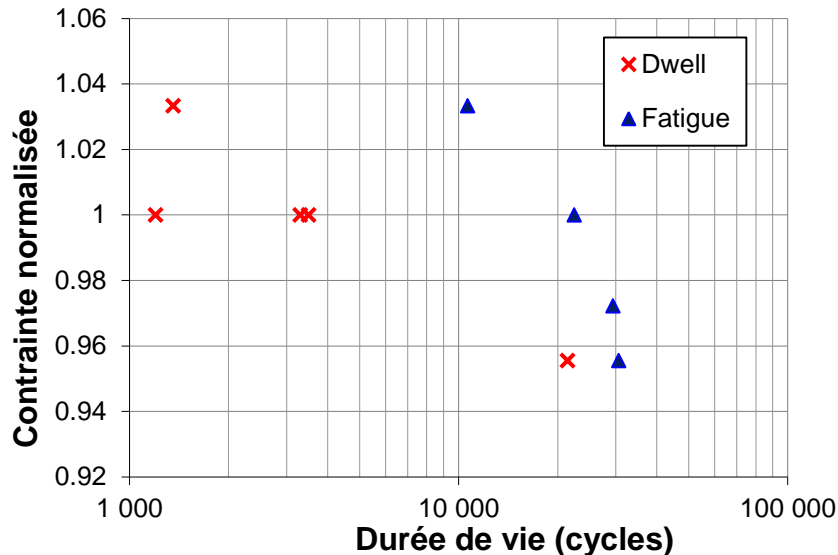


Figure 3-4 Durées de vie en fatigue et en dwell pour le Ti6242 [122]

Dans ces conditions d'essai, il est possible d'observer un effet dwell marqué. En effet, l'introduction d'un temps de maintien à contrainte maximale durant l'essai cyclique réduit significativement la durée de vie obtenue en fatigue « pure ». Cet abattement va d'un facteur 1,4 à faible contrainte à un facteur d'environ 10 à forte contrainte avoisinant la limite d'élasticité. Le nombre limité d'essais réalisés ne permet pas d'établir une évolution précise du facteur d'abattement de durée de vie, ceci d'autant plus que les résultats présentent une dispersion importante comme le montre les durées de vie obtenues à contrainte égale à la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 %, i.e. une contrainte normalisée de 1.

Les tendances observées durant ces essais sont cependant en accord avec la littérature et la base complète de données établie par Snecma. La figure 3-5 suivante propose un extrait de cette base de données.

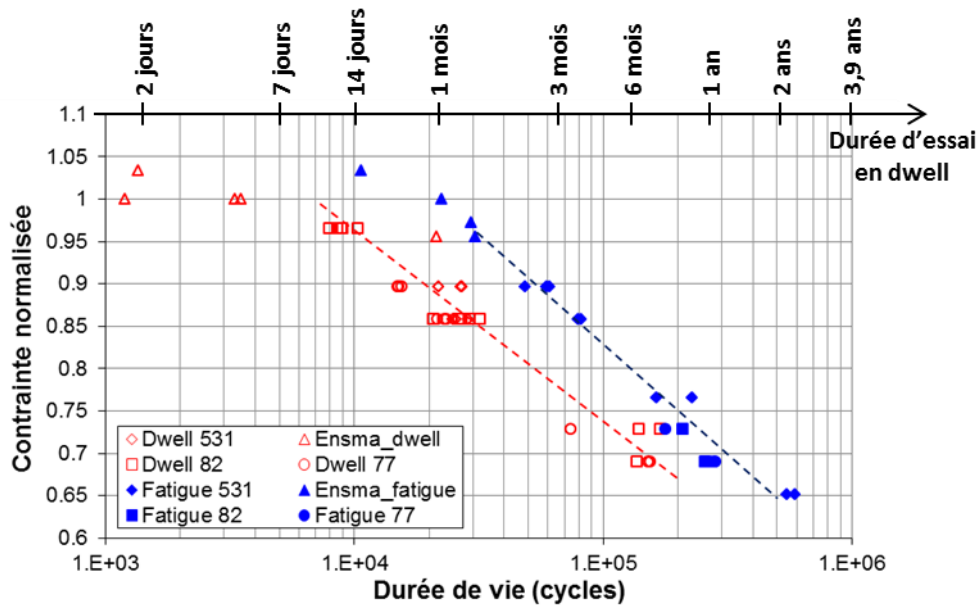


Figure 3-5 Durées de vie en fatigue et dwell obtenues dans les mêmes conditions que le présent travail de thèse pour différents disques Snecma

Les points bleus sur cette figure correspondent aux essais de fatigue réalisés sur trois disques Snecma différents. Les points rouges correspondent aux durées de vie en dwell et les points triangulaires aux données obtenues au sein du LMPM - ENSMA. Les résultats de fatigue obtenus sur le matériau de la thèse sont « alignés » sur ceux de Snecma. Les durées de vie en dwell semblent par contre légèrement décalées vers les durées de vie inférieures. L'effet dwell observé est donc plus important. Il faut cependant noter que ces essais ont été réalisés à une contrainte plus élevée pour exagérer le phénomène et limiter les temps d'essais. En effet, la deuxième échelle d'abscisse permet d'illustrer la durée des essais en conditions dwell. Certains essais très longs ont duré plusieurs mois. Par ailleurs, les éprouvettes « Ensmat » ont une surface polie miroir alors que les éprouvettes « Snecma » sont grenillées.

En résumé, l'effet dwell est bien observé sur le lot de matière fourni et dans les conditions d'essais attendues.

L'instrumentation des éprouvettes via un extensomètre permet le suivi de la déformation au cours de l'essai. Il apparaît ainsi des différences de comportement entre les essais. La figure 3-6 ci-dessous montre l'évolution classique constatée entre essais de fatigue et dwell réalisés à même niveau de contrainte.

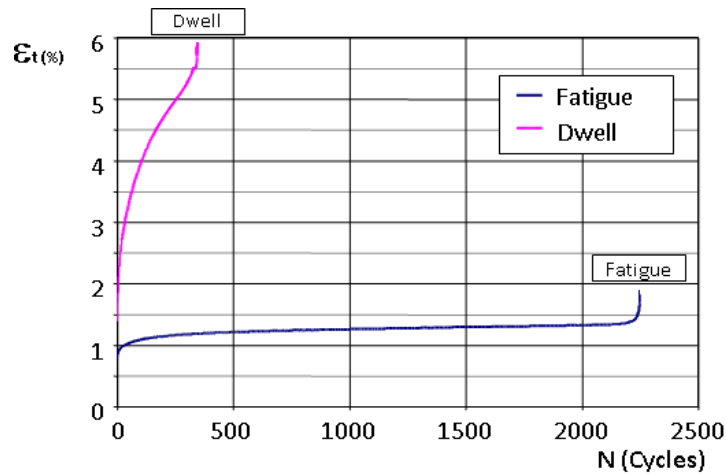


Figure 3-6 Suivi de la déformation totale pour deux éprouvettes cyclées en fatigue et en dwell à un niveau de chargement $\sigma_{max} = \sigma_{e0,2\%}$ [122]

En fatigue, à une contrainte maximale égale à la limite d'élasticité, l'évolution de la déformation totale maximale au cours de chaque cycle ressemble fortement à une courbe de suivi de la déformation de fluage. La courbe comporte un premier stade d'augmentation rapide de la déformation, ici jusqu'à 1 %. Après environ 2 000 cycles, la déformation entre dans un stade d'évolution linéaire en fonction du nombre de cycles. Dans le cas présenté la valeur de la déformation se stabilise et n'évolue plus jusqu'à ce que les processus de rupture finale se mettent en place. Le troisième stade consiste en une augmentation rapide de la vitesse de déformation jusqu'à rupture. L'évolution de la déformation durant l'essai dwell comporte les mêmes stades. Cependant, les valeurs sont plus élevées. La déformation en dwell atteint près de 4,5 % en « stade I » après environ 1 500 cycles. Dans le deuxième stade la déformation augmente continûment jusqu'à environ 5,5 %. Des observations similaires peuvent être faites à différents niveaux de contrainte comme le montre la figure 3-7.

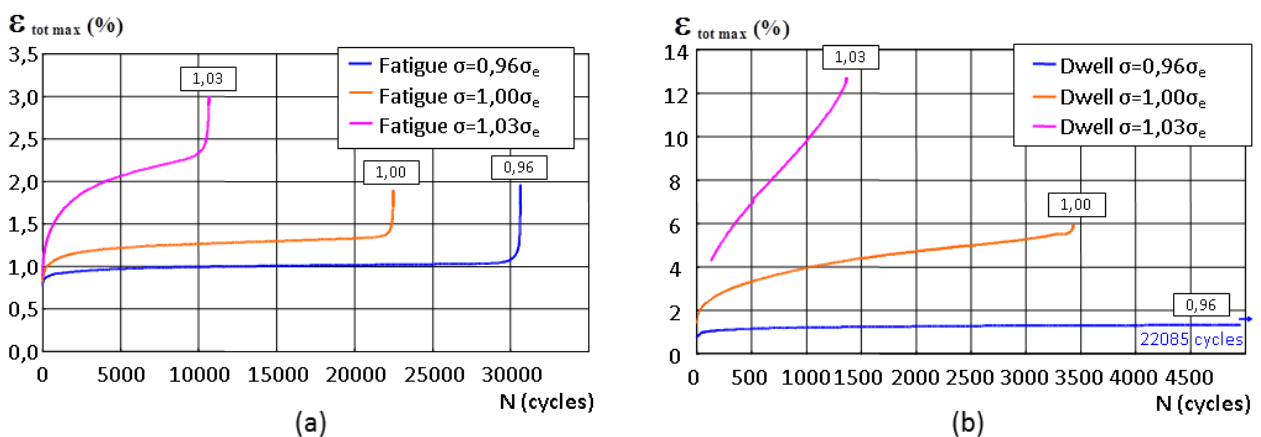


Figure 3-7 Suivi de la déformation à trois niveaux de chargement différents : (a) en fatigue ; (b) en dwell [122]

Pour les essais de fatigue comme pour les essais dwell, plus le niveau de chargement est élevé, plus la durée de vie est courte, plus la déformation au cours de l'essai augmente rapidement et atteint une valeur finale élevée. Cependant, pour des niveaux de contrainte faible, la déformation durant le « stade II » en fatigue n'évolue quasiment pas alors qu'il augmente continûment en dwell. Uniquement à forte contrainte, le « stade II » en fatigue dévoile une augmentation significative. De plus, la déformation atteinte durant chaque stade est systématiquement supérieure en dwell.

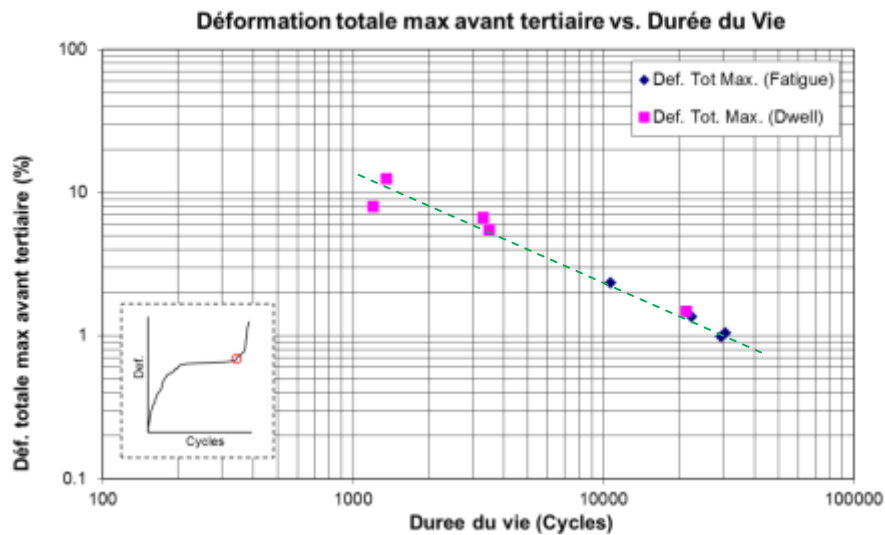


Figure 3-8 Déformation totale maximale avant le « stade tertiaire » en fatigue et en dwell pour le Ti6242 [122]

Pour tenir compte uniquement de la déformation due au comportement du matériau et exclure de l'analyse la propagation rapide de grandes fissures en « stade III », la figure 3-8 présente la déformation à la fin du « stade II » en fonction de la durée de vie de l'éprouvette. Il apparaît ici clairement que la durée de vie est d'autant plus grande que la déformation totale à la fin de l'essai est petite, ceci en fatigue mais aussi en dwell. Par ailleurs, les essais de fatigue et de dwell semblent suivre la même relation entre déformation et durée de vie. La différence essentielle entre dwell et fatigue consisterait donc uniquement en une plus grande déformation atteinte lors d'un chargement dwell.

2.2 Equivalence temps-contrainte

Trois essais dwell supplémentaires ont été réalisés pour des temps de maintien plus courts (40, 20 et 10 s). En effet, bien que plus « courts » en nombre de cycles, les essais dwell sont considérablement plus longs à réaliser que les essais de fatigue. Réduire le temps de palier peut permettre la réalisation d'un plus grand nombre d'essais durant le temps de l'étude.

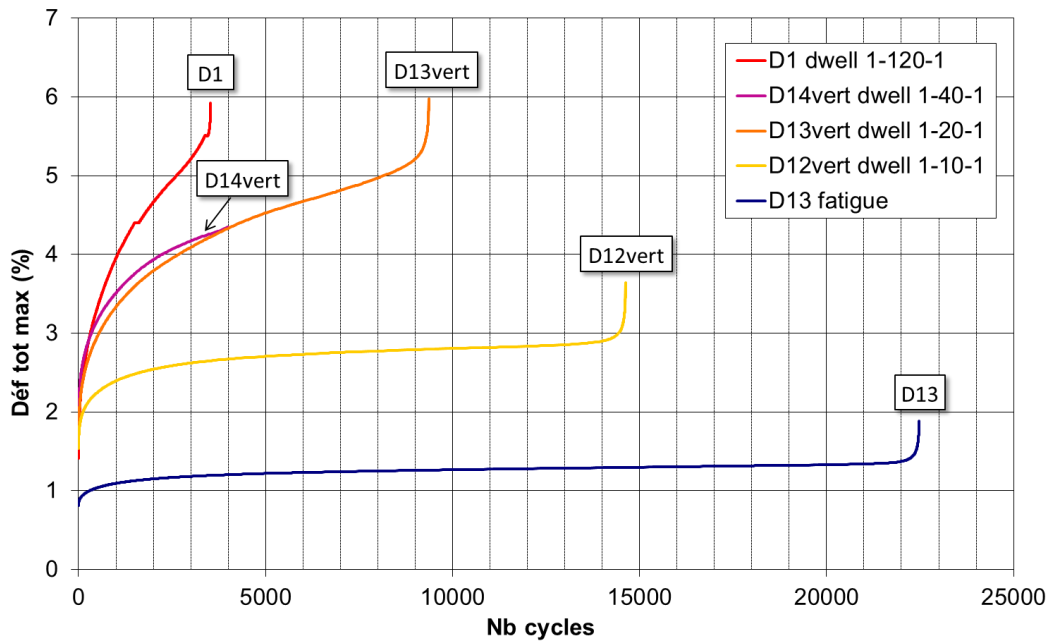


Figure 3-9 Courbes de suivi de la déformation totale, influence du temps de maintien

La figure 3-9 montre l'évolution de la déformation totale maximale au cours des essais dwell réalisés avec un temps de maintien de 40, 20 et 10 secondes. A titre de référence, les suivis des essais de fatigue et de dwell avec un temps de maintien de 120 secondes sont également tracés. L'ensemble des essais a été réalisé à une contrainte maximale égale à la limite d'élasticité. Toutes les courbes ont des évolutions classiques comme décrites dans le paragraphe précédent, mis à part l'éprouvette sollicitée avec un temps de maintien de 40 secondes. Pour cet essai le stade final correspond à une rupture extrêmement rapide sans propagation de fissure. L'observation du faciès de rupture révèle une très grande facette quasiment traversante qui est à associer à la durée de vie particulièrement faible. Cependant, en termes de comportement, le début de l'essai est tout à fait classique et cohérent avec les autres courbes.

Il apparaît ainsi qu'une augmentation du temps de maintien durant les essais dwell conduit à une déformation initiale durant le « stade I » plus grande, une plus grande vitesse de déformation durant le « stade II » ainsi qu'à une plus grande déformation avant le « stade tertiaire ». En ce sens, une augmentation du temps de maintien a le même effet qu'une augmentation de la contrainte maximale appliquée pendant l'essai dwell.

Par ailleurs, la durée de vie diminue avec l'augmentation du temps de maintien. L'ampleur de l'effet dwell est montrée ci-dessous en prenant la durée de vie en fatigue pure comme référence (100 %) (figure 3-10).

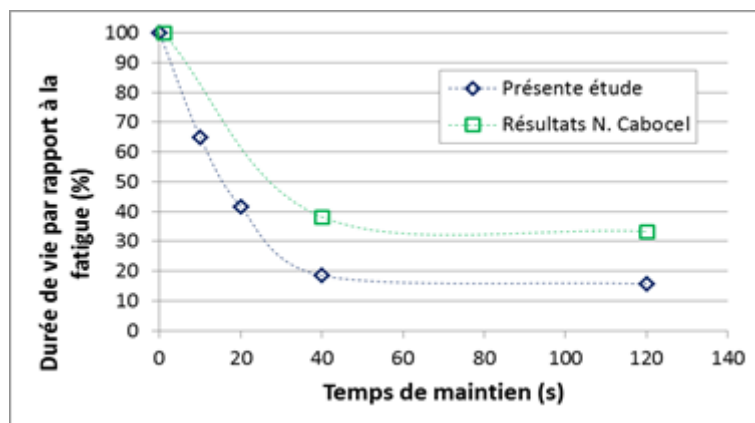


Figure 3-10 Effet de temps de maintien sur l'abatement de durée de vie en dwell

Tout temps de maintien induit une réduction de durée de vie importante. L'effet semble augmenter jusqu'à un temps de maintien de 40 secondes puis se stabilise. Ce résultat est en accord avec la littérature et notamment des essais réalisés précédemment par Snecma sur le même alliage (étude réalisée par N. Cabocel [103]). Dans ce cas, seule l'amplitude du phénomène diffère un peu. Il faut néanmoins noter la différence sur le plan expérimental. Les essais de N. Cabocel ont été réalisés à une contrainte de 868 MPa, i.e. 126 ksi sur éprouvettes grenillées et prélevées ailleurs dans le disque. De plus le chargement de référence de fatigue est sinusoïdal de fréquence 1 Hz. L'ensemble des différences expérimentales est listé dans le tableau 3-1.

	<i>Présente étude</i>	<i>Résultats de N. Cabocel</i>
<i>Température d'essai</i>	20 °C	
<i>Temps de montée et de descente en dwell</i>	1 seconde	
<i>Rapport de charge</i>	$R = 0$	
<i>Contrainte maximale</i>	900 MPa	868 MPa, i.e. 126 ksi
<i>Signal en fatigue</i>	Triangulaire	Sinusoïdal
<i>Zone de prélèvement</i>	Toile	Haut de toile et alésage
<i>Etat de surface des éprouvettes</i>	Poli miroir	Grenillé

Tableau 3-1 Paramètres d'essais de N. Cabocel

De plus N. Cabocel remarque que la durée de vie en fatigue et en dwell est environ 30 % plus grande pour des éprouvettes prélevées dans l'alésage comparativement à celle prélevées dans le haut de toile. Cependant, l'abatement de durée de vie est le même dans les deux cas. Par ailleurs, le grenillage réduit légèrement cet abatement et la dispersion des résultats en retardant probablement l'amorçage de fissure en surface ou la propagation de la fissure jusqu'à la surface.

2.3 Dispersion des résultats

Les essais réalisés dans le cadre de cette étude l'ont été à partir d'un état poli miroir ce qui favorise la dispersion associée aux effets microstructuraux. Pour un niveau de chargement équivalent à la limite

d'élasticité conventionnelle, la durée de vie varie fortement, de 3 500 cycles à 1 200 cycles (cf. figure 3-4). Les deux essais seront respectivement notés « point haut » et « point bas ». La différence de comportement cyclique entre ces deux éprouvettes apparait tout au long de l'essai et est déjà très nette dès les premiers cycles comme le montre la figure 3-11.

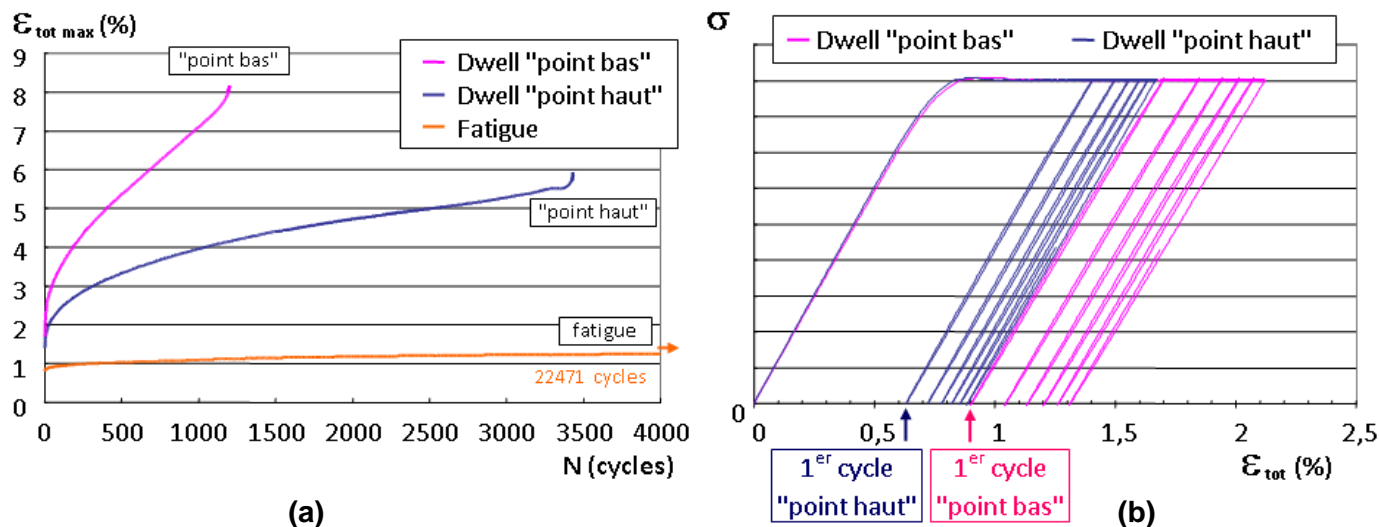


Figure 3-11 Suivi de la déformation pour deux éprouvettes particulières : (a) durant tout l'essai ; (b) durant les cinq premiers cycles [122]

Pour comparaison, la courbe de fatigue à la même contrainte est tracée jusqu'à 4 000 cycles. Il apparaît clairement que la durée de vie inférieure en dwell du « point bas » s'accompagne d'une déformation atteignant plus rapidement des valeurs plus grandes. Ceci est également vrai dès les premiers cycles. La figure 3-11 (b) se focalise sur les cinq premières boucles de déformation. Alors que la phase de chargement est identique entre les deux éprouvettes, la déformation permanente accumulée durant le premier temps de maintien à charge maximale est significativement différente. Après le premier cycle dwell, le « point haut » atteint une déformation plastique de 0,64 %. Le « point bas » atteint 0,90 %, soit une déformation environ 40 % plus grande. Durant les quatre cycles suivant, l'incrément de déformation à chaque cycle est systématiquement plus grand pour le « point bas » expliquant la plus grande vitesse de déformation.

Il est intéressant de noter que cette différence de comportement n'est pas détectable dans la phase de chargement des cycles dwell (première seconde de chaque cycle trapézoïdal) mais qu'elle résulte uniquement de ce qui se développe lors du maintien en charge. Un simple essai de traction monotone n'aurait donc pas suffi à différencier ces comportements.

3 Observation des faciès de rupture

Des observations détaillées des faciès de rupture ont été réalisées sur des éprouvettes sollicitées en fatigue et en dwell.

3.1 Identification du site d'amorçage

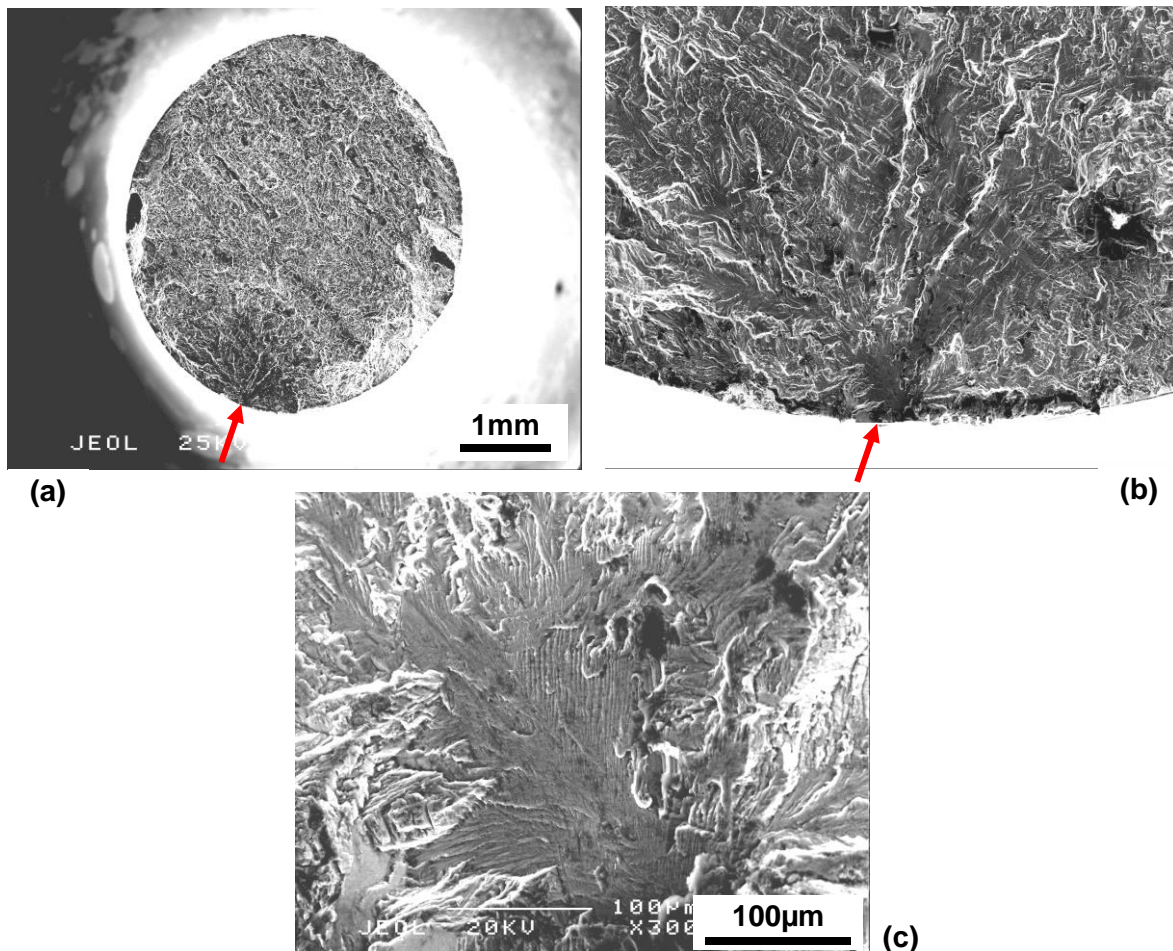


Figure 3-12 Faciès de rupture en fatigue « pure » sous $\sigma_{max} = \sigma_{e0,2\%}$ [122]

La figure 3-12 présente l'aspect typique d'un faciès de rupture en fatigue. Le site d'amorçage de la fissure fatale se trouve toujours proche de la surface de l'éprouvette. Un seul site d'amorçage est à l'origine de la fissure fatale. Celui-ci présente systématiquement une grande facette, de taille souvent millimétrique, caractérisée par plusieurs alignements étendus de lamelles formant une « plume ».

En dehors de ce site, le faciès est de caractère très « ductile ». Il présente également un certain nombre de facettes de quasi-clivage mais en nombre limité et de fraction surfacique faible, difficilement quantifiable. Par ailleurs, des stries de propagation montrent une progression classique de la fissure cycle par cycle (cf. figure 3-13).

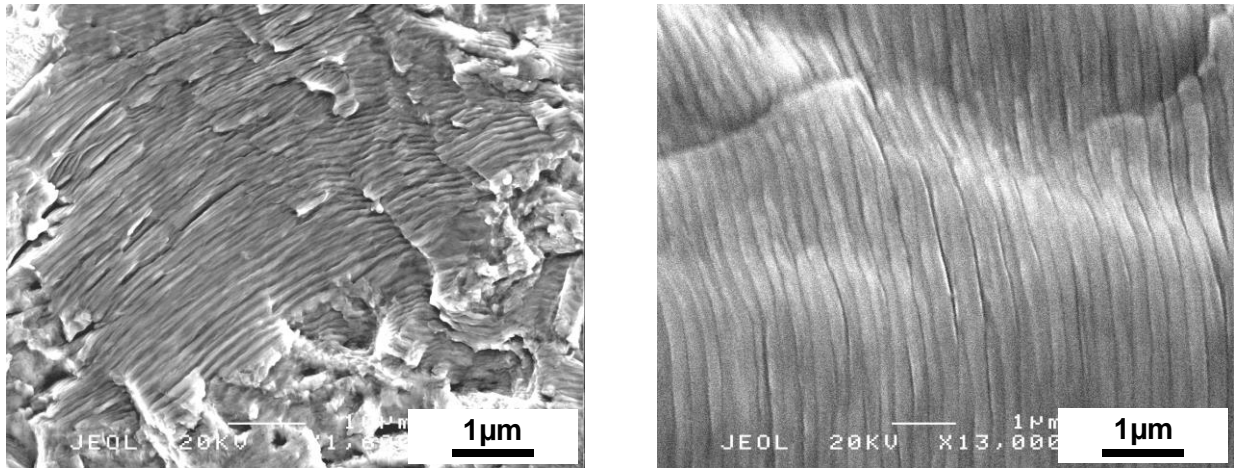


Figure 3-13 Stries de propagation sur un faciès de rupture en fatigue [122]

Des remarques identiques peuvent être faites pour les faciès de rupture en dwell comme en témoigne la figure 3-14.

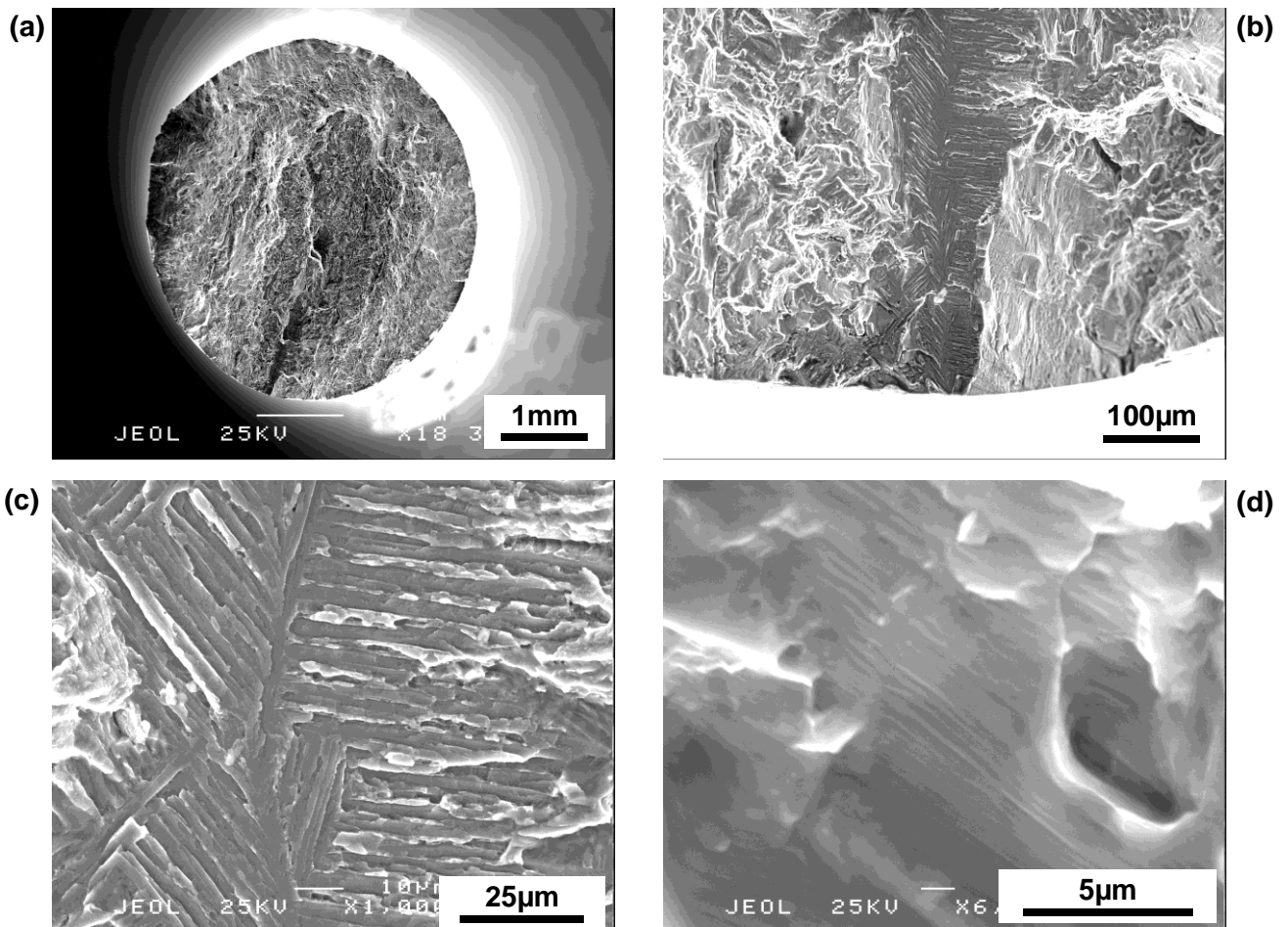


Figure 3-14 Faciès de rupture en dwell sous $\sigma_{max} = \sigma_{e0,2\%}$ [122]

Le site d'amorçage est à nouveau subsurfacique et caractérisé par une très grande facette. Cette facette est généralement plus allongée et plus marquée que dans le cas de la fatigue. La microstructure

sous-jacente est de type plume (cf. figure 3-14 (c)). En dehors du site d'amorçage, des stries de propagation peuvent être observées dans des zones inclinées par rapport à la direction de sollicitation.

Il n'apparaît donc aucune différence majeure entre fatigue « pure » et dwell sur les faciès de rupture. Les deux modes de sollicitations conduisent à un site d'amorçage de type plume. Afin de caractériser plus en détail ces facettes de quasi-clivage à l'origine de la fissure fatale, des analyses quantitatives ont été réalisées. Il s'agit en particulier de déterminer l'orientation spatiale et l'orientation cristallographique de la facette par rapport à la direction de sollicitation. Ce travail a été réalisé sur une éprouvette de durée de vie particulièrement faible afin de caractériser une plume particulièrement défavorable.

3.2 Faciès de rupture particulier

Dans la base d'essais réalisés par Snecma, une éprouvette particulière a été repérée (n° CDF 3X). Il s'agit d'un échantillon rompu après une durée de vie très courte (5 667 cycles contre 7 200 cycles attendus au minimum) avec présence d'une plume particulièrement grande sur le faciès de rupture. Cette microstructure a été choisie en priorité puisqu'elle correspond potentiellement à ce qui est le plus nocif.

L'examen du faciès a révélé un amorçage sur une facette d'environ 1,8 x 0,5 mm², clairement visible à l'œil-nu et perpendiculaire à la direction de sollicitation (voir zone entourée en blanc sur la figure 3-15).

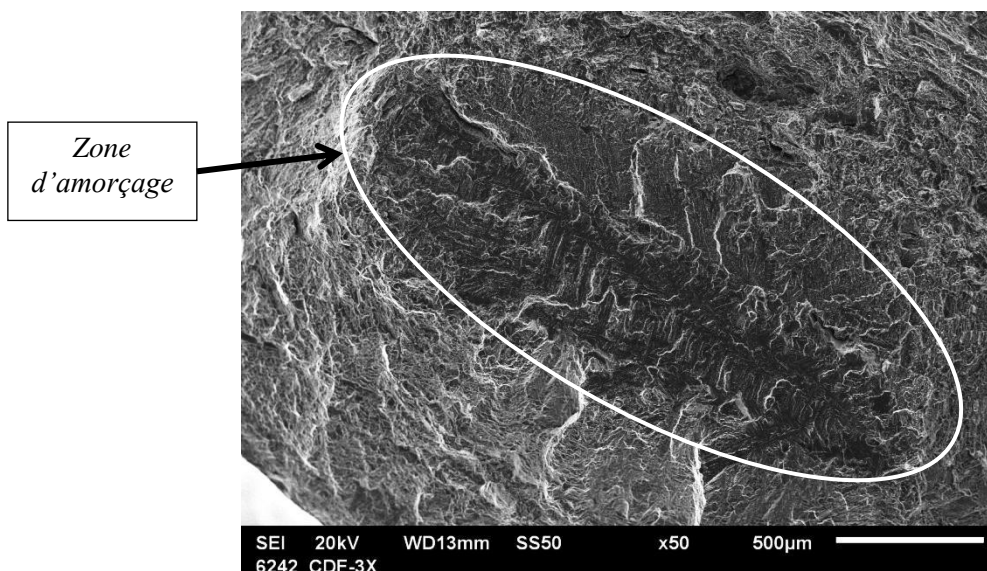


Figure 3-15 Facette de quasi-clivage de l'éprouvette CDF 3X

3.2.1 Résultats de l'essai dwell

L'éprouvette CDF 3X fait partie d'une campagne d'essais réalisée par Snecma en différentes zones d'un disque. Les éprouvettes CDF 3X et CDF 3Y ont été prélevées dans l'alésage du disque. Les paramètres importants de l'essai dwell pour ces deux éprouvettes sont listés dans le tableau 3-2 ci-dessous.

<i>Température d'essai :</i>	<i>23 °C</i>
<i>Type de cycle :</i>	<i>trapézoïdal 1 - 120 - 1 secondes</i>
<i>Rapport de charge :</i>	<i>R = 0</i>
<i>Contrainte max :</i>	<i>$\sigma_{max} = 0,966 \cdot \sigma_{e0,2\%}$</i>
<i>Etat de surface</i>	<i>grenailé</i>
<i>3X : Durée de vie :</i>	<i>5 667 cycles</i>
<i>3Y : Durée de vie :</i>	<i>9 797 cycles</i>

Tableau 3-2 Paramètres d'essai dwell pour les éprouvettes 3X et 3Y

La figure 3-16 montre l'évolution de la déformation totale maximale et minimale au cours de l'essai pour les deux éprouvettes 3X et 3Y. L'éprouvette 3Y a une durée de vie « standard » dans ces conditions de test dwell et sert ici de référence. La courbe de suivi de la déformation est en effet classique et montre toutes les caractéristiques citées au paragraphe 2.1. L'éprouvette 3X montre également une évolution classique en début et milieu d'essai. La déformation atteinte durant le premier stade est légèrement inférieure à celle de l'éprouvette 3Y. La vitesse de déformation durant le « stade II » est la même pour les deux éprouvettes. Si la déformation était effectivement le paramètre essentiel contrôlant la durée de vie comme présenté au paragraphe 2.1, l'éprouvette 3X aurait dû avoir une durée de vie standard et même légèrement supérieure. Ici, la très grande plume observée sur le faciès de rupture a clairement un effet néfaste sur la résistance en dwell, surtout durant les derniers instants de l'essai. En effet, avant d'atteindre les conditions favorisant la rupture de l'éprouvette, le comportement et le début de l'endommagement réparti sont peu influencés par la plume. Soit parce que cet élément microstructural particulier est de faible volume par rapport à la partie utile de l'éprouvette, soit parce que son comportement mécanique est semblable à celui de la matière qui l'entoure. Dans cet exemple, la plume ne semble devenir « active » qu'à la fin de l'essai. La plume participe à la déformation globale de l'éprouvette. Lorsqu'elle se rompt par quasi-clivage, la perte de section portante, correspondant à une augmentation de la contrainte d'environ 50MPa, mène à la rupture rapide de l'éprouvette par cisaillement sur un plan incliné à environ 45° par rapport à la direction de sollicitation (cf. figure 3-17).

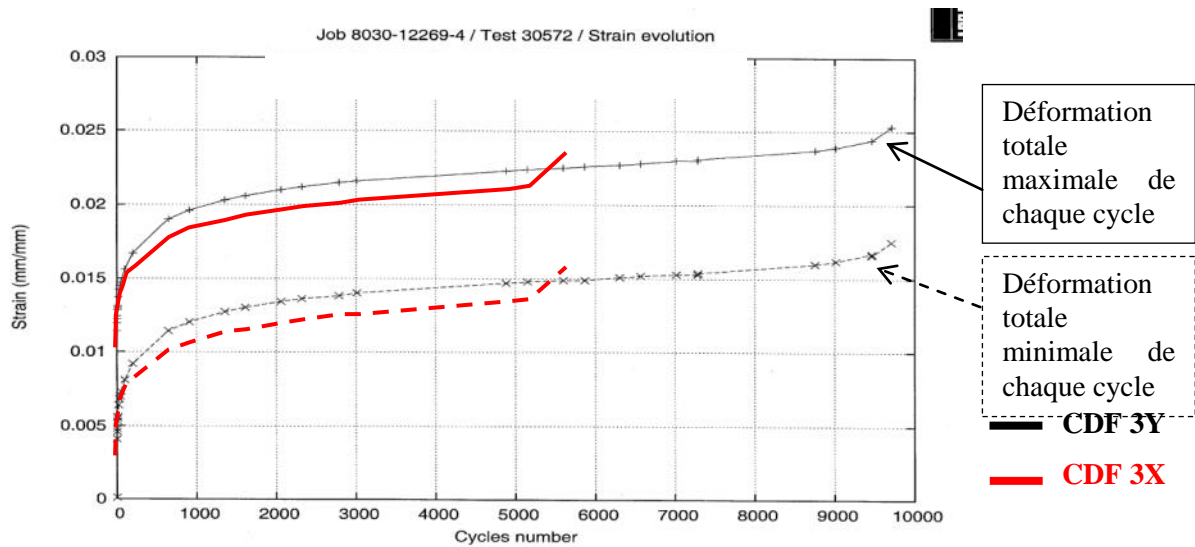


Figure 3-16 Evolution de la déformation totale durant l'essai dwell

3.2.2 Expertise du faciès de rupture avec amorçage sur « plume »

L'analyse de cette éprouvette par des moyens optiques et cristallographiques nécessite une préparation particulière décrite dans le paragraphe suivant. Une seule moitié de l'éprouvette 3X a été utilisée. Cette demi-éprouvette nommée 3Xa a subi plusieurs étapes de préparation pour les différentes analyses. L'autre moitié, nommée 3Xb, a été conservée pour d'éventuelles analyses complémentaires.

Polissage d'une facette :

La demi-éprouvette 3Xa présentait une grande facette inclinée à environ 45° prenant naissance à côté de la plume à analyser. De manière à faciliter les analyses microstructurales, cette facette a été retirée par un polissage manuel réalisé pas à pas.

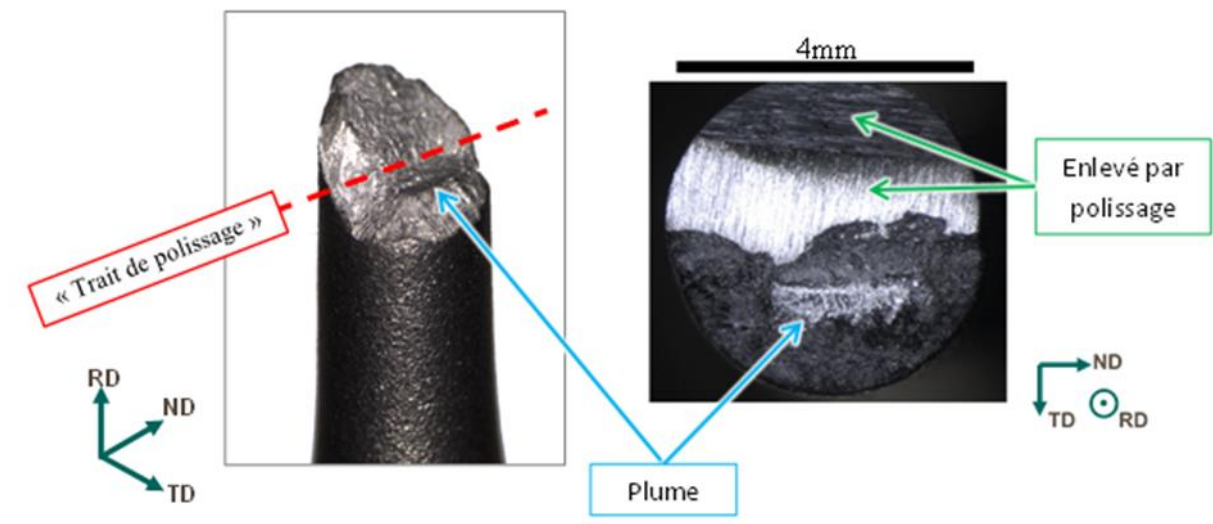


Figure 3-17 Demi-éprouvette 3Xa : Vue latérale et frontale respectivement avant et après polissage

La figure précédente montre la demi-éprouvette 3Xa avant et après polissage. Les images obtenues avec une loupe binoculaire mettent clairement en évidence la facette de quasi-clivage. Le repère (RD, TD, ND) associé à l'éprouvette est le même sur toutes les figures et permet une interprétation plus facile des données d'orientation cristallographique. La direction RD représente la direction de sollicitation durant l'essai dwell. Les directions ND et TD ont été choisies pour correspondre respectivement aux axes long et transverse de la plume.

Coupe longitudinale :

Afin de compléter les observations directement réalisées à partir du faciès, l'éprouvette 3Xa a été coupée en deux échantillons dans le sens longitudinal comme le montre la figure 3-18.

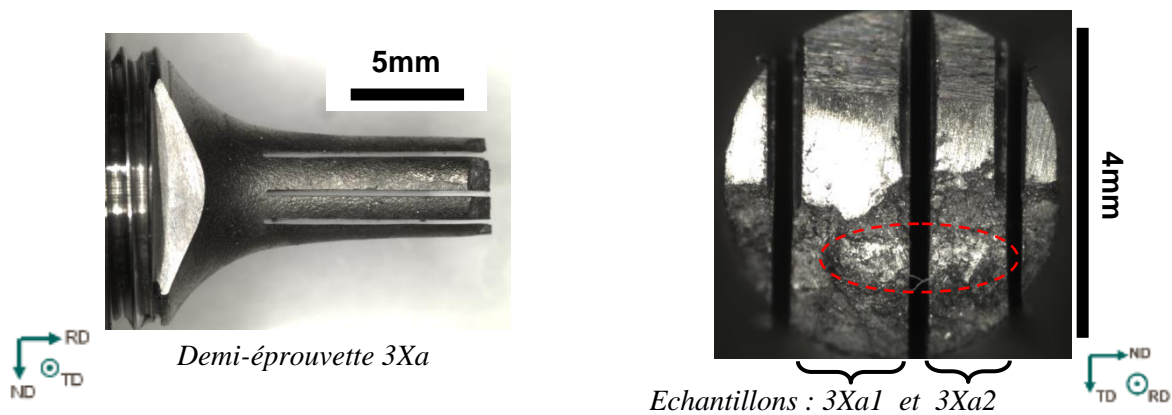


Figure 3-18 Demi-éprouvette 3Xa : Vue latérale et frontale après coupe longitudinale

Le premier trait de coupe passe par le milieu de la plume à environ 90° de l'axe long de la plume. Les deux autres traits permettent d'obtenir une face parallèle à la face d'observation, condition nécessaire pour les mesures EBSD. Les coupes sont réalisées à l'aide d'une scie à fil diamanté ce qui permet de limiter l'écroûissage et d'obtenir aisément des échantillons fins à faces parallèles. . L'épaisseur « perdue » par le trait de coupe est de l'ordre de 240 µm.

Polissage fin pour conserver l'arrête :

Pour terminer, l'échantillon 3Xa1 subit un polissage manuel mécanique aux papiers SiC 1 000, 2 400 et 4 000 puis un polissage manuel à la Silice Colloïdal (OP-S) pendant 35 min. Cette dernière étape est un polissage mécano-chimique assurant un état de surface poli miroir, plan et un écroûissage minimal. Toutes ces opérations sont réalisées à l'aide d'un support de polissage qui réduit le biseautage de l'échantillon et en particulier de la zone de transition entre la face polie et le faciès de rupture (cf. figure 3-19). L'effet d'« arrondi » est inférieur à la taille des lamelles ce qui aide pour établir la correspondance des lamelles entre les deux surfaces d'analyse.

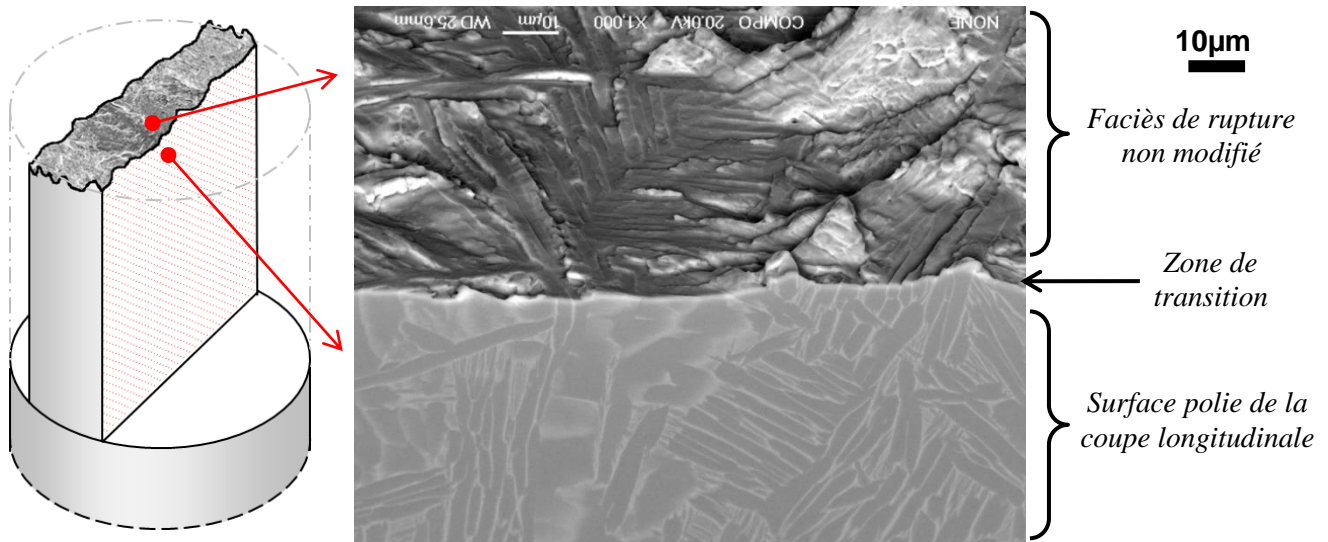


Figure 3-19 Zone de transition après polissage entre faciès et coupe longitudinale

Les analyses réalisées sur cette coupe longitudinale sont présentées au paragraphe 3.2.6.

3.2.3 Analyse MEB du faciès de rupture

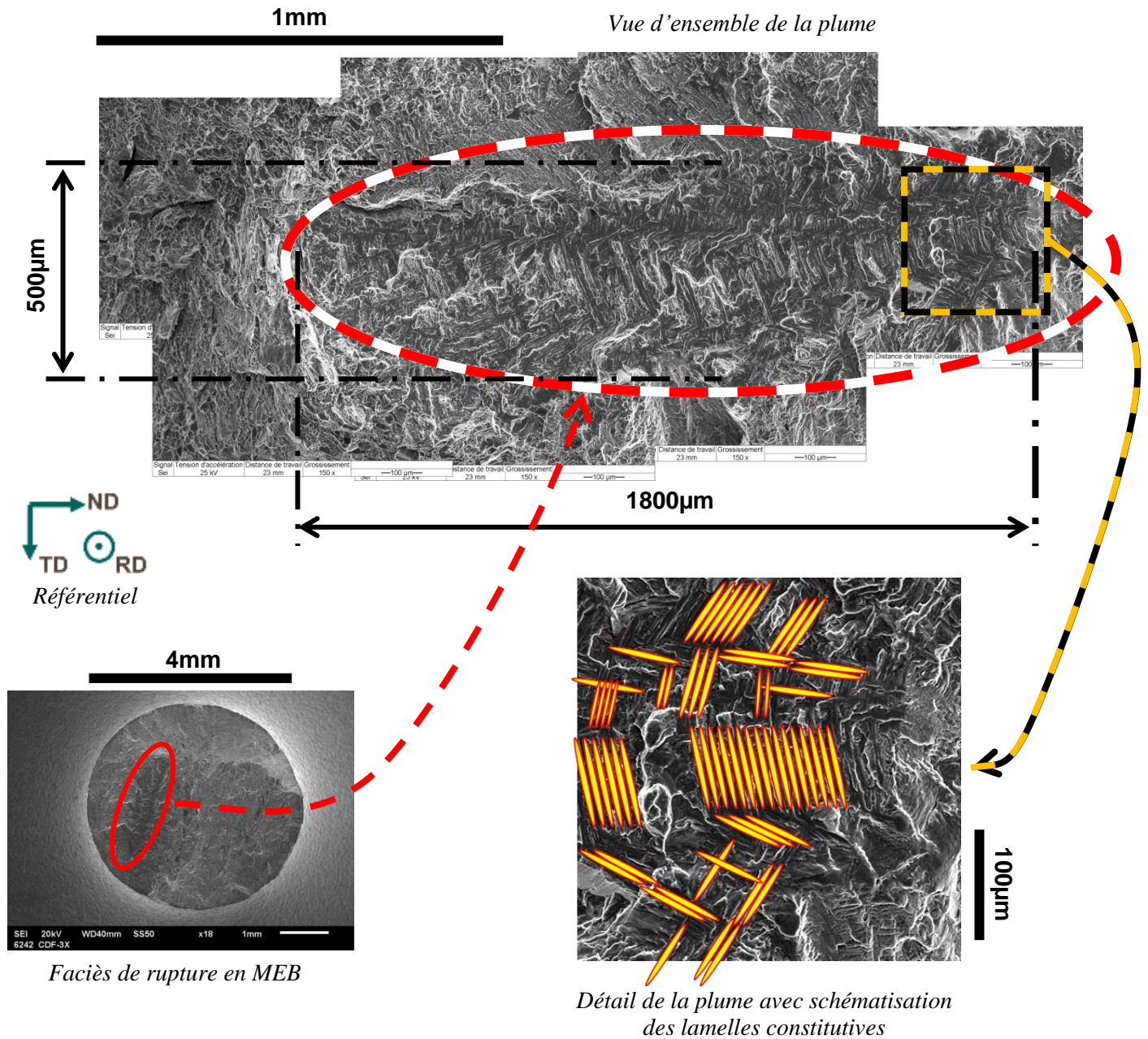


Figure 3-20 Analyse MEB de la plume

La plume ayant engendrée la rupture de l'éprouvette CDF 3X se repère aisément sur le faciès. Même à l'œil nu, cette hétérogénéité microstructurale d'environ 1 800 μm en longueur intercepte presque la moitié du diamètre de l'éprouvette. Avec une largeur d'environ 500 μm (cf. figure 3-20), cette plume est particulièrement large comparée aux plumes « classiques » identifiées dans la toile du disque. Elle se différencie de plus par sa morphologie interne : il ne s'agit plus d'une juxtaposition simple de deux ou trois « couches » comme montré sur la plume type de la figure 3-14 (c). On observe une grande colonie centrale avec de part et d'autre de petits amas de lamelles « enchevêtrés ».

3.2.4 Analyse WLI du faciès de rupture

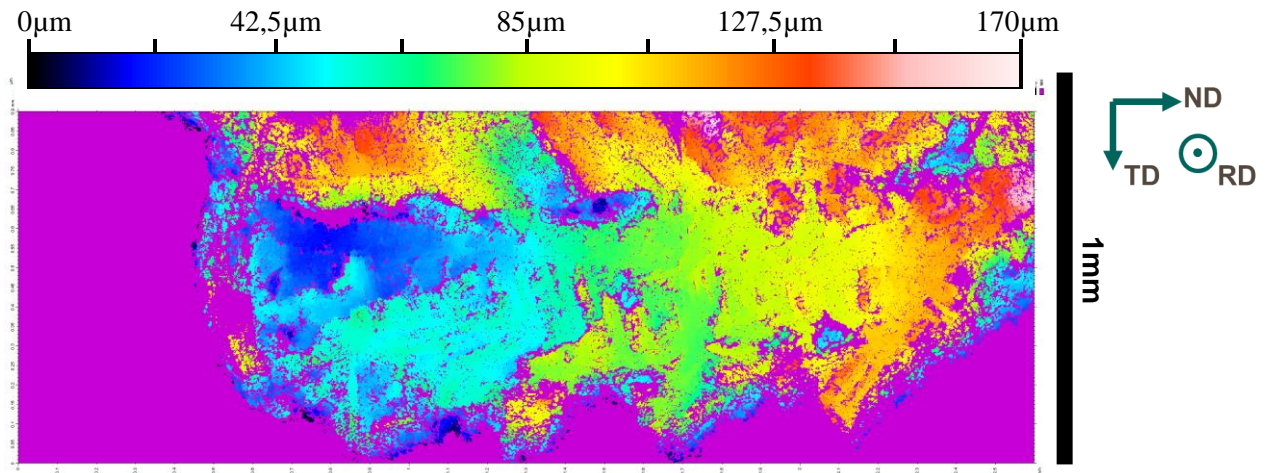


Figure 3-21 Cartographie du relief de toute la plume

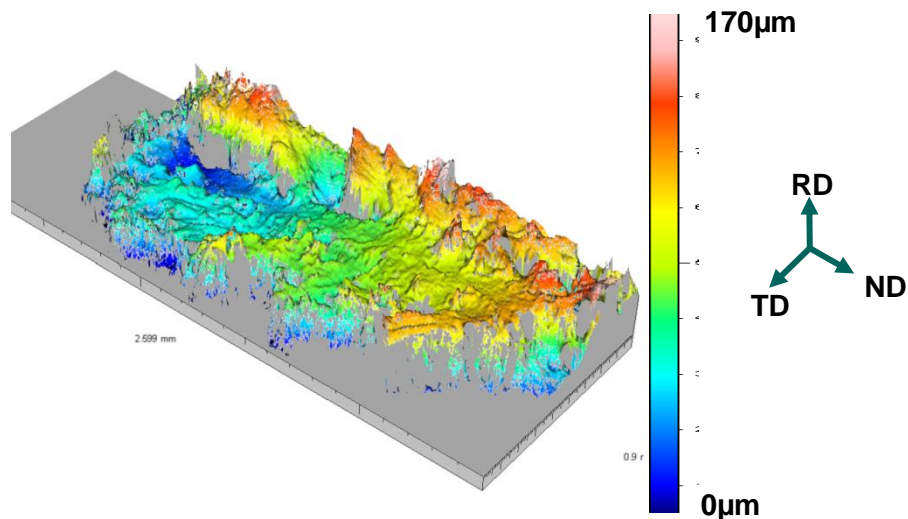


Figure 3-22 Vue 3D de la plume

Les deux figures 3-21 et 3-22 ci-dessus présentent le relief du faciès de rupture dans la zone de la plume établi par Microscope Optique Interférométrique (WLI) avec un objectif x5, soit à faible grossissement.

Les points violets sur la carte correspondent à des points non mesurés. Ces points ont soit une altitude en-dehors de la plage de mesure comme tous les points autour de la plume ; soit une inclinaison locale de la surface trop importante par rapport à la direction de mesure, ici la direction RD ; soit une réflectivité trop faible ou inférieure à celle des points environnants pour pouvoir être mesurés par WLI.

Cette mesure du relief de la facette brillante visible à œil-nu permet de déterminer son orientation spatiale. Cette facette de quasi-clivage constitue dans son ensemble un plan. Le plan moyen est

légèrement incliné par rapport à l'axe de sollicitation RD, contient l'axe TD et est incliné de près de 5° par rapport à ND.

Le même type de mesure du relief a été réalisé avec un objectif x50, plus fort grossissement disponible. Ceci permet d'augmenter la résolution spatiale et verticale. La zone de mesure n'est alors plus que de 360 x 360 μm^2 .

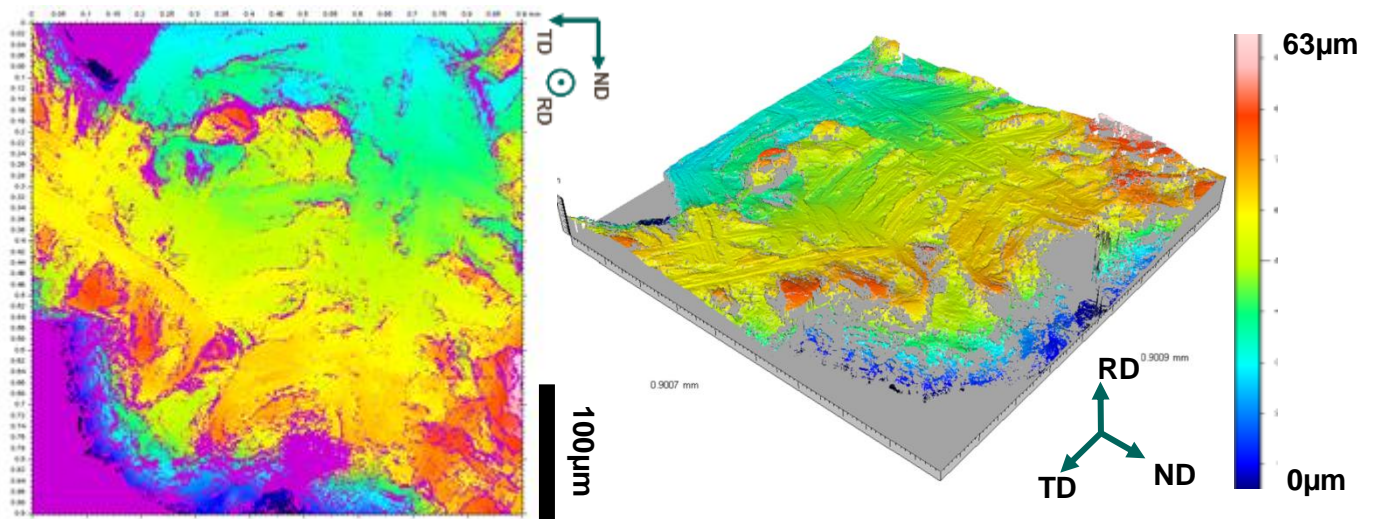


Figure 3-23 Détail du relief de la plume (vue à plat à gauche ; vue 3D à droite)

La figure 3-23 présente une vue en détail du relief de la plume à fort grossissement. Cette partie de la plume correspond exactement au détail analysé sur la figure 3-20. La vue à plat du relief fait apparaître un certain nombre de points non mesurés (points violets) mais beaucoup moins qu'à faible grossissement. L'objectif x50 permet la mesure en hauteur de zones localement plus inclinées. De plus la meilleure résolution spatiale (XY) de 0,35 μm rend les lamelles nettement visibles, en particulier sur la vue en 3D, et permet une mesure au sein des larges lamelles.

Il est ainsi possible de calculer l'inclinaison de la surface de rupture et de ces lamelles par rapport à l'axe de l'éprouvette et donc par rapport à l'axe de sollicitation. Pour cela, un script Matlab a été développé afin de calculer un plan moyen d'une zone bien choisie, délimitée par un polygone.

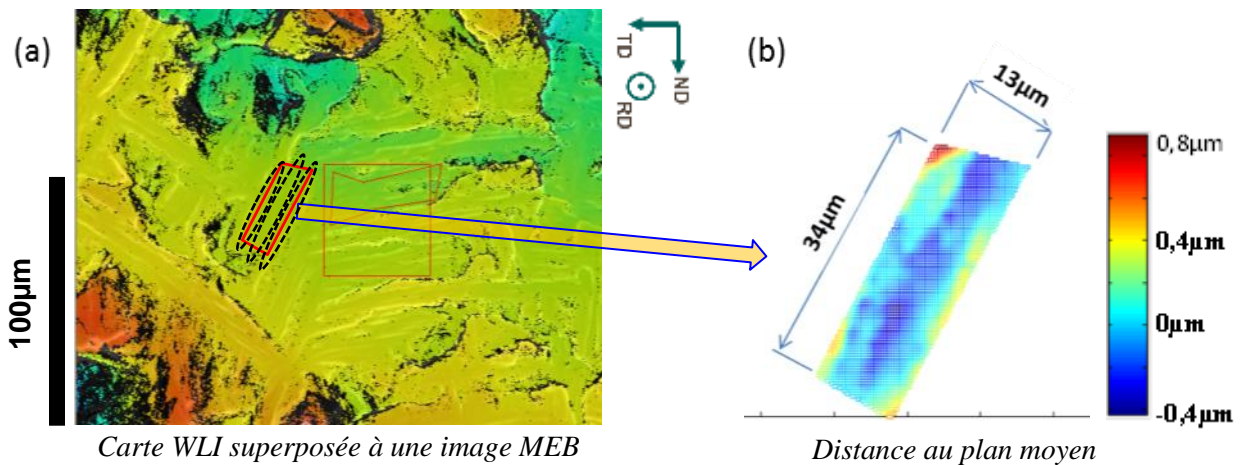


Figure 3-24 *Mesure de l'inclinaison locale avec Matlab*

L'exemple de la figure 3-24 ci-dessus montre le résultat de cette interpolation par un plan moyen dans une zone contenant en partie 3 lamelles. La superposition de la carte du relief obtenue par WLI avec une image MEB permet de mieux identifier les lamelles et ainsi de sélectionner plus précisément la zone à interpoler (partie (a) de la figure 3-24). Le calcul du plan moyen se fait sur environ 3 600 points de mesure du relief ce qui permet une grande précision sur l'angle d'inclinaison. La partie (b) de la figure 3-24 montre que la distance au plan moyen est très faible, de l'ordre de $0,4 \mu\text{m}$ pour la majorité des points. Il existe cependant des zones où cette valeur est quasi constante. Ces zones correspondent aux lamelles : la surface de rupture de chaque lamelle forme un plan parallèle au plan moyen et parallèle aux surfaces de rupture des autres lamelles.

On trouve ainsi une inclinaison du plan moyen de $4,4^\circ$ par rapport à ND et de $-3,7^\circ$ par rapport à TD. Des mesures équivalentes ont été réalisées en différentes parties (couches) de la plume. L'inclinaison par rapport à ND est comprise entre $3,8^\circ$ et $5,1^\circ$ alors que celle par rapport à TD varie de $-3,7^\circ$ à $+3,3^\circ$. Pour la suite des travaux, une inclinaison moyenne des lamelles par rapport à l'axe de traction a été adoptée : $4,5^\circ$ par rapport à ND et 0° par rapport à TD. Cette mesure à fort grandissement est cohérente avec la mesure plus globale réalisée à faible grandissement en figure 3-21 et figure 3-22.

En conclusion, l'ensemble de la plume ainsi que les lamelles la constituant se rompent selon un plan presque perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Seule une inclinaison d'environ 5° entre la normale à ce plan et la direction de sollicitation est à considérer. Le facteur de Schmid sur ce plan est donc relativement faible mais non nul. La séparation de la facette à travers la plume peut donc être légèrement assistée par une déformation plastique justifiant la qualification de « quasi-clivage » des facettes plutôt que de « clivage ».

3.2.5 Analyse EBSD du faciès de rupture

Une première analyse de l'orientation cristallographique des lamelles constituant la plume à l'origine de la fissure fatale a été réalisée à partir de données EBSD obtenues directement sur le faciès de rupture. En effet, la zone proche de l'amorçage de fissure est peu écrouie durant l'essai dwell puisque la sollicitation est uniquement de type traction et la rupture de la plume se fait « brutalement » par quasi-clivage. Il est ainsi possible d'obtenir directement des diagrammes de diffraction exploitables sans qu'une modification du faciès par un polissage électrolytique par exemple ne soit nécessaire.

Afin que la calibration du système d'indexation soit correcte, il est cependant nécessaire de présenter l'échantillon sous un angle précis de 70° par rapport au faisceau d'électrons. Pour cela, une tête goniométrique a été utilisée (cf. figure 3-25).

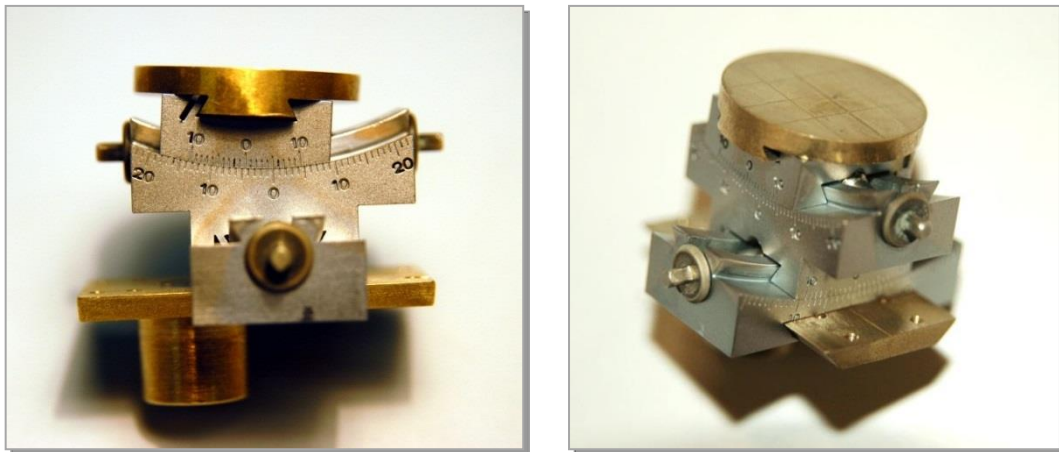


Figure 3-25 Tête goniométrique

Etant donné que la mesure du relief par WLI a permis de calculer l'inclinaison de la plume par rapport à l'axe de l'éprouvette, ce porte objet permet de positionner de façon précise la plume en position EBSD, i.e. incliné de $4,5^\circ$ par rapport à ND et 0° par rapport à TD.

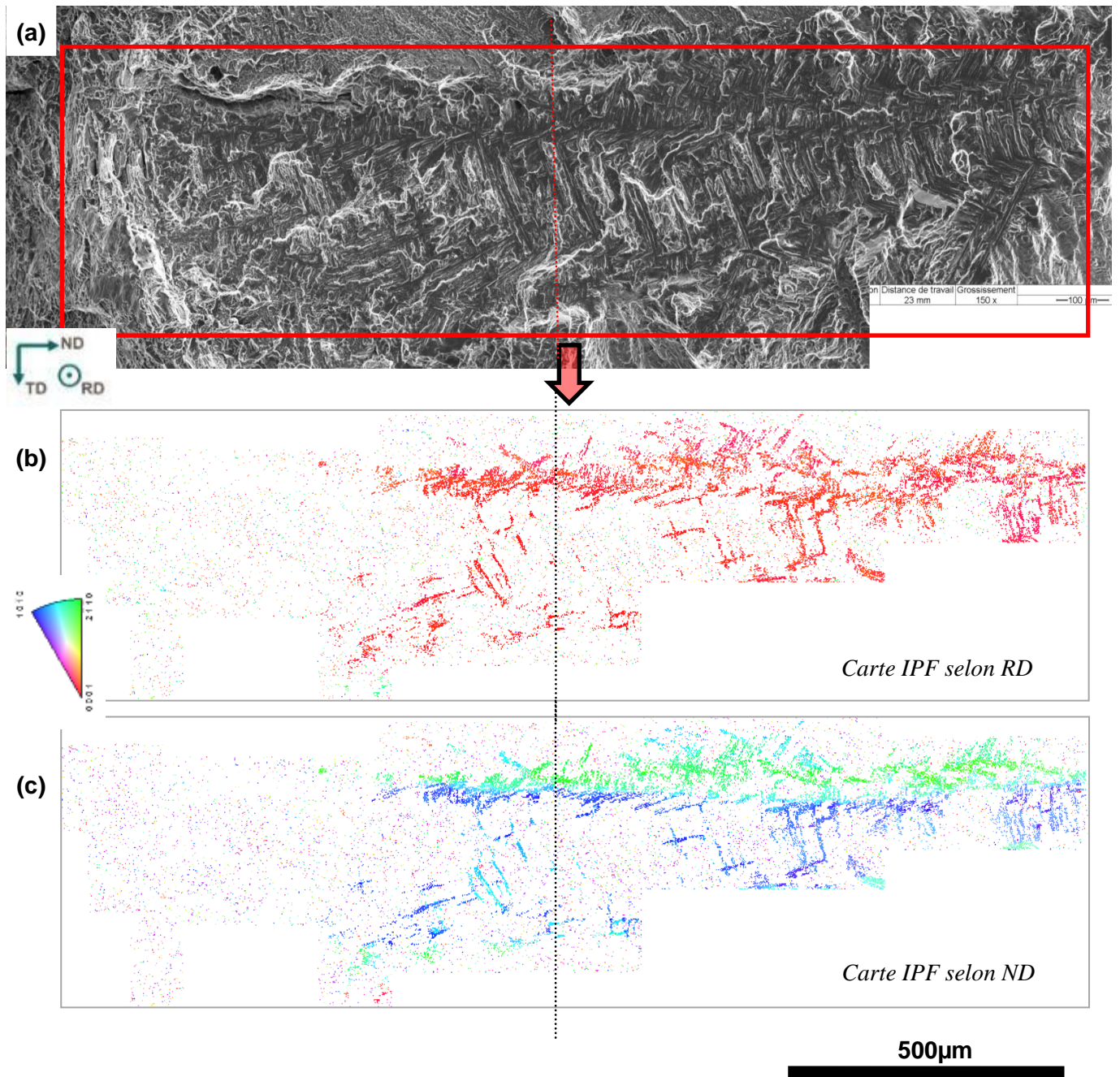


Figure 3-26 Analyse EBSD sur faciès : image MEB et cartes IPF

La figure 3-26 montre d'une part l'image MEB de la plume (a) et d'autre part la cartographie EBSD obtenue directement sur le faciès. Cette dernière est codée en couleur IPF selon la direction RD (b), normale moyenne à la plume, se trouvant à $4,5^\circ$ de la direction de sollicitation et selon la direction ND (c). Le rectangle rouge permet de faire la correspondance entre la zone cartographiée et l'image MEB.

On peut noter que seulement la partie « droite » de la plume diffracte correctement. Dans cette zone, les lamelles ont rompu de façon nette. Dans le reste de la plume et des lamelles environnantes, le matériau est probablement plus écroui ce qui est pénalisant du point de vue de la diffraction.

Toutes les lamelles qui ont pu être indexées ont une orientation basale proche de la normale à la plume. Ceci se traduit par une couleur rouge des lamelles en codage IPF selon la direction RD. Ceci est également visible sur les figures de pôles ci-dessous (cf. figure 3-27).

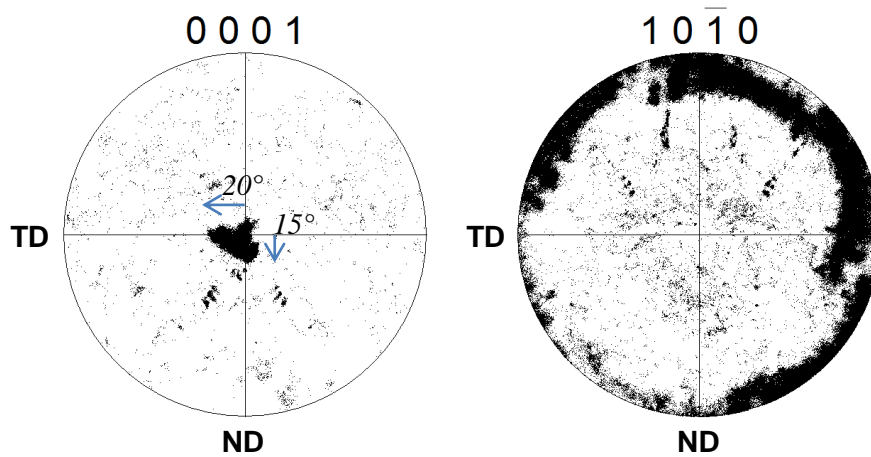


Figure 3-27 Analyse EBSD sur faciès : Figures de pôles

La majorité des points de mesure correspond à une direction basale à moins de 15° de la direction RD. Par contre, la figure associée aux pôles prismatiques $(10\bar{1}0)$ montre que l'orientation des lamelles dans le plan de la surface n'est pas unique. En effet les différentes « couches » constituant la plume présentent des orientations selon ND allant du « bleu foncé » au « vert », i.e. d'une direction proche $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ à proche $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ (cf. figure 3-26 (c)).

Les trois « couches cristallographiques » identifiées sont présentées en figure 3-28. La carte d'orientation cristallographique est un zoom de la figure 3-26 (c). Selon la direction d'observation ND, la « couche » numéro 1 se trouvant dans la partie inférieure de la plume est « bleu moyen à bleu foncé ». La couche 2 se trouve au centre de la plume et est de couleur « turquoise ». Cette orientation cristallographique se retrouve également pour un certain nombre de lamelles au-dessus de la plume. Enfin, la couche 3 est d'orientation cristallographique « verte ».

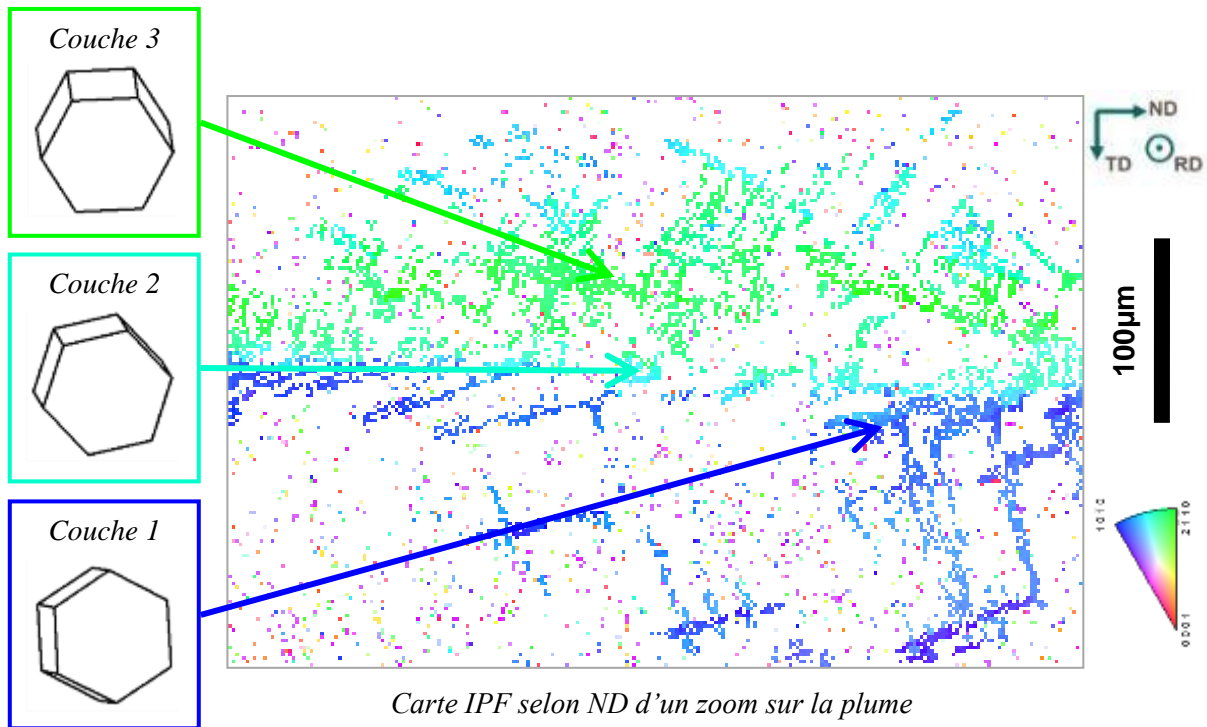


Figure 3-28 Identification de trois couches cristallographiques dans la plume

L'orientation cristallographique de ces trois couches est déterminée en figure 3-29. Les figures de pôles contiennent en noir l'ensemble des points de mesure obtenus sur le faciès de rupture (sans aucun « nettoyage » de données) et en couleur les domaines d'orientation cristallographique à 10° près autour de l'orientation cristallographique moyenne de chaque couche. La réunion de ces trois domaines permet de reconstruire presque l'ensemble des points du faciès montrant que toute la plume est prise en compte.

La couche 1 est constituée de lamelles dont une direction $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ est alignée avec la direction TD. La direction $[0001]$ de ces lamelles est inclinée d'environ -5° autour de TD. Le plan de base se retrouve ainsi perpendiculaire à la direction de sollicitation. Dans cette couche, l'activité de glissement doit être très réduite étant donné que le facteur de Schmid est quasi-nul pour toutes les directions de glissement sur le plan de type basal comme sur les plans de type prismatique.

Au sein de la couche 3, la maille cristallographique hexagonale est inclinée d'environ $12,5^\circ$ autour de ND avec une direction $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ proche de ND. Ici le plan de base est donc incliné de $12,5^\circ$ par rapport à la direction de sollicitation. Les facteurs de Schmid pour la direction $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ sur le plan de base sont donc de 0 et 0,177. Cette dernière valeur est certes très faible mais non nulle et peut éventuellement permettre une légère activité de glissement dans cette couche de la plume. De plus, les directions de glissement dans la couche 3 sont désorientées de 30° . Cette incompatibilité de déformation pourrait engendrer des sur-contraintes au centre de la plume.

La couche 2 de la plume a une orientation cristallographique intermédiaire entre les couches 1 et 3. Les pôles $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ se trouvent entre ceux des deux autres couches et l'axe $[0001]$ est incliné de

quelques degrés autour de ND et TD. Le plan de base est ainsi incliné d'environ 10° par rapport à la direction de sollicitation ce qui induit des facteurs de Schmid très faibles mais non nuls.

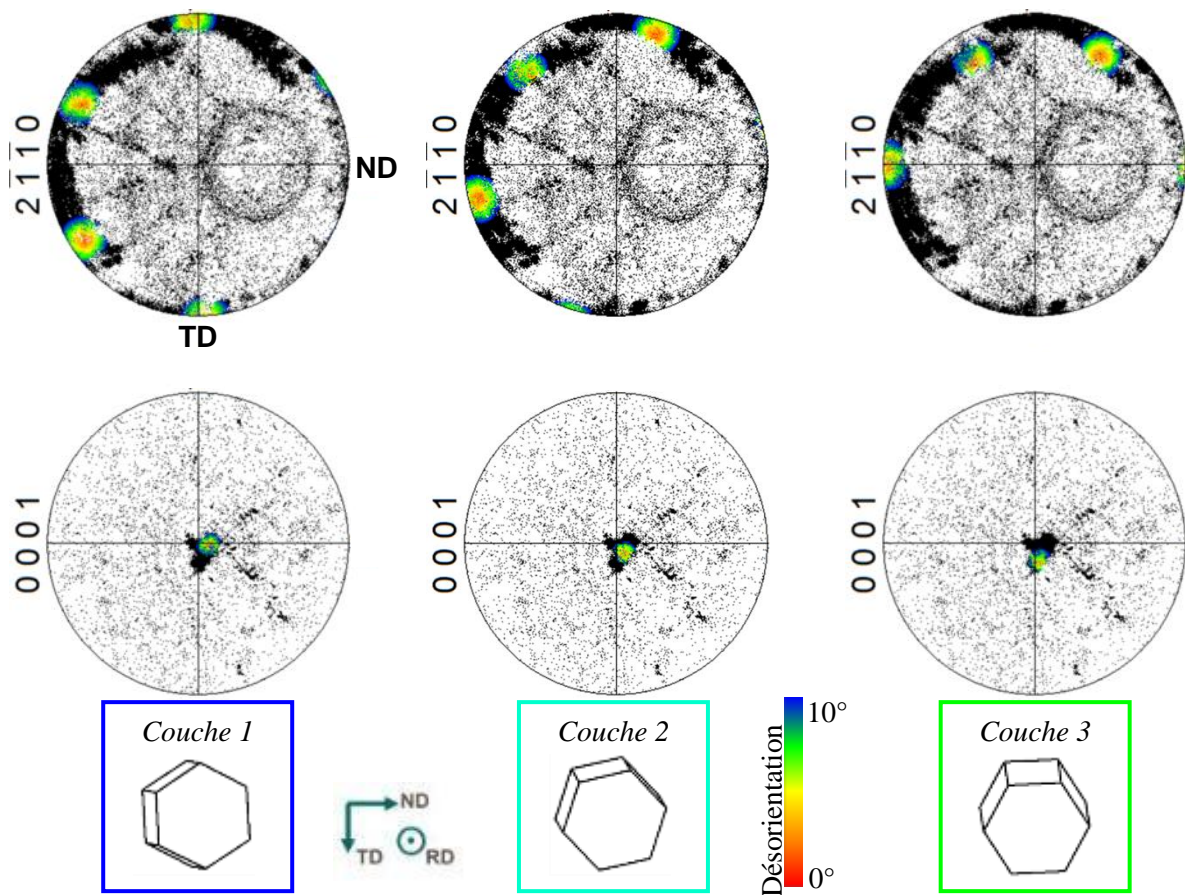


Figure 3-29 Orientations cristallographiques des couches la plume.

En conclusion, les trois « couches » constituant cette grande plume sont orientées de manière à ce que le plan de base soit presque perpendiculaire à la direction de sollicitation. Cependant, dans la couche 3, une faible inclinaison pourrait favoriser une légère activité de glissement. Il s'agit donc effectivement d'une facette de « quasi-clivage ». La couche 1 ayant un plan de base perpendiculaire à la direction de sollicitation, le modèle de type Stroh pourrait expliquer la séparation de toute la plume [62], [106].

3.2.6 Analyse EBSD de la coupe longitudinale

En plus de l'analyse directe effectuée à partir du faciès de rupture, la coupe longitudinale réalisée suivant le protocole décrit précédemment a été cartographiée par EBSD (cf. figure 3-30). Elle permet de valider les orientations cristallographiques mesurées sur faciès brut et d'accéder aux orientations cristallographiques des lamelles entourant la plume. En effet, ces lamelles ne se séparent pas par quasi-clivage et sont écrouies durant l'essai dwell. La diffraction des électrons rétrodiffusés est alors difficile ou impossible directement sur le faciès.

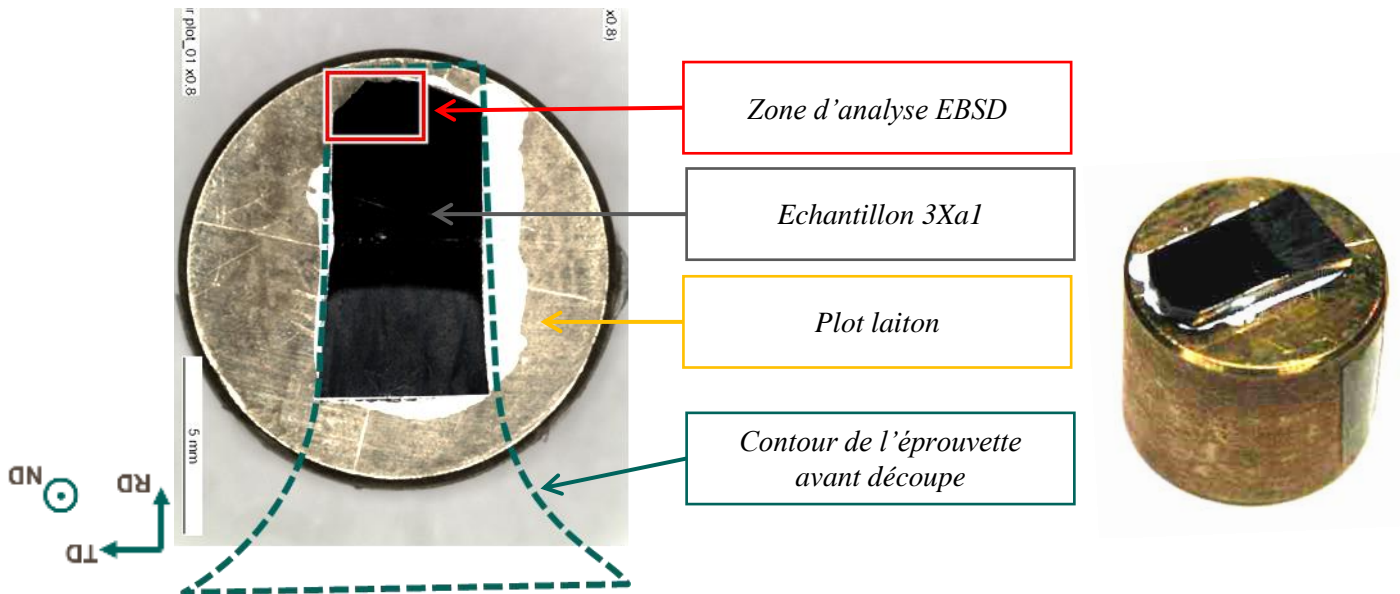


Figure 3-30 Localisation de la cartographie EBSD

Deux cartographies EBSD ont été réalisées : une à faible grandissement pour étudier la plume et son voisinage, une deuxième à plus fort grandissement près de la surface de rupture.

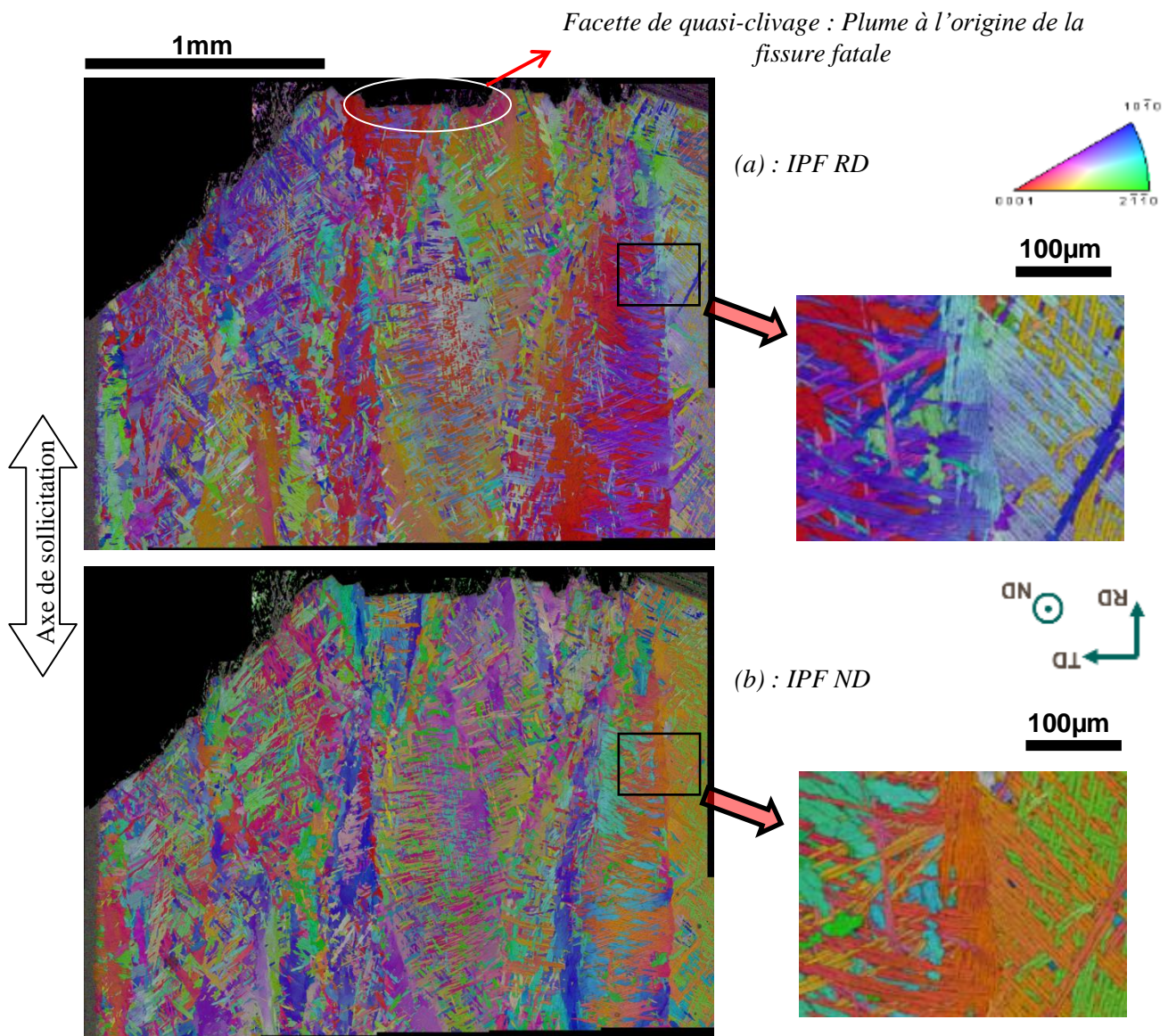


Figure 3-31 Analyse EBSD sur coupe longitudinale

La figure 3-31 montre la cartographie EBSD réalisée à faible grossissement, avec une résolution spatiale de 1 µm sur la coupe longitudinale. Ceci permet de voir la microstructure autour de la plume et en particulier « en profondeur » sous le faciès de rupture. Les deux parties de la figure ci-dessus présentent les orientations cristallographiques dans les mêmes directions que l'analyse directe sur le faciès (cf. figure 3-26). La comparaison des orientations cristallographiques peut donc se faire directement avec les mêmes codes de couleurs.

Contrairement à ce qui était attendu, la plume identifiée sur le faciès ne se repère pas aisément sur la coupe. La morphologie des lamelles et colonies « sous » la plume ne ressemble pas à une structure de type plume « classique ». D'autres zones sur cette coupe ont d'ailleurs plus l'aspect d'une plume comme le montre les détails sur la partie de droite de la figure 3-31.

De plus, les configurations cristallographiques observées sur le faciès ne semblent pas correspondre parfaitement à celles « sous » la plume : sur le faciès, l'ensemble des lamelles a un axe $\langle c \rangle$ proche de la direction RD ; sur la coupe (partie (a) de la figure 3-31), il apparaît en effet des lamelles avec la même orientation $\langle c \rangle$ (lamelles rouges) mais également un grand nombre d'autres lamelles d'orientation cristallographique très différentes. Il faut cependant noter sur la cartographie obtenue sur le faciès que la plume n'est pas très large à l'endroit précis de la coupe. Celle-ci est marquée par un trait en pointillés sur la figure 3-26.

Les lamelles ayant diffractées sur le faciès ne semblent donc constituer qu'une partie de la plume à l'origine de la rupture. Comme déjà observé sur les images MEB, cette plume particulière n'est pas un simple assemblage de deux ou trois colonies adjacentes.

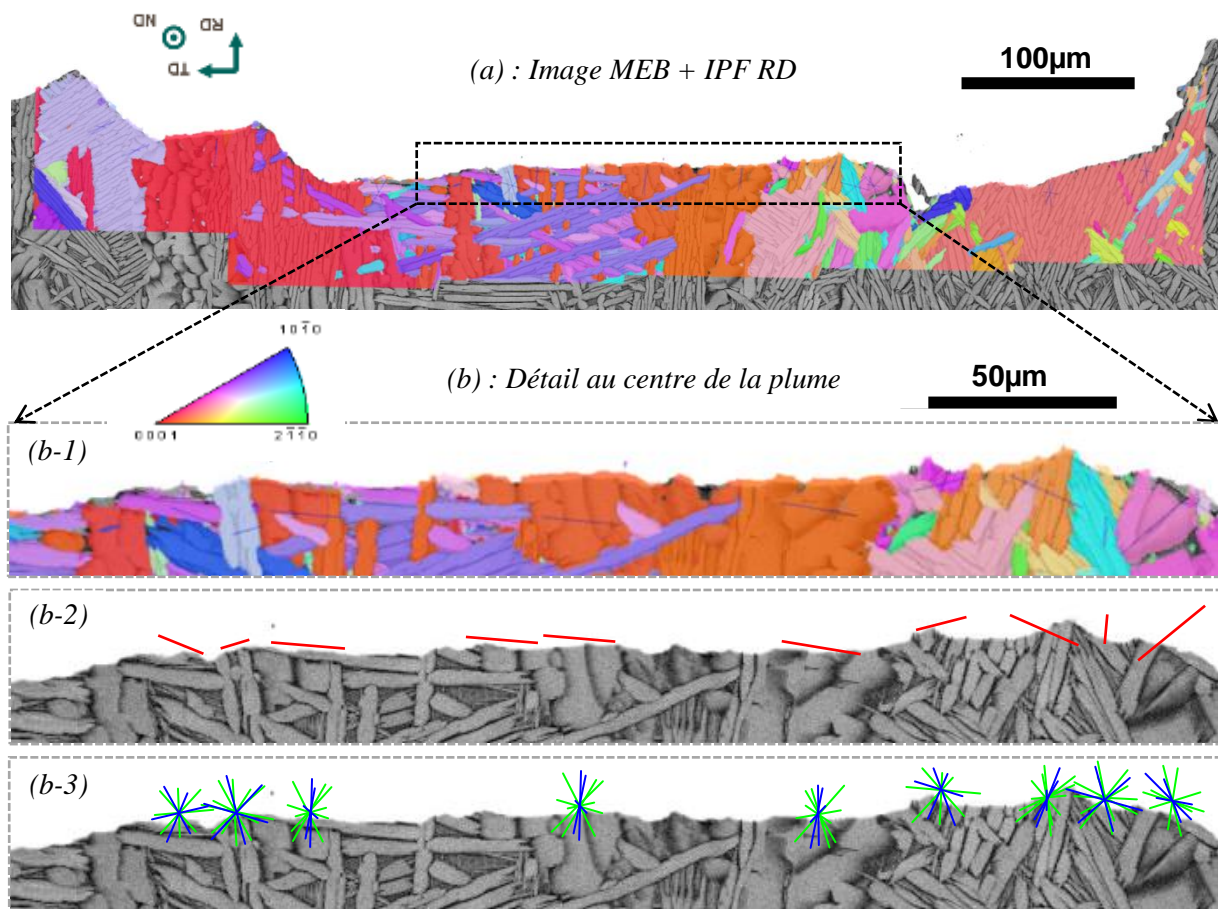


Figure 3-32 Plans cristallographique de rupture dans la plume

La figure 3-32 montre la deuxième cartographie EBSD réalisée à fort grandissement avec une résolution spatiale de $0,3 \mu\text{m}$ qui permet d'identifier clairement chaque lamelle, en particulier celles s'étant rompues par quasi-clivage. Seules quelques lamelles rompues sur le faciès n'ont pas pu être indexées. Il apparaît ainsi que 3 à 4 colonies « en-dessous » ou à côté de la facette de quasi-clivage ont effectivement une orientation d'axe $\langle c \rangle$ proche de la direction de sollicitation. Cependant, entre ces colonies colorées en rouge, d'autres lamelles d'orientation cristallographique très différente sont

présentes. Ces lamelles rompues probablement de manière ductile ne diffractent pas et ne sont donc pas observables sur la cartographie EBSD réalisée directement sur le faciès de rupture.

Par ailleurs, sur cette dernière figure, les données EBSD sont superposées à une image MEB réalisée en mode électrons rétrodiffusés. La projection sur le plan de coupe des différents plans de glissement potentiels est également ajoutée. Les segments rouges, bleus et verts correspondent respectivement aux plans cristallographiques de type basal, de type prismatique et de type pyramidal sur les figures 3-32 (b-2) et (b-3). Dans le cas des lamelles rouges, le plan de glissement basal peut être identifié comme plan rupture. Lorsque le plan basal ne correspond pas au plan de rupture, il est difficile d'identifier clairement le plan cristallographique de rupture. Les plans prismatiques et pyramidaux sont des plans de rupture possibles. Cependant, en raison du grand nombre de projections proches dans ce plan d'observation, l'identification est difficile.

Afin de pouvoir identifier plus précisément le plan cristallographique de rupture locale, l'inclinaison 3D devrait être considérée. En effet la projection tracée sur la figure 3-32 ci-dessus n'intègre qu'un seul des deux angles nécessaires pour définir complètement dans l'espace l'orientation du plan de rupture locale. La mesure de cette inclinaison 3D du faciès est possible grâce au Microscope Optique Interférométrique (WLI). Elle n'a cependant pas été réalisée faute de temps.

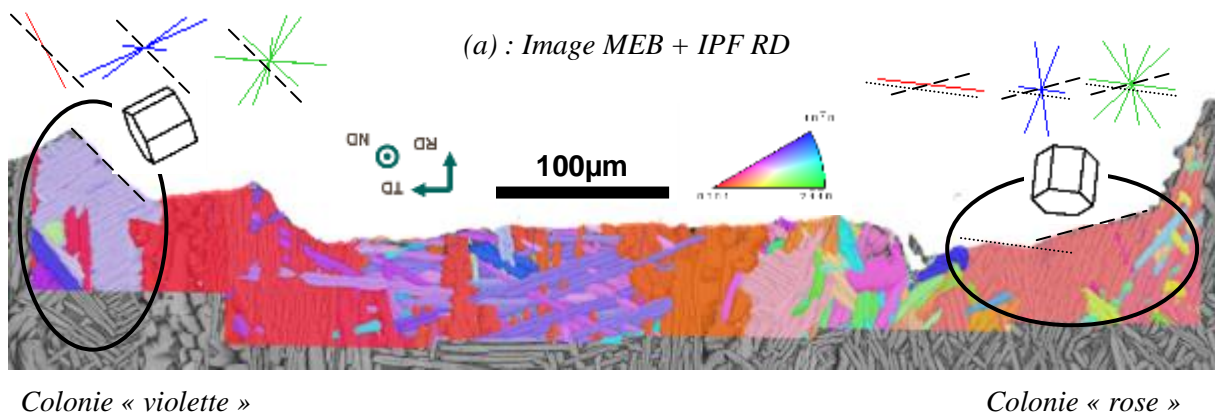


Figure 3-33 Colonies supplémentaires à la plume

Une autre particularité de cette plume est qu'elle est entourée de deux grandes colonies. A gauche d'une colonie « violette claire » et à droite d'une colonie « rose ». Ces deux colonies ne sont pas apparentes sur le faciès de rupture. Leur plan de rupture n'étant pas perpendiculaire à la direction de sollicitation, elles ne participent donc pas à la facette très brillante visible à œil-nu. Ces deux colonies sont d'orientation cristallographique très différente par rapport aux lamelles constituant la plume de la facette. Leur axe $\langle c \rangle$ est beaucoup plus incliné par rapport à la direction de sollicitation. Ces deux colonies sont plus susceptibles de développer une activité de glissement, le facteur de Schmid calculé pour différents systèmes étant parfois modéré, voire élevé (cf. tableau 3-3 ci-dessous).

		<i>Colonie « violette »</i>	<i>Colonie « rose »</i>
<i>Inclinaison de l'axe <c> par rapport à la direction e sollicitation</i>		63,2°	26,8°
<i>Facteur de Schmid maximaux</i>	<i>Basal</i>	0,38	0,39
	<i>Prismatique</i>	0,39	0,10
	<i>Pyramidal</i>	0,50	0,30

Tableau 3-3 Facteur de Schmid dans les deux colonies adjacentes à la facette principale de rupture

La comparaison des traces des plans de glissement possibles montrées en figure 3-33, rouge pour le système basal, bleu pour le prismatique, vert pour le pyramidal et noir pour l'inclinaison de la facette, montre que dans la colonie « violette », la facette inclinée pourrait effectivement s'être formé par un glissement sur le plan pyramidal. Ceci est en accord avec un facteur de Schmid particulièrement élevé. Pour la colonie « rose », au moins une partie de la surface de rupture coïncide avec un plan de glissement. Sur la partie gauche de la colonie, la trace du plan basal est parallèle à la ligne de rupture. Encore une fois, ceci est le système avec le facteur de Schmid le plus élevé. Il faut cependant noter d'une vérification en 3D serait nécessaire pour identifier sans ambiguïté le plan de rupture.

Ces observations sont en accord avec un modèle de type Stroh dans lequel une configuration avec un grain « faible » se déformant beaucoup et juxtaposé à un grain plus « dur » conduit à des incompatibilités de déformation avec redistribution des contraintes locales favorisant un processus de type quasi-clivage. Dans cet exemple, le grain dur constitué de la plume est entouré de deux colonies « faibles » pouvant aisément développer de la plasticité.

Les différentes analyses conduites sur cette plume de taille particulièrement importante montrent combien ce type de configuration microstructurale peut être complexe notamment sur le plan tridimensionnel. Des éléments importants en lien avec un processus de type quasi-clivage se dégagent avec notamment la présence de large colonies de lamelles orientées telles que l'axe <c> soit proche de la direction macroscopique de chargement mécanique.

4 Essais interrompus croisés entre fatigue et dwell : influence de l'histoire de chargement

Quatre essais cycliques particuliers ont été réalisés durant lesquels un changement de mode de sollicitation a été opéré. L'objectif était d'étudier comment le comportement en dwell est affecté par un premier cyclage effectué en fatigue et vice et versa.

4.1 Première partie d'essai : précyclage

4.1.1 Prélèvement et comportement macroscopique

Ces essais ont été réalisés en utilisant des éprouvettes prélevées les unes à côté des autres dans le disque brut de forge. Le schéma de prélèvement est donné en figure 3-34.

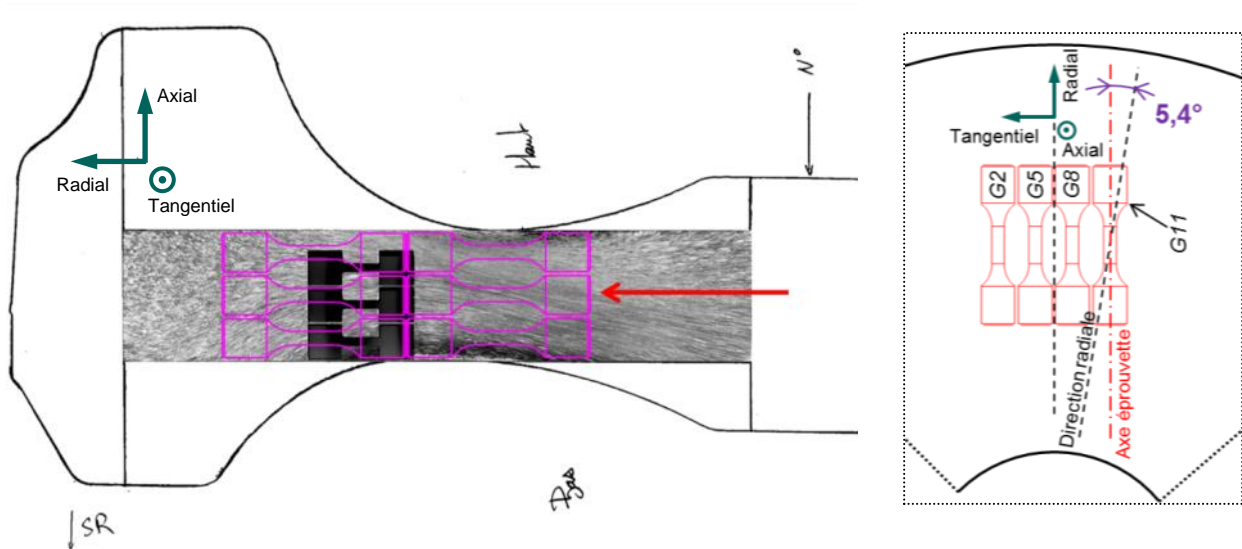


Figure 3-34 Schéma de prélèvement des éprouvettes

Les quatre éprouvettes G2, G5, G8 et G11 sont issues du bloc « 2006 ». Elles ont été prélevées dans le même plan perpendiculaire à l'axe du disque à la position marquée par une flèche rouge sur la figure 3-34 ci-dessus. Dans cette zone le disque présente un fibrage axisymétrique que l'on peut voir sur la figure 3-34. Les 4 éprouvettes sont choisies de manière à avoir une microstructure la plus équivalente possible. Le prélèvement de ces éprouvettes n'est pas exactement radial par rapport au disque. En effet quatre éprouvettes parallèles entre elles sont prélevées à partir d'un même bloc qui lui est effectivement extrait du disque de façon radiale. Ainsi les deux éprouvettes centrales G5 et G8 sont prélevées avec un angle de +/- 1,8° par rapport à la direction radiale et les deux éprouvettes G2 et G11 extérieures avec un angle de +/- 5,4°. Ces éprouvettes sont appariées pour la réalisation des précyclages de façon à limiter les effets éventuels de dispersion qui pourrait être associés au fibrage (G2 et G11 : précyclage en fatigue ; G5 et G8 : précyclage en dwell). Les éprouvettes sont sollicitées en fatigue comme en dwell avec la même contrainte maximale correspondant à la limite d'élasticité $\sigma_{e0,2\%}$. La première étape consiste à pré-cycler jusqu'à un tiers de la durée de vie moyenne.

L'évolution de la déformation durant les essais de précyclage en fatigue est présentée en figure 3-35.

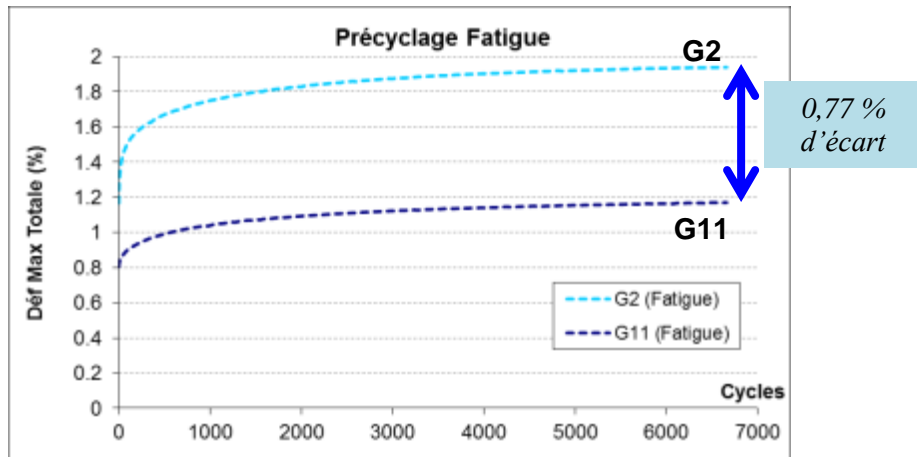


Figure 3-35 Evolution de la déformation lors du précyclage en fatigue

On relève pour les deux éprouvettes G2 et G11 une évolution classique de la déformation totale. Après une augmentation très rapide lors de 1 000 premiers cycles, la déformation se stabilise progressivement. En fin de précyclage, à un tiers de la durée de vie moyenne en fatigue, soit 6 666 cycles, les deux éprouvettes atteignent cependant une valeur de déformation très différente. L'éprouvette G11, plus « dure » atteint une déformation de moins de 1,2 % alors que l'éprouvette G2 très « molle » atteint plus de 1,9 %.

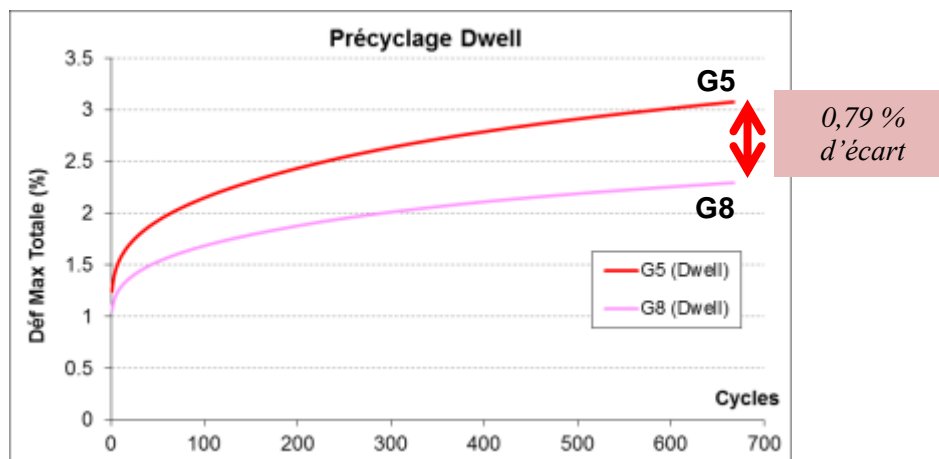


Figure 3-36 Evolution de la déformation lors du précyclage en dwell

Les mêmes remarques peuvent être faites pour les éprouvettes G5 et G8 précyclées jusqu'à un tiers de la durée de vie moyenne en dwell, soit 666 cycles (figure 3-36). Il faut noter que la déformation augmente plus rapidement en dwell qu'en fatigue. Le niveau final de déformation atteint est de 2,2 % pour l'éprouvette « dure » G8 et de 3,1 % pour l'éprouvette « molle » G5.

L'écart de déformation totale maximale finale entre les éprouvettes « dures » et « molles » est le même, environ 0,8 %, pour les deux modes de précyclage.

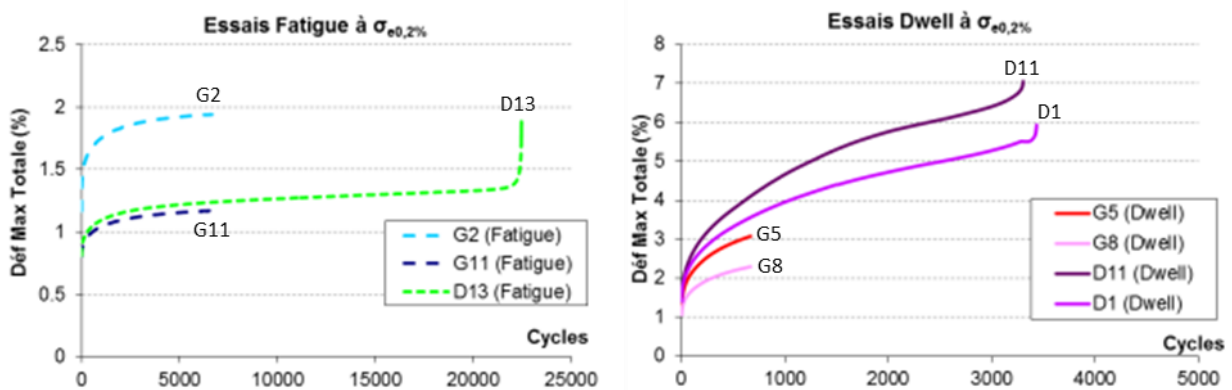


Figure 3-37 Comparaison des évolutions de la déformation avec des essais de référence

La figure 3-37 ci-dessus associe à ces courbes de précyclage l'évolution de la déformation lors d'essais classiques conduits jusqu'à rupture et servant de référence. En fatigue, il apparaît que l'évolution de la déformation pour l'éprouvette « dure » G11 suit bien celle de l'essai de référence D13bleu. Au contraire, l'éprouvette « molle » G2 se déforme beaucoup plus. En dwell, l'éprouvette « molle » G5 présente un comportement similaire à celui des deux essais de référence. Au contraire, l'éprouvette « dure » G8 se déforme très peu.

Bien que prélevées de manière similaire, les éprouvettes G2, G5, G8 et G11 ont des comportements en fatigue et en dwell très différents les uns des autres. Ces différences se traduisent par le niveau de déformation totale atteint à la fin du précyclage mais également en début d'essai dès les premiers cycles comme le montre la figure 3-38.

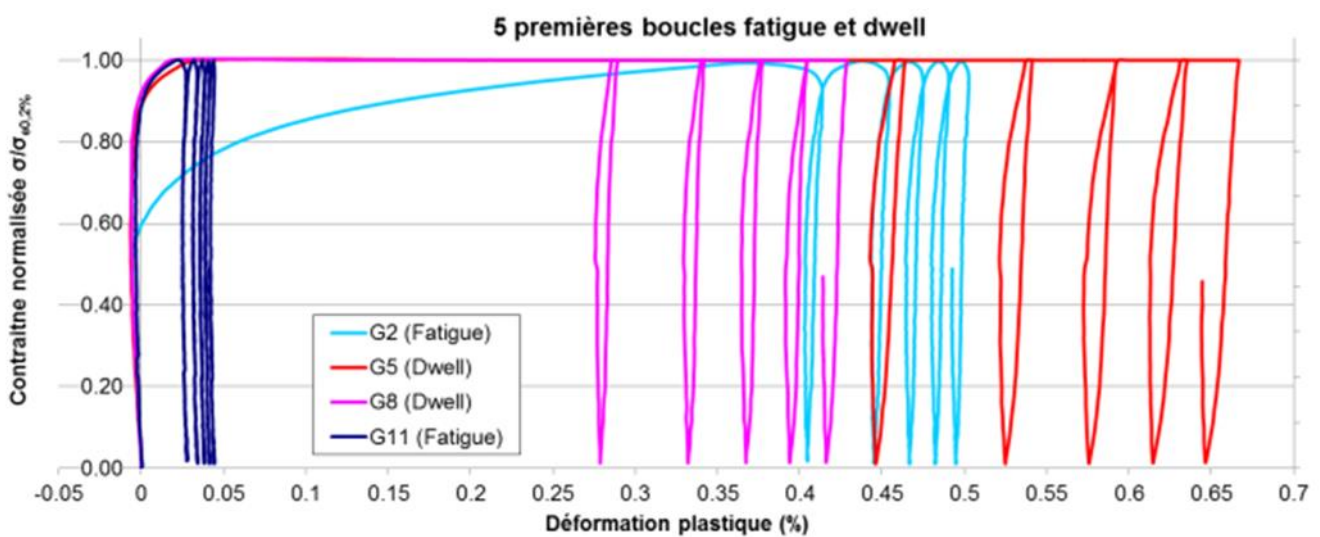


Figure 3-38 Suivi de la déformation durant les 5 premiers cycles fatigue et dwell

Comme cela a déjà été montré au paragraphe 2.3, la déformation lors des premiers cycles est un bon indicateur de l'évolution ultérieure de l'essai. En effet, en dwell, l'éprouvette « molle » G5 atteint une déformation plastique permanente de 0,447 % à la fin du premier cycle alors que l'éprouvette « dure » G8 n'atteint que 0,279 %. La différence est encore plus marquée pour les éprouvettes de fatigue. L'éprouvette « molle » G2 atteint 0,405 % alors que l'éprouvette « dure » G11 n'atteint que 0,028 %. L'éprouvette G2 est à ce point déformable que la déformation après le premier cycle de fatigue est supérieure à celle atteinte par l'éprouvette G8 en dwell. Un élément clef pour analyser ces différences est la limite d'élasticité associée à l'éprouvette G2 qui est 30 % inférieure à celle des autres éprouvettes. Cette différence n'est pas prise en compte lors des essais étant donné que la contrainte est normalisée par une valeur moyenne de la limite d'élasticité, évaluée à partir de toutes les éprouvettes testées, et non pas par la limite d'élasticité réelle de chaque éprouvette. Il est en effet impossible de déterminer cette grandeur pour une éprouvette avant le lancement d'un essai qui plus est pour lequel la contrainte imposée est inférieure à la limite d'élasticité.

Ces essais confirment combien il est difficile de déterminer un comportement mécanique unique pour ce matériau, au moins sur la base d'essais réalisés avec des éprouvettes de relativement petite taille.

4.1.2 Déformation et endommagement

Après cette première phase des essais, toutes les éprouvettes montrent des signes de déformation importants avec parfois les premières suspicions d'endommagement.

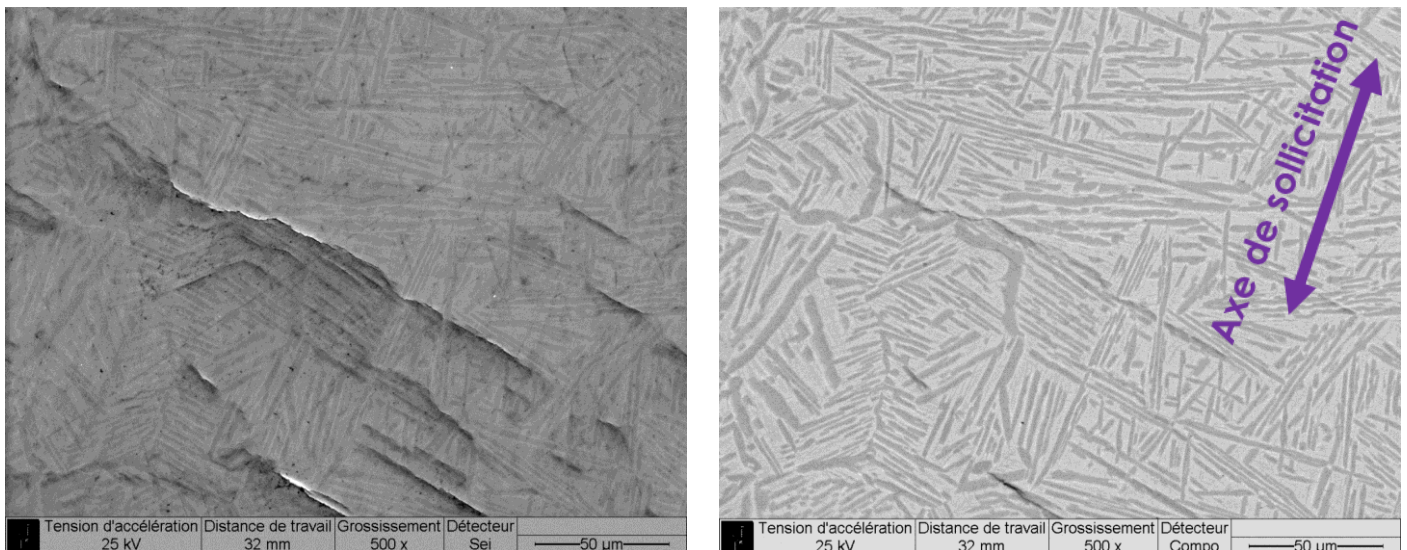


Figure 3-39 Déformation par bandes de glissement pour l'éprouvette G8 en dwell

Ainsi, l'examen du fût d'éprouvette après un tiers de la durée de vie en dwell montre un grand nombre de zones déformées par glissement (cf. figure 3-39). Cette déformation est localisée préférentiellement aux interfaces alpha/beta dans des lamelles isolées ou aux interfaces entre des

colonies. Les traces de glissement peuvent être inclinées par rapport à la direction de sollicitation. Cependant, un grand nombre de traces a une orientation proche perpendiculaire à la direction de sollicitation.

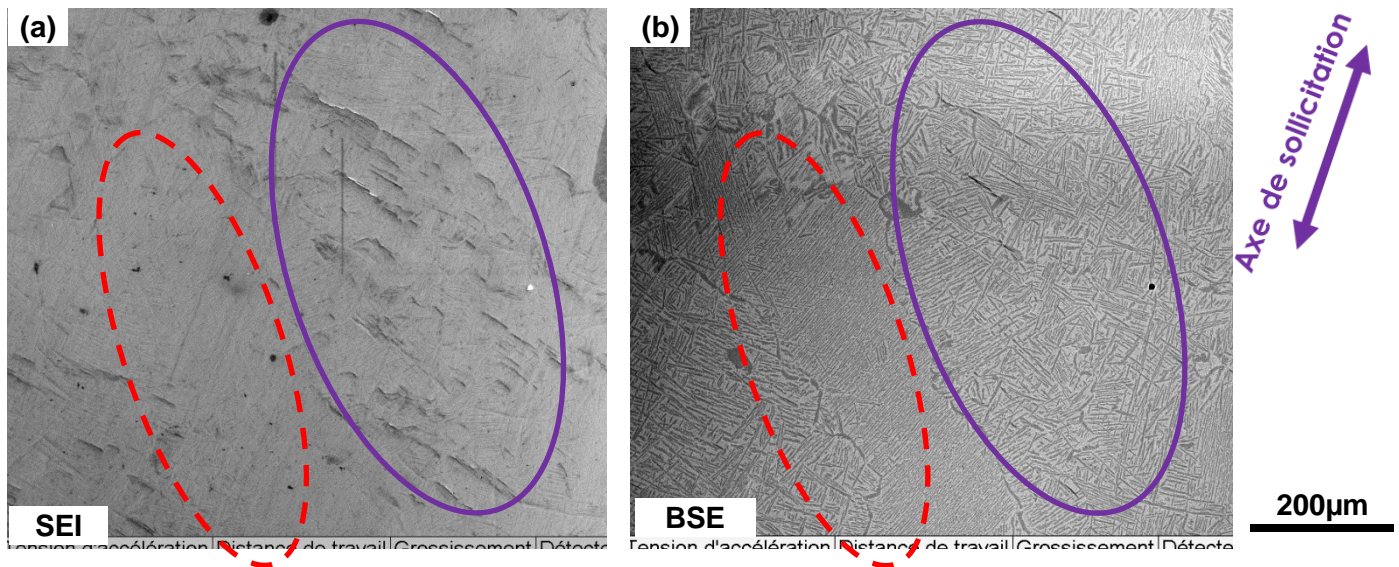


Figure 3-40 Hétérogénéités de déformation pour l'éprouvette G8 en dwell

Par ailleurs les traces de déformation sont réparties de manière hétérogène à la surface de l'éprouvette. La figure 3-40 (a) ci-dessus montre une zone très déformée avec un grand nombre de bandes de glissement (ellipse violette en trait plein) se trouvant directement à côté d'une zone nettement moins déformée (ellipse rouge en pointillés). Il est intéressant de remarquer la différence de microstructure entre ces deux zones (figure 3-40 (b)). La zone la plus déformée correspond à une microstructure de lamelles enchevêtrées ou de petites colonies. Au contraire, la zone non déformée correspond à une très grande colonie. Cela signifie qu'une très grande colonie, ici isolée, ne constitue pas forcément un point faible dans le matériau, même en conditions dwell.

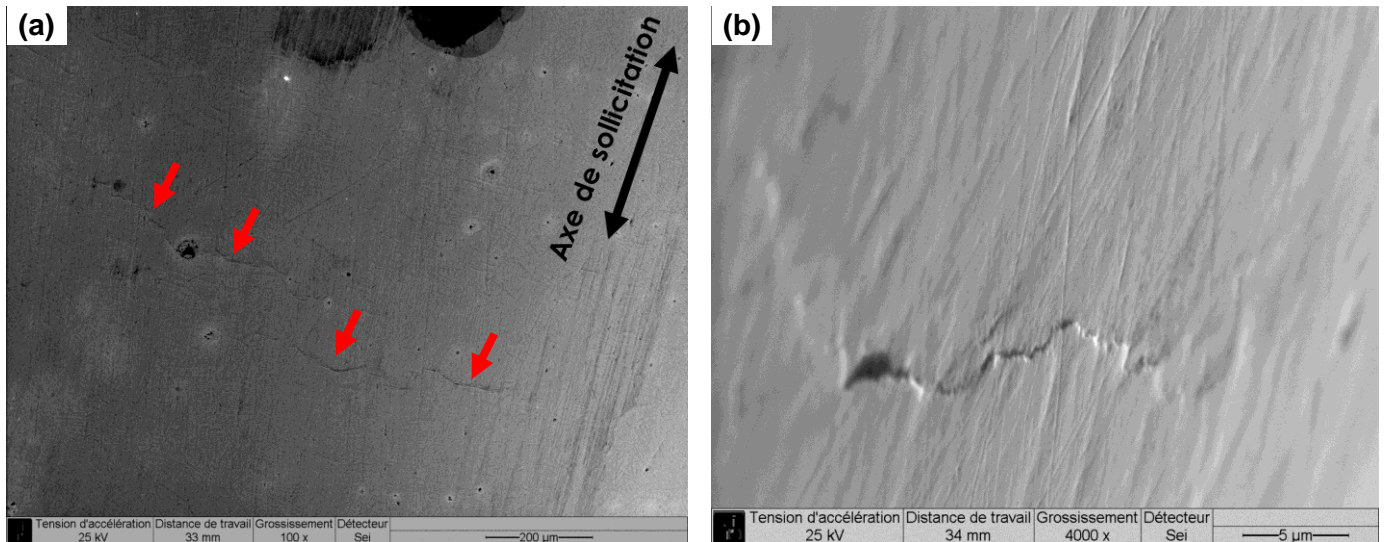


Figure 3-41 Endommagement pour l'éprouvette G11 en fatigue : (a) observation en incidence normale de plusieurs fissures et (b) vue en incidence rasante

Des commentaires similaires peuvent être faits concernant la déformation des éprouvettes testées en fatigue.

Il faut également noter que les éprouvettes, notamment celle qualifiée de « dure » présentent des microfissures surfaciques. C'est l'exemple de l'éprouvette G11 sollicitée en fatigue qui présente plusieurs fissures entre 100 et 200 μm en longueur (figure 3-41). La trace des fissures en surface est proche perpendiculaire à la direction de sollicitation. Le chemin de fissuration en lien avec les éléments microstructuraux est impossible à déterminer précisément.

Des traces d'endommagement similaires mais moins importantes sont observées sur toutes les éprouvettes.

L'observation détaillée au MEB du fût des éprouvettes a permis de repérer un certain nombre de plumes. Celles-ci ne semblent pas se déformer de manière préférentielle par rapport aux autres microstructures du matériau. Les mesures de relief réalisées en WLI qui vont être décrites dans la suite vont montrer le contraire.

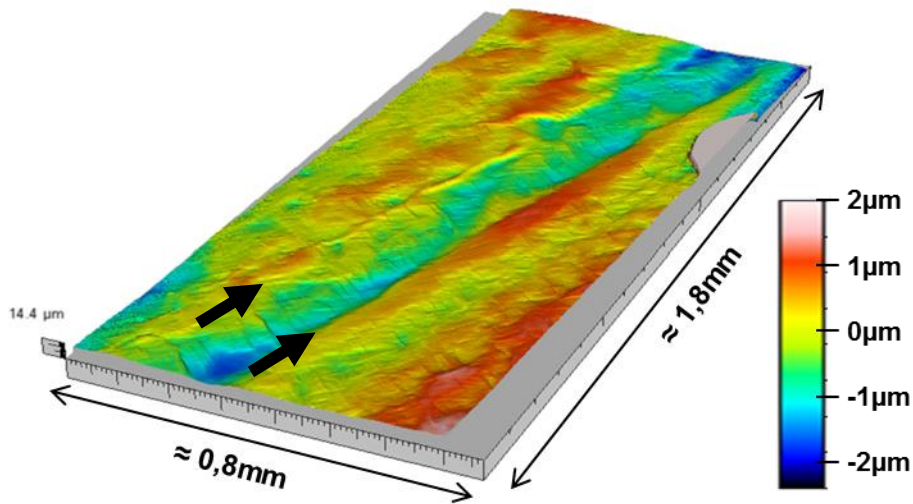


Figure 3-42 Vue 3D du relief dans une zone de type plume de l'éprouvette G5 après précyclage dwell

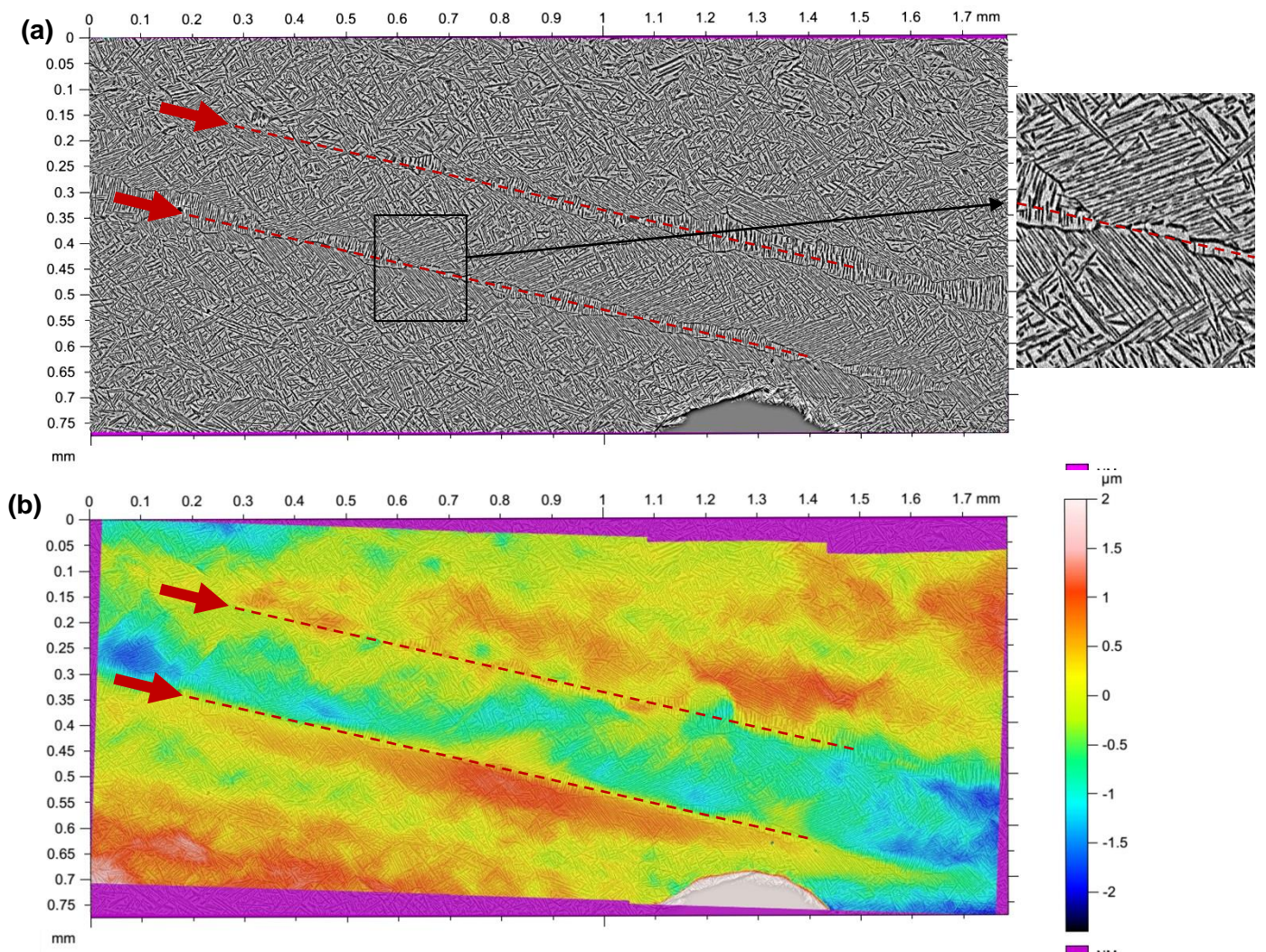


Figure 3-43 Correspondance relief-morphologie : a) image MEB en mode électrons rétrodiffusés des plumes ; b) superposition de l'image MEB avec la carte du relief dans exactement la même zone

La figure 3-42 met en évidence des hétérogénéités de déformation dans la direction normale à la surface. Une bande nettement définie (pointée par les flèches noires) apparaît notamment plus en retrait par rapport au reste de la surface. Le relief le long de cette bande est marqué au regard du poli miroir initial. La figure 3-43 permet de situer précisément ce relief par rapport à la microstructure. Deux plumes assez fines et parallèles entre elles sont aisément repérées (flèches et traits rouges sur la figure 3-43 (a)). La figure 3-43 (b) montre le relief créé par le précyclage en dwell le long de ces plumes. Des différences de hauteur allant jusqu'à 4 μm sont relevées, c'est-à-dire de l'ordre de grandeur de 1-2 largeurs de lamelle. L'analyse comparée des images MEB et WLI montre clairement que la marche créée est localisée exactement au niveau de la « nervure » de la plume. La déformation importante en Z à ce niveau pourrait mener à des incompatibilités de déformation suffisantes et favoriser la rupture locale.

Des observations similaires ont pu être réalisées sur toutes les éprouvettes. Cependant, sur les éprouvettes précyclées en fatigue, l'amplitude de la déformation hors plan à la surface est moins importante. Dans le cas de l'éprouvette G11, le relief maximal produit dans une zone contenant des plumes n'est que de 2 μm et les gradients sont moins marqués au niveau des « nervures » comme l'atteste la figure 3-44 ci-dessous.

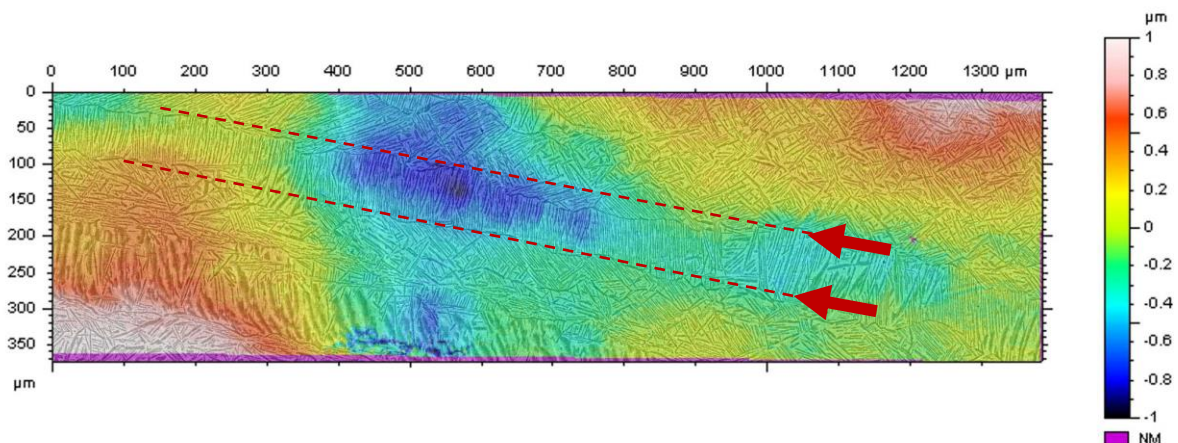


Figure 3-44 Superposition de la carte de relief avec l'image MEB en électrons rétrodiffusés d'une plume de l'éprouvette G11

Remarque : Cette étude montre au passage que l'analyse en surface de l'état de déformation à partir seulement d'observations réalisées au MEB n'est pas suffisante, la profondeur de champs associée au MEB masquant les effets de relief. Les compléments d'information qu'apporte la technique WLI sont ainsi évidents.

4.2 Deuxième partie d'essai : jusqu'à rupture

La deuxième partie de l'essai consiste à solliciter les quatre éprouvettes jusqu'à rupture en permutant le mode de sollicitation. Les éprouvettes précyclées en fatigue sont menées à rupture par dwell et vice-versa. Il s'agit d'étudier comment chaque type de précyclage influence sur le comportement cyclique ultérieur du matériau. Afin de ne pas être influencé par les premiers stades d'endommagement surfaciques décrits précédemment, un nouveau polissage de la surface a été réalisé sur chaque éprouvette. Celui-ci ôte la couche de matière endommagée supposée d'épaisseur inférieure à la demi-longueur des microfissures observées à la fin du précyclage, soit 200 μm .

4.2.1 Dans le cas du précyclage en fatigue

La première façon de représenter le comportement en dwell à la suite du précyclage en fatigue consiste à tracer directement la courbe de déformation sans tenir compte du nombre de cycles et de la déformation accumulée durant la première phase d'essai.

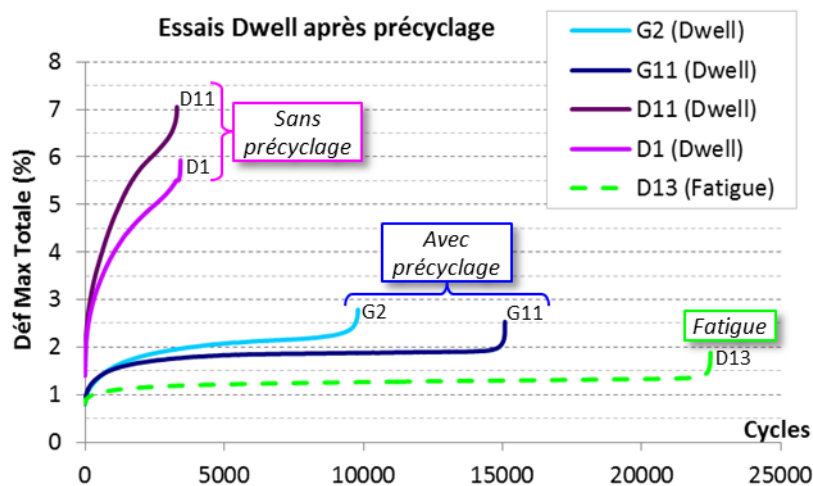


Figure 3-45 Evolution de la déformation lors de la deuxième partie d'essai en dwell

La figure 3-45 ci-dessus montre le suivi de la déformation totale maximale jusqu'à rupture pour les éprouvettes G2 et G11 qui ont subi le précyclage en fatigue. Pour comparaison, la figure présente également les tracés des essais classiques de référence en dwell, éprouvettes D11 et D1, et en fatigue pure, éprouvette D13.

L'évolution de la déformation pour les deux éprouvettes précyclées est de forme classique avec les trois stades observés usuellement.

Le niveau de déformation atteint en fin du « stade II » est de 2,0 et 2,2 % respectivement pour les éprouvettes G2 et G11. L'essai de référence en fatigue atteint 1,4 % alors que les essais de référence en dwell atteignent 5,5 et plus de 6 %. Il est donc clair que le précyclage en fatigue modifie considérablement le comportement dwell ultérieur qui est proche de celui de référence en fatigue. De

plus, la durée de vie obtenue uniquement durant la deuxième partie de l'essai en conditions dwell est intermédiaire entre les durées de vie de référence en fatigue et en dwell. Pour les deux essais dwell de référence, l'abattement de durée de vie par rapport à la fatigue est d'environ 6,7 alors qu'il n'est que de 2,3 et 1,5 respectivement pour les éprouvettes G2 et G11. Les durées de vie dwell sur matériau précyclé sont donc plus de trois fois plus grandes que la référence, ceci même pour l'éprouvette G2 ayant une limite d'élasticité 30 % inférieure à la moyenne.

Le précyclage en fatigue a donc pour conséquence de modifier le comportement mécanique ainsi que la durabilité en dwell du Ti6242. Il est possible, voire probable, qu'une partie de l'explication soit à associer aux structures de dislocations créées lors des cycles de fatigue. Ces structures pourraient être «bloquantes» vis-à-vis de la mobilité des dislocations assurant la déformation lors du maintien à charge maximale dans le cycle dwell. Une étude en microscopie électronique en transmission serait de ce point de vue nécessaire.

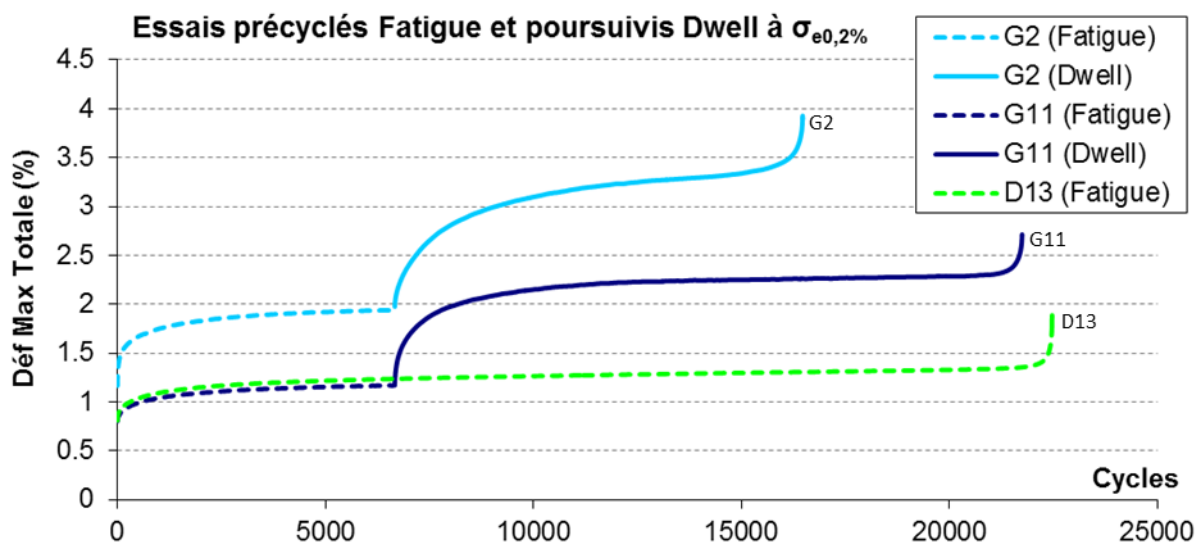


Figure 3-46 Evolution globale de la déformation lors d'un précyclage en fatigue

La figure 3-46 reporte l'évolution de la déformation totale maximale dans son intégralité en intégrant la phase de précyclage en fatigue et l'essai dwell.

Il est intéressant de noter que l'éprouvette G11 présentait un précyclage identique à l'essai de référence de fatigue et que le cyclage en dwell ultérieur a conduit à une durée de vie tout à fait analogue. Il semble donc qu'un précyclage de fatigue introduise des structures de déformation plus favorables à une bonne résistance en dwell. Ce point mériterait évidemment confirmation par de multiples essais et analyses. L'autre éprouvette (G2) suit les mêmes tendances. Cependant la durée de vie totale est légèrement plus faible ce qui pourrait être attribué à un comportement initial en fatigue différent avec une déformation initiale plus importante atteinte au terme de la première phase de cyclage.

4.2.2 Dans le cas du précyclage en dwell

Dans le même esprit qu'au paragraphe précédent, les figures 3-47 et 3-48 présentent les courbes correspondant aux transitions précyclage dwell / fatigue.

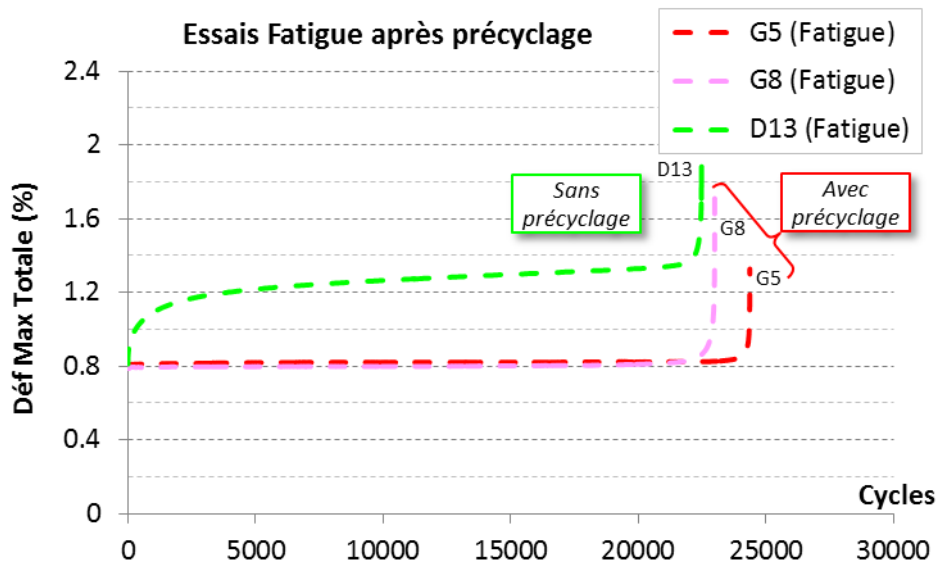


Figure 3-47 Evolution de la déformation lors de la deuxième partie d'essai en fatigue

La figure 3-47 montre tout d'abord l'évolution de la déformation totale maximale des éprouvettes G5 et G8 durant la deuxième partie d'essai réalisée en fatigue. Pour comparaison, le suivi de l'éprouvette de référence en fatigue pure (D13) est également tracé. Le comportement du matériau modifié par précyclage en dwell, n'a pas une allure classique. Le « stade I » pour lequel un allongement significatif est constaté en fatigue pure est absent. La déformation est en fait constante (0,8 %) du début de l'essai jusqu'au stade d'endommagement final qui est très rapide. Pour l'essai de référence, à la suite de l'allongement initial dans les premiers cycles, la déformation évoluait progressivement de 1,2 % à plus de 1,3 %. Pour les deux essais avec précyclage en dwell, la déformation atteinte est donc sensiblement inférieure que pour le matériau brut.

Les durées de vie durant la deuxième partie d'essai en fatigue sont équivalentes à la durée de vie de référence en fatigue, voire légèrement supérieures. Ceci est un résultat surprenant. En effet, après un précyclage jusqu'à un tiers de la durée de vie en dwell, on pourrait s'attendre à ce que la durée de vie restante en fatigue soit également réduite. Rappelons cependant que les premières traces d'endommagement dues au précyclage en dwell ont été éliminées par polissage. Il semble donc que la prédéformation par dwell en volume ne soit pas nuisible à la résistance en fatigue. Les réseaux de dislocations créés en dwell n'influent pas sur le processus de rupture final, mais uniquement sur le taux de déformation durant l'essai de fatigue ultérieur. Dans les conditions de transition testées, le précyclage en dwell a bloqué une partie de l'allongement progressif relevé en fatigue pure. Dans ce cas encore, une analyse des structures de déformation à l'échelle des dislocations serait nécessaire.

Remarque : le précyclage en dwell n'a donné lieu à aucun endommagement interne pouvant réduire la durée de vie en fatigue. Une transition dwell / fatigue plus tardive pourrait avoir des conséquences différentes.

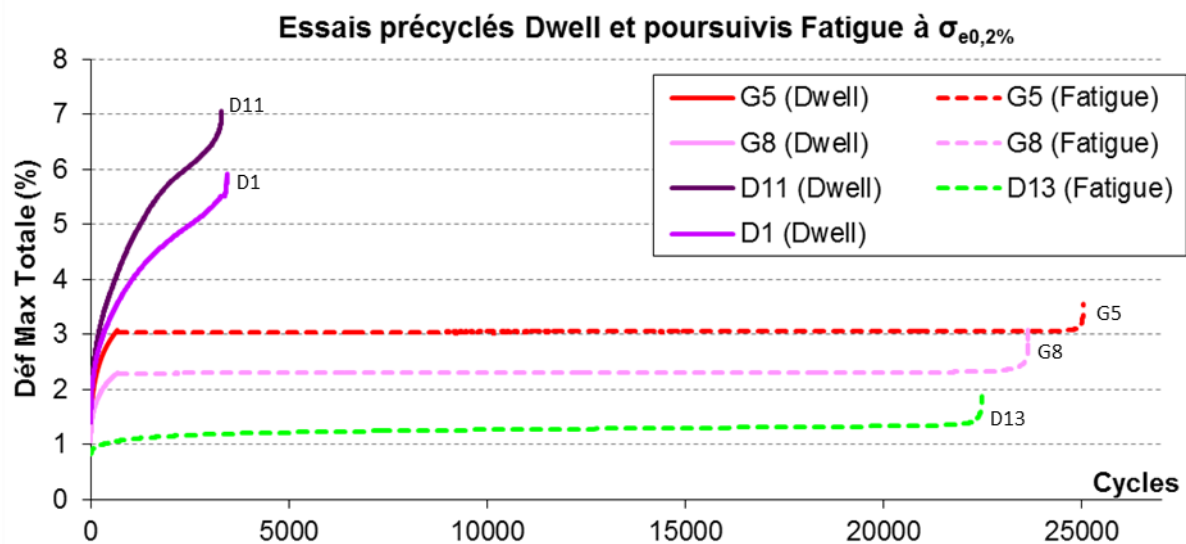


Figure 3-48 Evolution globale de la déformation lors d'un précyclage en dwell

La figure 3-48 ci-dessus présente le suivi de la déformation totale maximale durant tout l'essai avec changement de mode de sollicitation dwell / fatigue pour les éprouvettes G5 et G8. Pour référence, l'éprouvette D13 correspond à un essai de fatigue pure et les éprouvettes D11 et D1 à un essai de dwell pur sous la même contrainte maximale (limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 %)

Ce qui ressort de manière évidente de ces essais est le fait que le précyclage en dwell stoppe complètement la déformation ultérieure par fatigue. Pour rappel, le précyclage en fatigue avait certes diminué significativement la déformation en dwell, mais sans l'annihiler.

4.3 Commentaires

Ces essais seraient à multiplier pour évaluer la reproductibilité et la variabilité des résultats. En effet, les résultats dwell sont d'une manière générale très dispersés. Comme cela a déjà été montré au paragraphe 4.1.1, les éprouvettes admettaient d'importantes variations de propriétés mécaniques pouvant affecter les résultats en termes de durée de vie et de déformation.

Il serait par ailleurs très intéressant d'établir l'évolution de l'amélioration de la durée de vie suite à la transition précyclage fatigue / dwell en fonction du nombre de cycles de fatigue imposés lors du précyclage. Si de tels essais s'accompagnaient également d'analyses des structures de dislocations par

MET, une indication de la structure de déformation à atteindre préalablement pour limiter l'effet dwell serait donnée.

Dans tous les cas testés par ces quatre éprouvettes, une augmentation de la durée de vie (significative dans le cas précyclage fatigue / dwell jusqu'à rupture ; et faible pour le cas précyclage dwell / fatigue jusqu'à rupture) est observée. Une tentation serait d'expliquer cette amélioration par l'élimination de l'endommagement surfacique présent à un tiers de la durée de vie. Cependant, les sites d'amorçage observés dans ces conditions de chargement en fatigue et en dwell sont habituellement de type subsurfacique et donc sans lien avec les microfissures observées ici et éliminées par polissage. Les explications sont plutôt à trouver dans les structures de déformations (dislocations) volumiques et la stabilité de ces structures vis-à-vis des changements de mode de sollicitation.

5 Travail sur les éprouvettes à section carrée : précyclage en dwell

5.1 Précyclage

Dans l'objectif d'étudier plus précisément l'évolution du matériau au cours des essais dwell et ceci le plus indépendamment possible du développement des processus d'endommagement, des essais interrompus avec prélèvement de microéprouvettes ont été planifiés. (Par manque de temps, seule la première partie du programme envisagé a été réalisée.)

A cet effet, des éprouvettes à section carrée de section plus importante ont été utilisées. La géométrie de ces éprouvettes permet l'extraction de 5 microéprouvettes « longues » comme cela est décrit sur la figure 3-49. Cette approche permet d'obtenir des microéprouvettes précyclées en dwell tout en éliminant toute source d'endommagement en lien avec la surface initiale ou les arêtes. Il s'agit ici d'évaluer le comportement « à cœur » incluant les structures de déformation dues au précyclage.

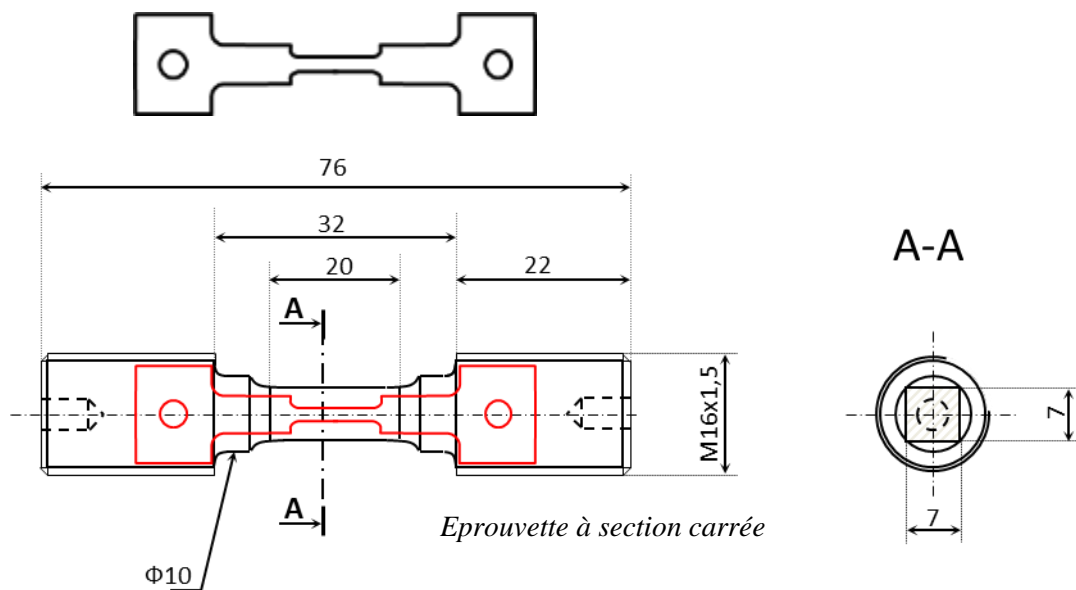


Figure 3-49 Dimensions des éprouvettes à section carrée et microéprouvettes longues

Trois éprouvettes à section carrée ont été précyclées en dwell à un niveau de contrainte correspondant à la limite d'élasticité $\sigma_{e0,2\%}$. Les essais ont été conduits jusqu'à 1 000 cycles, correspondant à la moitié de la durée de vie moyenne en dwell.

La figure 3-50 présente l'évolution de la déformation totale maximale durant ce précyclage. Les éprouvettes A1 et A3 ont un comportement similaire. Durant le début du « stade II », la vitesse de déformation est d'environ $2,7 \cdot 10^{-6}$ /cycle et conduit à une déformation en fin de précyclage de 1,7 % pour l'éprouvette A1 et de 1,4 % pour l'éprouvette A3. La déformation de l'éprouvette A4 atteint un niveau plus important durant le « stade I » et la vitesse de déformation est d'environ $11,1 \cdot 10^{-6}$ /cycle,

soit plus de quatre fois plus importante. A la fin du précyclage, l'éprouvette A4 atteint une déformation de 3,5 %, soit plus de deux fois plus grande que pour les deux autres essais.

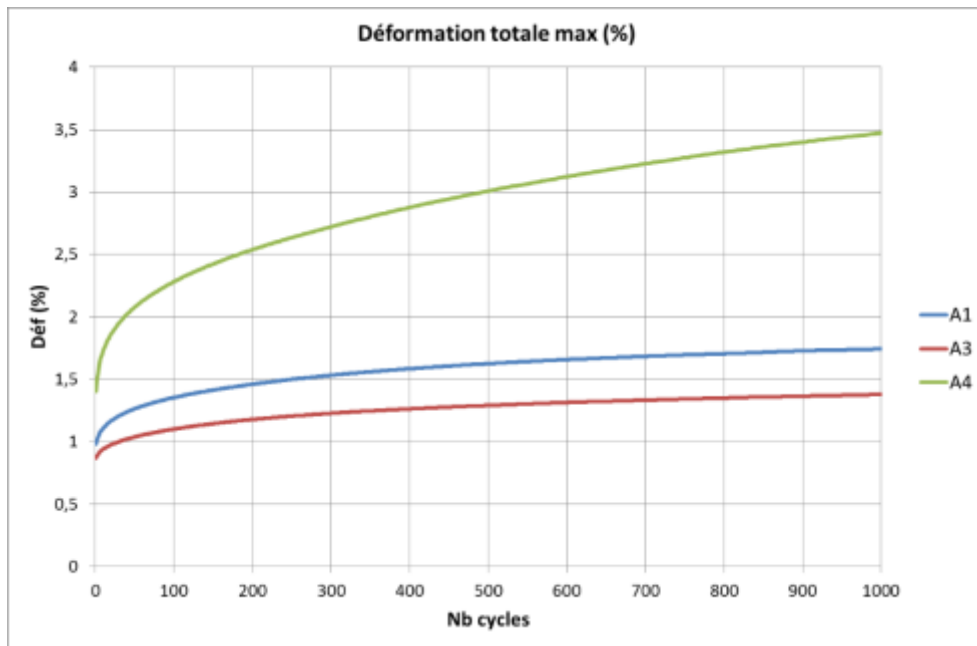


Figure 3-50 Evolution de la déformation au cours du précyclage des éprouvettes à section carrée

5.2 Observation de la microstructure

L'explication principale de cette variation de réponse mécanique est associée à la position de prélèvement des éprouvettes. Comme le montre la figure 3-51, les trois éprouvettes sont prélevées dans la toile, à la même distance du centre mais à des « hauteurs » différentes selon la direction axiale du disque brut de forge. Il en résulte une différence significative de microstructure dans les zones de prélèvement.

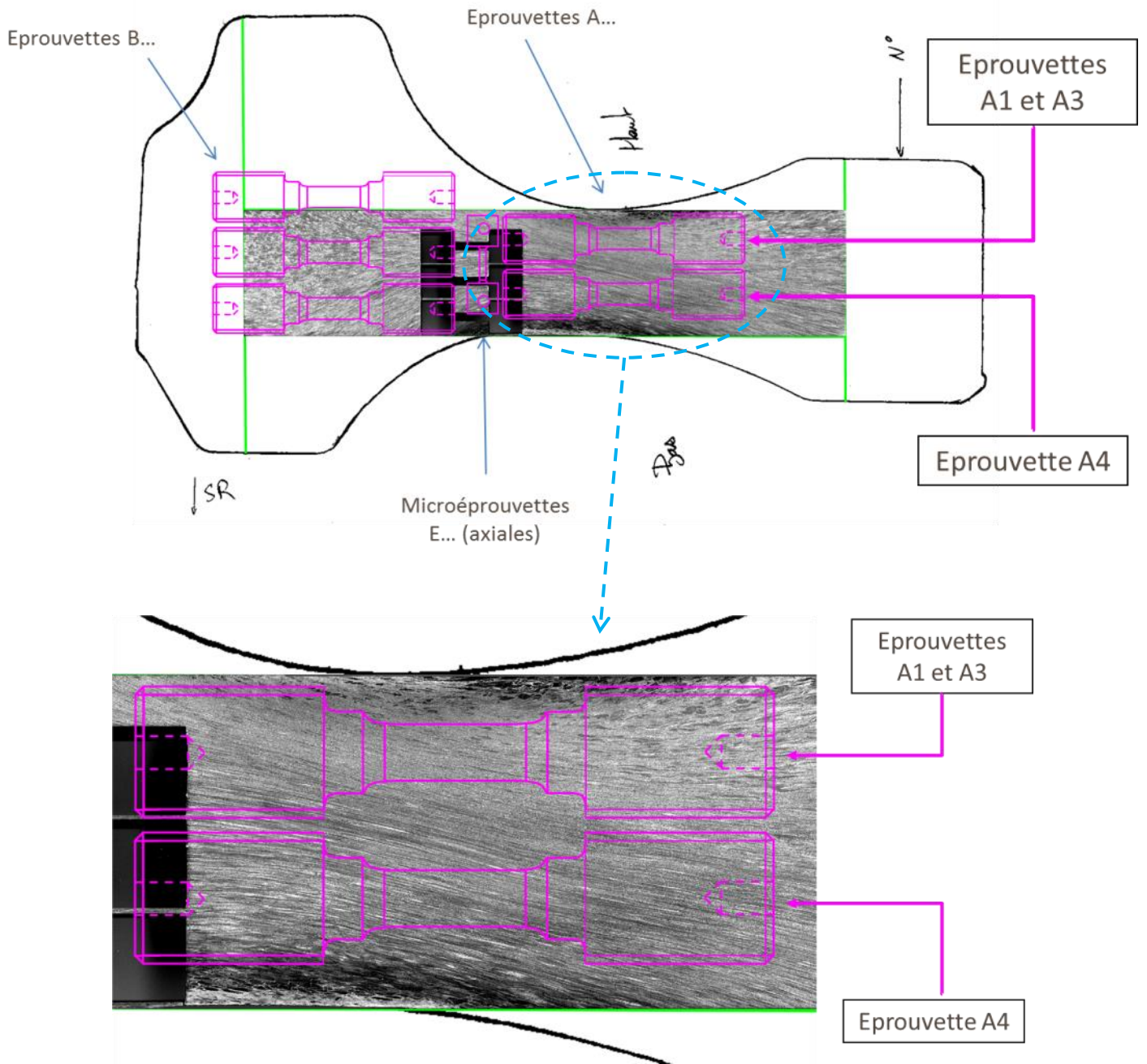


Figure 3-51 Plan de prélèvement des éprouvettes à section carrée

Cette différence est observable à l'échelle macroscopique. Le fibrage issu du forgeage n'est pas le même pour ces deux zones de prélèvement. La partie utile de l'éprouvette A4 se trouve dans une zone où le fibrage est très marqué et allongé. Le fibrage sur les parties utiles des éprouvettes A1 et A3 est moins marqué et plus équiaxe. A une échelle plus fine, il est possible de voir une différence nette sur le plan de la morphologie de la microstructure.

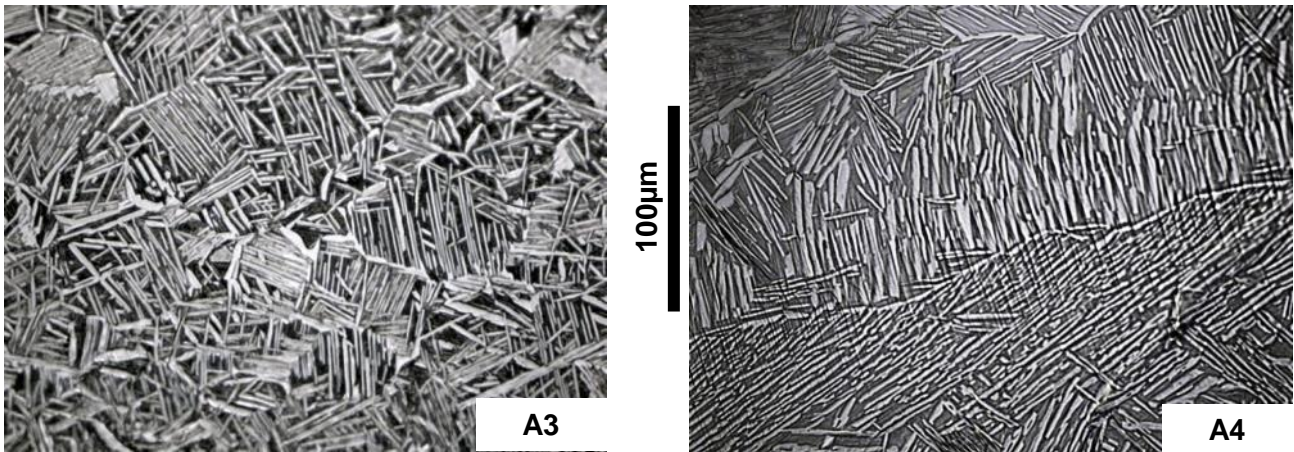


Figure 3-52 Microstructures représentatives des éprouvettes à section carrée en Microscopie Optique

La figure 3-52 ci-dessus montre deux microstructures très différentes qui sont également à considérer pour expliquer la différence de comportement entre les deux zones de prélèvement. La microstructure des éprouvettes A1 et A3 se ressemble. Elle est relativement fine, constituée essentiellement de courtes lamelles enchevêtrées ou regroupées en petites colonies. Ce type de microstructure conduit à une déformation limitée en dwell. Au contraire, la microstructure de l'éprouvette A4 présente des lamelles plus longues, légèrement plus larges mais souvent regroupées en grandes colonies. Ces colonies forment souvent des plumes. Cette microstructure est l'origine d'une déformation bien plus importante durant le précyclage dwell. Etant donné que les essais ont été interrompus avant rupture, l'influence de cette différence de microstructure sur la durée de vie en dwell n'est pas établie. Cependant, selon les remarques faites au paragraphe 2.1, la durée de vie de l'éprouvette A4 serait très probablement plus faible que celle des éprouvettes A1 et A3.

Faute de temps, les essais prévus à partir de ce précyclage n'ont pas été réalisés. Cependant ces trois expériences montrent une fois de plus que lorsque les essais mécaniques sont réalisés avec des éprouvettes de faible épaisseur, les conséquences de la présence de plumes se font significativement sentir macroscopiquement. De façon systématique, les déformations atteintes sont alors plus importantes qu'en présence de microstructures métallurgiques plus homogènes.

6 Conclusion

Les essais réalisés, dont les analyses sont présentées dans ce chapitre, concernent des éprouvettes « massives ». Elles permettent de décrire le comportement moyen du matériau étudié sous sollicitation de fatigue et de dwell. Dans les conditions expérimentales utilisées durant cette étude, l'alliage Ti6242 présente un abattement important en dwell. Pour chaque essai, la déformation suit une évolution similaire incluant trois stades. Les dispersions de durées de vie se traduisent également par une différence systématique de l'évolution de la déformation au cours de l'essai, en particulier durant les tout premiers cycles. Le faciès de rupture révèle un amorçage subsurfacique de type plume aussi bien en dwell qu'en fatigue. Pour une durée de vie particulièrement faible en dwell, cette plume de grande taille se rompt de manière presque perpendiculaire à l'axe de traction. Les observations sur le faciès et coupe longitudinale indiquent un processus de quasi-clivage au sein de cette configuration microstructurale tridimensionnelle complexe. A la surface des éprouvettes, les structures de type plume sont le siège préférentiel d'une déformation importante. Cela apparaît clairement à travers les mesures de relief réalisées. Des analyses MET seraient cependant nécessaires afin de distinguer à une échelle très fine les sollicitations de fatigue et de dwell. En effet les structures de dislocations générées durant les essais interrompus semblent différentes et se bloquer réciproquement. A l'échelle des éprouvettes, les microstructures métallurgiques variées sont à l'évidence responsables de comportements très différents.

La présence de plumes pouvant expliquer des différences importantes de comportement en dwell et de durabilité, il serait utile de disposer d'un outil d'analyse quantitative capable d'identifier et localiser ces microstructures spécifiques. Une partie importante du travail de thèse a été consacrée au développement d'un tel outil fondé sur des méthodes de traitement d'images. Cet aspect est abordé dans le chapitre 4 suivant.

Chapitre 4

*Développement d'un outil de traitement
d'images apte à repérer des microstructures de
type « plume »*

Le chapitre précédent fait apparaître la nécessité de disposer d'un outil d'analyse de la microstructure afin de pouvoir repérer et quantifier des éléments microstructuraux tels que les plumes. L'objectif du 4^{ème} chapitre est de répondre à ce besoin. Après un rappel au point 1 sur la microstructure lamellaire du Ti6242, le point 2 présentera deux approches alternatives possibles du traitement d'images. Celle finalement retenue sera détaillée au point 3.

1 Introduction au problème

1.1 Rappel terminologique : orientation cristallographique et morphologique

Dans les alliages purement lamellaires, la phase α_p précipite sous forme de plaquettes ou « lamelles » [1]. Lorsque ces plaquettes sont interceptées par le plan de coupe d'une préparation métallographique ou plus généralement par la surface d'une éprouvette ou d'un composant, elles apparaissent en tant qu'aiguilles ou lamelles. Ces lamelles peuvent être caractérisées par divers paramètres : surface, longueur, largeur, élancement... et deux orientations qu'il s'agit de ne pas confondre. Ces deux informations complémentaires sont :

- l'orientation morphologique θ de la lamelle qui décrit l'inclinaison « apparente » de la lamelle au sein du plan de coupe dans lequel on l'observe. (Remarque : dans un autre plan de coupe, cette orientation sera différente). Cet angle est défini arbitrairement, souvent directement en lien avec des repères géométriques associés à la surface étudiée ou à une direction de chargement mécanique. On choisira par exemple l'axe horizontal orienté vers la droite et le sens trigonométrique pour définir la valeur d'angle θ comme illustré sur la figure 4-1. Cet angle varie de 0 à 180°.

- l'orientation cristallographique de la lamelle qui correspond à la disposition du réseau cristallin par rapport à un repère macroscopique ((RD ; TD ; ND)). Cette orientation peut être entre autres décrite par les trois angles d'Euler (φ_1 ; Φ ; φ_2).

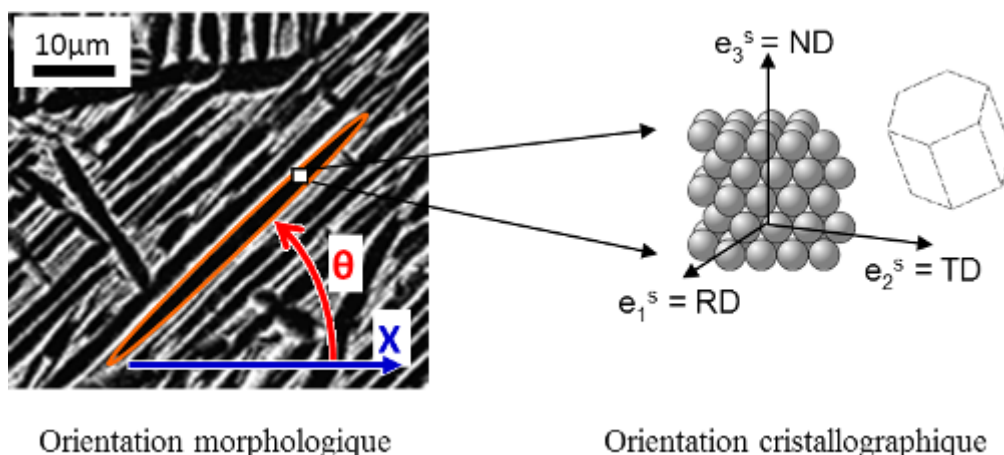
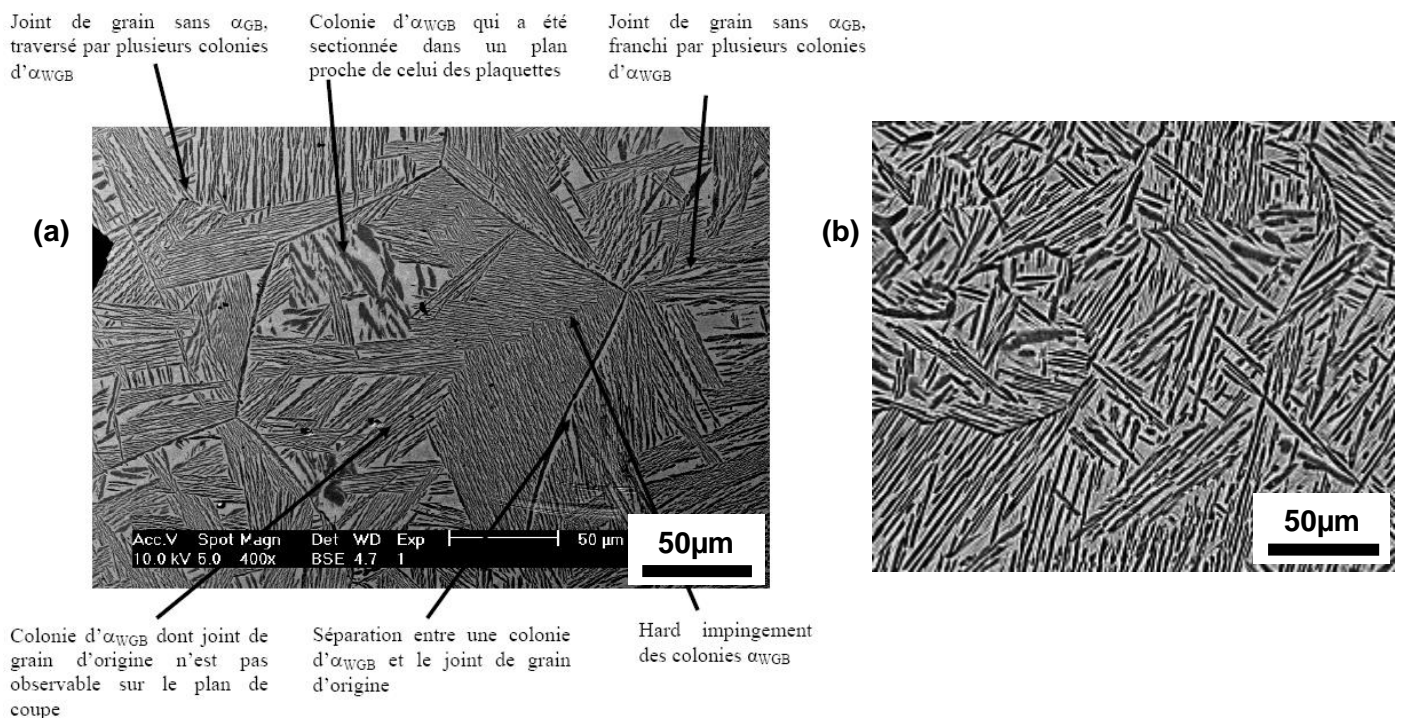


Figure 4-1 Conventions sur l'orientation morphologique

1.2 Origine métallurgique des colonies et des plumes

La microstructure métallurgique des alliages de titane α/β dépend très fortement des paramètres thermomécaniques de mise en forme des pièces. Les microstructures équiaxe, duplex et purement lamellaire pouvant être obtenues ainsi que les paramètres procédé associés ont été présentés au paragraphe 1.3 du chapitre 1.

La microstructure métallurgique du Ti6242 étudiée durant la thèse est de type « forgé- β ». Pendant la phase de refroidissement à partir du domaine β , la phase α commence à précipiter aux joints de grains β . Cette phase α_{GB} (Grain Boundary) peut prendre la forme d'une couche plus ou moins épaisse et continue le long des joints de grains β . La transformation de phase se poursuit par la croissance de lamelles partant des joints de grains β . Suivant notamment la vitesse de refroidissement, ces lamelles peuvent être enchevêtrées ou alignées. Dans ce dernier cas, la morphologie correspondante est nommée α_{WGB} (Widmanstätten Grain Boundary). Il s'agit de colonies constituées de plaquettes de phase α alignées et parallèles entre elles, séparées par une fine couche de phase β . Toutes les lamelles ont la même orientation cristallographique en relation de Burgers avec la phase β et souvent proche de l'orientation cristallographique de la phase α_{GB} à partir de laquelle elles croissent.



**Figure 4-2 (a) Grain β entièrement rempli de colonie α_{WGB} [7] ;
(b) Petites colonies + lamelles enchevêtrées**

Pour une faible vitesse de refroidissement, ces colonies α_{WGB} ont le temps d'envahir tout le grain β (cf. figure 4-2 (a)). (La taille des colonies est donc directement obtenue en divisant la taille de grain β

par le nombre de colonies par grain). Lorsque la vitesse de refroidissement est plus élevée, de nouvelles lamelles croissent à partir de germes intragranulaires, i.e. à partir des dislocations [9]. Ne partant pas d'un germe commun, ces lamelles peuvent prendre des orientations morphologiques très diverses, tout en respectant les relations d'orientation cristallographiques de Burgers. De petites colonies et/ou des lamelles enchevêtrées se forment alors à côté des colonies α_{WGB} (cf. figure 4-2 (b)).

Si des colonies de lamelles α_{WBG} croissent de part et d'autre du joint de grain β , il se forme alors une structure particulière que l'on nomme « plume ». Les colonies constituant une plume sont plus ou moins larges et peuvent être entourées de lamelles enchevêtrées (cf. figure 4-3). Ces structures plumes sont particulièrement marquées dans le cas d'une microstructure forgée β . Les colonies constituant les plumes sont de forme très allongée tout comme les grains β obtenus à la fin du forgeage. Une plume peut ainsi mesurer quelques centaines de micromètres en largeur et plusieurs mm en longueur (environ 8 mm pour les plus longues plumes observées).

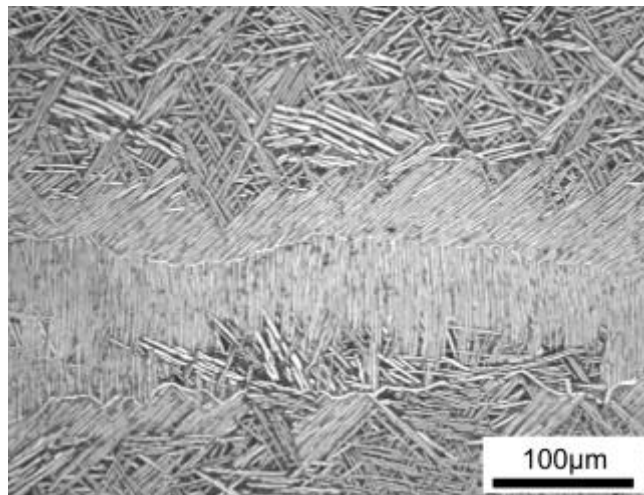


Figure 4-3 Arrangement des lamelles sous forme de « plume » entourée de lamelles enchevêtrées

1.3 Localisation à l'échelle du disque

La morphologie finale de la microstructure dépend de la vitesse de refroidissement mais également d'un grand nombre d'autres paramètres comme la morphologie des grains β , le taux et la vitesse de déformation durant le forgeage [1], [128].

Ainsi, dans un même disque, la microstructure n'est pas homogène. En raison de la forme du disque obtenu à partir d'une billette cylindrique, les paramètres cités ci-dessus varient d'une zone à l'autre du disque. De manière très simplifiée, plus l'épaisseur est grande, plus le taux de déformation est faible, plus la vitesse de refroidissement est faible. Aujourd'hui, ces paramètres peuvent cependant être « facilement » déterminés par des simulations numériques de forgeage.

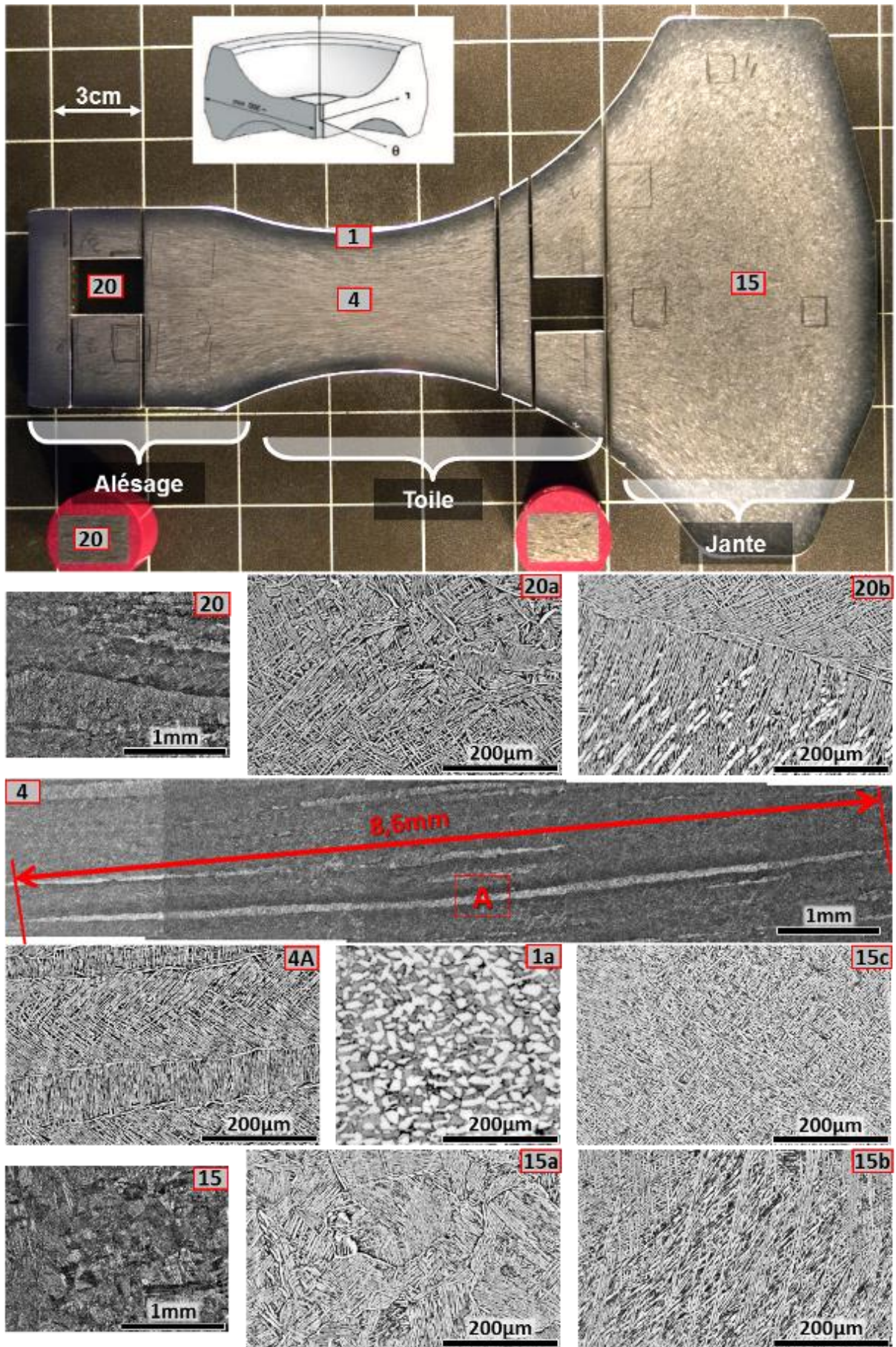


Figure 4-4 Section d'un disque brut de forge Snecma et micrographies typiques de différentes zones

Néanmoins, pour les alliages de titane, la prédiction de la microstructure à une échelle fine telle que la morphologie des phases ou encore l'arrangement des lamelles sous forme de plumes n'est pas possible. Les Post-Processseurs Métallurgiques disponibles et utilisés industriellement permettent au mieux de calculer un taux de phase alpha. Pour d'autres classes de matériaux telles que les superalliages base nickel, ce type de modélisation est plus développé.

Un disque brut de forge peut être divisé en 3 zones principales comme illustré en figure 4-4 :

- La jante : cette zone correspond à la circonférence extérieure du disque sur laquelle seront fixées les aubes mobiles du compresseur. Cette zone, très massive, subit une déformation modérée pendant le forgeage. La microstructure est ainsi peu fibrée et équiaxe (cf. zoom sur la zone "15"). Des microstructures très diverses peuvent être observées : des amas de petites colonies (cf. micrographie "15a"), des lamelles enchevêtrées (cf. micrographie "15b") ou encore des lamelles arrangées en vanneries (cf. micrographie "15c"). Les colonies les plus grandes peuvent atteindre 500 μm . Le nombre de plumes est faible. En service, cette zone subit des contraintes mécaniques multiaxiales et des températures autour de 200-300 °C.

- La toile : cette zone correspond à la partie la plus fine du disque. Elle subit une grande déformation lors du forgeage et est en conséquence très fibrée morphologiquement et cristallographiquement. Le fibrage morphologique est quasiment aligné avec la direction radiale du disque. Les colonies de lamelles α , ainsi que les très nombreuses plumes, sont très allongées. Elles peuvent atteindre plus de 8 mm en longueur (cf. zoom sur la zone "4"). Les ex-grains β , aplatis par le forgeage, sont souvent remplis par une seule colonie de lamelles (cf. micrographie "4A"). Cette colonie forme alors une plume avec les deux colonies se trouvant dans les deux ex-grains β adjacents. Le haut de toile correspond à la zone de transition entre la « vraie » toile et la jante. La direction du fibrage morphologique change et la microstructure devient progressivement plus grossière et équiaxe. Cette partie du disque subit essentiellement une contrainte en service de traction. La température subie est faible.

- L'alésage : cette partie du disque est celle en contact avec l'arbre moteur. Du point de vue de la microstructure, cette zone est un cas intermédiaire entre la toile et la jante. Le fibrage morphologique est moins marqué que dans la partie toile mais plus que dans la jante. De plus, la microstructure n'est pas homogène dans cette zone. On distingue en général une zone plus fibrée (« maximum grain flow ») et une zone plus grossière et équiaxe (« low grain flow »). Dans cette zone, les colonies de lamelles α sont particulièrement grandes et surtout larges (cf. zoom sur la zone "20"). Il existe une grande proportion de lamelles enchevêtrées (cf. micrographie "20a") mais également un grand nombre de plumes (cf. micrographie "20b"). Ces plumes sont plus larges et plus courtes que dans la partie toile. De plus, elles ne sont souvent constituées que de deux colonies de part et d'autre d'un ex-joint de grains.

Il est à noter que la microstructure pouvant être trouvée en peau du disque (cf. exemple de la micrographie "1a") est différente de la microstructure des trois zones citées ci-dessus. Cependant, comme cette zone est éliminée lors de l'usinage de la pièce finale, la microstructure correspondante n'est pas étudiée.

1.4 Introduction au traitement d'images

Il a été montré à travers diverses études (cf. paragraphe 6 du chapitre 1 bibliographique) que l'état microstructural de cet alliage influence la tenue des pièces vis-à-vis d'une sollicitation de type dwell. Bien que les mécanismes impliqués ne soient pas clairement identifiés, des observations d'éprouvettes rompues ont montrées que le phénomène est presque toujours associé à un amorçage de type quasi-clivage sur des colonies de lamelles α de très grande taille et arrangées en « plume » (cf. paragraphe 8.1 du chapitre 1 bibliographique). Il apparaît alors très utile de développer un outil de détection et de quantification de ces structures spécifiques.

Une « plume » est un agencement côte à côte de deux grandes colonies de lamelles. Sur l'exemple de la figure 4-5, les lamelles de la colonie du haut sont orientées à environ 40° et celles de la colonie du bas présentent des lamelles verticales.

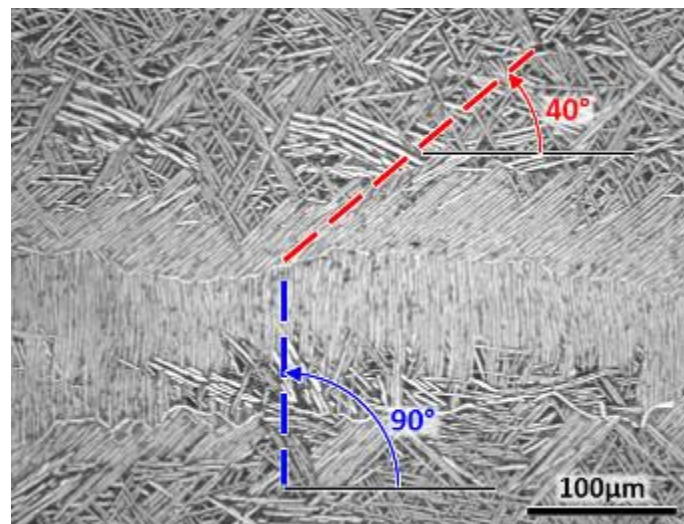


Figure 4-5 Image optique d'une plume (donnée Snecma)

Cette partie du manuscrit est dédiée à l'élaboration d'un algorithme de traitement d'images ayant pour objectif la détection et la caractérisation des plumes. Rappelons qu'un précédent outil de traitement d'images avait été élaboré par Snecma dans le cadre de stages successifs. Ce traitement utilisait l'opérateur IRON pour détecter les colonies et uniquement les colonies de lamelles de phase α primaire (cf. [2] et [3]). Il n'était pas adapté au repérage des plumes.

Les objectifs étaient donc de mettre en place un nouvel algorithme apte à repérer les plumes et à évaluer leurs dimensions et orientation (angle θ), ceci sur des surfaces étendues caractérisées soit par microscopie optique, soit par microscopie électronique à balayage. Un atout pour ce développement était de disposer dans certains cas de références sous la forme de cartographies EBSD de grande taille décrivant ces structures spécifiques sur la base d'informations physiques (orientation cristallographique) et non uniquement géométriques.

Le logiciel utilisé pour développer cet algorithme est Visilog Xpert 6.600 commercialisé par la société Noesis. Il est utilisé à travers une interface graphique regroupant les fonctions de traitement les plus courantes et un éditeur de procédure en langage VBA.

Afin de simplifier les explications à venir, le vocabulaire ci-dessous est introduit pour décrire les différents types de configurations lamellaires rencontrés dans la matière étudiée. La figure 4-6 présente ces différentes configurations au même grandissement.

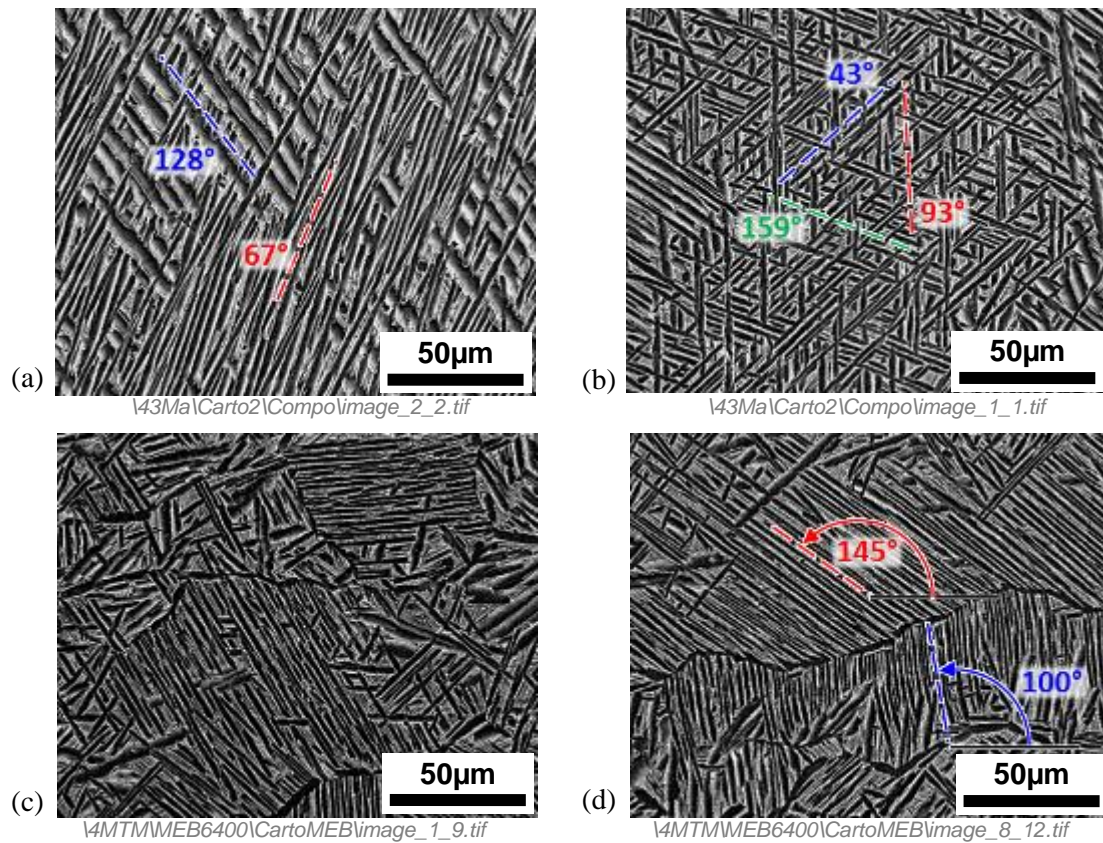


Figure 4-6 Les microstructures du Ti6242

- a) Zone de lamelles enchevêtrées, les lamelles ont deux orientations (67 et 128°).
- b) Zone enchevêtrée, microstructure en vannerie dans la zone centrale ; les lamelles sont présentes suivant trois orientations (43, 93 et 159°).
- c) Les lamelles peuvent être regroupées en colonies plus ou moins grandes.

d) Les lamelles sont regroupées en colonies, adjacentes, séparées par un ex-joint de grains β . C'est cette disposition de colonies adjacentes que l'on nomme « plume ». Une plume peut être constituée de deux ou trois « couches ». Sur cet exemple, la plume possède deux « couches » : la couche « supérieure » est constituée de lamelles orientées à $\theta = 145^\circ$ et la couche « inférieure » de lamelles à $\theta = 100^\circ$. Les « couches » sont donc définies par l'orientation morphologique et non pas par l'orientation cristallographique. Ainsi, elles correspondent souvent aux colonies constituant la plume.

e) Un exemple de plume comportant trois « couches » est donné en figure 4-7 : la couche « supérieure » est constituée des lamelles orientées à $\theta = 151^\circ$, la couche « du milieu » de lamelles à $\theta = 91^\circ$ et la couche « inférieure » de lamelles à $\theta = 43^\circ$. La couche du milieu constitue probablement un seul ex-grain β très aplati par le processus de forgeage.

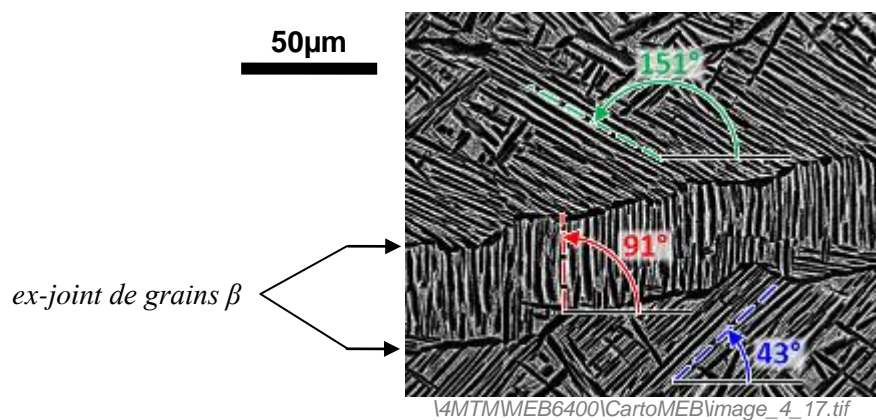


Figure 4-7 Plume à trois « couches »

2 Principes de l'algorithme développé

La première étape nécessaire est de développer une procédure permettant de détecter sur une image toutes les colonies de lamelles α et d'en extraire des grandeurs caractéristiques. Ce problème peut être abordé d'au moins quatre façons différentes. L'une des approches est l'utilisation de l'opérateur IRON, procédure Snecma implémentée par Snecma lors de précédents stages. Trois autres approches sont présentées ci-dessous.

2.1 Première approche : identification/individualisation des lamelles

Cette approche consiste à détecter chaque lamelle de manière individuelle puis à regrouper ces lamelles en colonies suivant un double critère de proximité spatiale et de similarité en orientation morphologique. Elle se compose des étapes suivantes, illustrées pas à pas sur la figure 4-8 :

(a) Image de départ à traiter, dans cet exemple une image obtenue par microscopie optique.

(b) Filtrage de l'image pour rehausser le contraste. Cette étape rend les lamelles α plus blanches et la matrice β plus noire dans le cas d'une image optique.

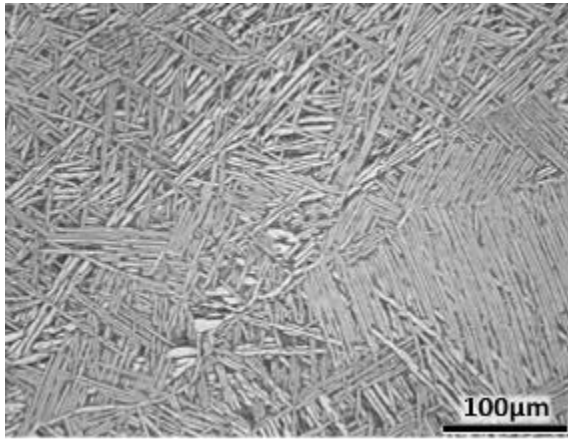
(c) « Binarisation » (ou seuillage) de l'image : tous les pixels appartenant à une lamelle ont maintenant la valeur 1 (bleu) et tous les autres prennent la valeur 0 (noir).

(d) « Labellisation » des lamelles : un numéro unique est attribué à chaque lamelle (chaque couleur correspond à un numéro, définie de manière aléatoire).

(e) Filtrage des lamelles trop courtes et/ou des lamelles collées entre-elles (ces dernières perturbent le calcul précis de l'orientation morphologique).

(f) Segmentation de l'image suivant le premier critère d'orientation des lamelles. Dans cet exemple, toutes les lamelles ayant une orientation morphologique entre $\theta = 110^\circ$ et 120° sont isolées. Ceci permet de regrouper la majorité des lamelles appartenant à la grande colonie visible sur la droite de l'image de départ.

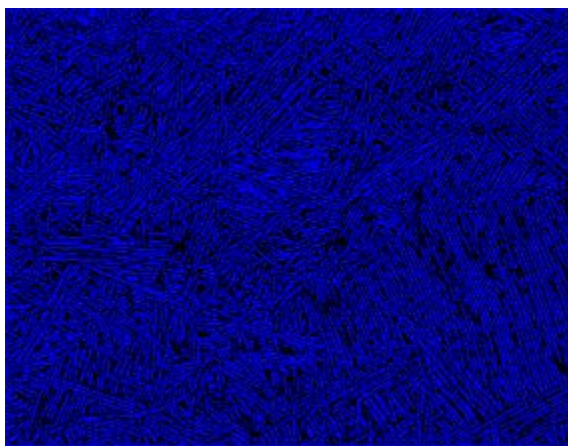
(g) Segmentation de l'image selon le deuxième critère de distance entre les lamelles de même orientation. Cette dernière étape du traitement n'a pas été mise en place. Elle consisterait à regrouper les lamelles proches les unes des autres spatialement.



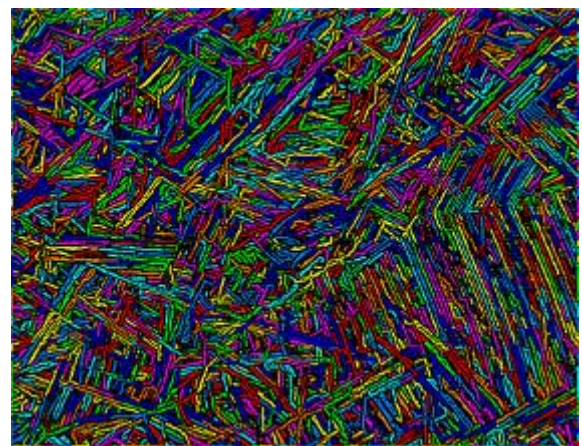
(a) Image de départ brute (microscopie optique)



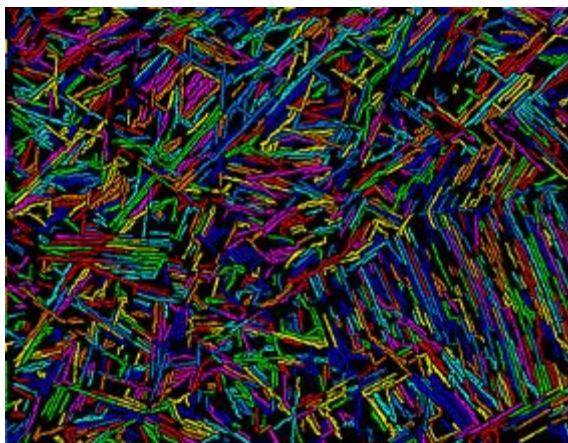
(b) Image traitée pour augmenter le contraste



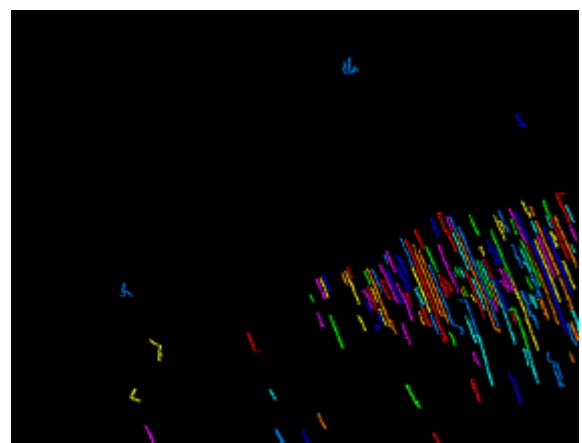
(c) Image binarisée (bleu=1 ; noir=0)



(d) Image labellisée (une lamelle = un numéro)



(e) Image labellisée après avoir filtré les lamelles courtes



(f) Image des lamelles longues et d'orientation morphologique comprise entre 110° et 120° .

Figure 4-8 Etapes de l'identification des lamelles

La figure 4-8 montre que la majorité des lamelles sont bien identifiées à l'étape (d). Certaines lamelles, en particulier les plus larges sont cependant mal définies. Elles sont souvent divisées en plusieurs lamelles plus petites. D'autres lamelles qui sont très proches, pour lesquelles la phase β les

séparant est très fine, sont identifiées comme une seule lamelle. Ces deux erreurs perturbent le regroupement correct en colonies.

La figure précédente montre comment il est possible de repérer une colonie identifiée qualitativement sur une image de microscopie optique. Quelques lamelles « parasites » subsistent dans cette identification. Afin d'identifier toutes les colonies dans une image, les étapes (f) et (g) doivent être itérées plusieurs fois, par exemple de $\theta = 0$ à 180° tous les 10° .

Cette procédure très directe dans ses principes pose encore plusieurs problèmes :

1) Une identification sûre des lamelles n'est possible que si l'image de départ est très nette et fortement contrastée. Un filtrage est toujours possible. Il doit cependant être finement ajusté à l'image de départ et dépend du type d'image (optique, SE, BSE...). Cette procédure n'est donc pas bien adaptée à une utilisation automatique à partir d'images MEB, les réglages de ce dernier, d'une séance d'acquisition à l'autre, conduisant à des images légèrement différentes.

2) Certaines lamelles apparaissent jointes, soit parce qu'elles se croisent, soit parce que la phase β y est très fine. La procédure identifie alors de « fausses » lamelles de forme non adaptée pour lesquelles il n'est pas possible de calculer une orientation morphologique correcte. Pour mettre en évidence cette difficulté, une image test a été créée (voir figure 4-9 ci-dessous).

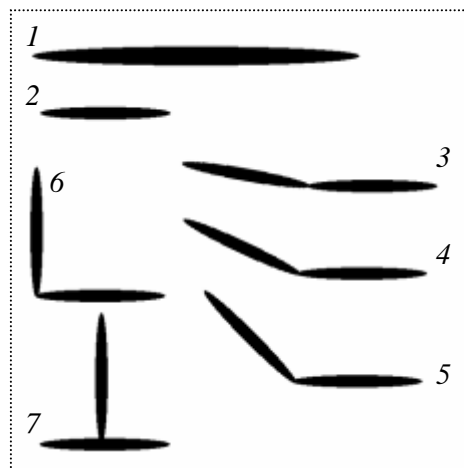


Figure 4-9 Image test de lamelles jointes.

<i>Forme</i>	<i>Orientations réelles</i>	<i>Orientation calculée par Visilog</i>
1	0°	0°
2	0°	0°
3	0° et 10°	-5.1°
4	0° et 25°	-12.4°
5	0° et 45°	-22.4°
6	0° et 90°	-45.0°
7	0° et 90°	-87.1°

Tableau 4-1 Orientations des lamelles testées

Chacun des couples de lamelles de l'image test est reconnu par le logiciel comme une seule lamelle et possède donc une seule orientation. Ces orientations se trouvent dans le tableau 4-1. On s'aperçoit que lorsque les lamelles sont jointes « bout à bout », c'est-à-dire dans les cas 3 à 6, l'orientation calculée est la moyenne des orientations de chacune des lamelles. Ceci n'est plus le cas lorsqu'elles sont collées autrement (Forme 7 de la figure ci-dessus). Dans tous ces cas les orientations calculées ne sont pas représentatives de la morphologie réelle.

De plus, les lamelles jointes sont souvent celles du bord des colonies. Ce bord est donc mal délimité, ce qui induit des erreurs sur la taille des colonies. S'il n'est pas possible d'éviter que certaines lamelles « se collent », il faudrait au moins établir un critère pour différencier les lamelles séparées de celles jointes.

3) Le dernier inconvénient de cette méthode est que le nombre de données à traiter est très important. En effet, une colonie moyenne est composée de 20 à 100 lamelles. Il faudrait donc traiter les images une par une. Un assemblage de très grande taille, comme celui illustré sur la figure 4-21 en page 194, ferait dépasser la limite du logiciel Visilog de 65 535 labels par image.

Néanmoins, cette approche pourrait s'avérer intéressante notamment si l'on souhaite déterminer d'autres grandeurs comme par exemple le taux d'enchevêtrement des lamelles.

Il faut également considérer qu'il est probable que cette approche soit tout à fait adaptée pour identifier les lamelles individuellement si les jeux d'images étaient établis à plus fort grandissement. Naturellement dans ce cas c'est la taille totale des zones étudiées qui sera très limitée.

Vu l'ensemble de ces difficultés et limitations, d'autres procédures ont été étudiées.

2.2 Deuxième approche : détection de la texture

Il existe plusieurs approches pour déterminer une texture dans une image. Celles utilisées par le logiciel de traitement d'images Visilog sont fondées sur l'utilisation de différents filtres spatio-fréquentiels. En particulier, les filtres de Law, la Transformé de Fourier Rapide (FFT) suivie d'un calcul d'inertie et le filtre de Gabor ont été étudiés. Les premières étapes du traitement ont été réalisées de la même manière avec les trois approches afin de pouvoir choisir la mieux adaptée à la problématique.

La commande LAWFILTERING de Visilog permet la création d'une série d'images d'énergie. L'énergie de la texture en un point donné est la somme des valeurs absolues des pixels dans un voisinage de 5 x 5 pixels après convolution de l'image avec un des masques obtenus par combinaison des filtres linéaires de Law. Elle quantifie « l'intensité » du contour détecté. Il est seulement possible de faire 4, 9, 16 ou 25 divisions angulaires. En d'autres termes, la résolution angulaire du calcul n'est pas quelconque et ne peut être inférieure à $7,2^\circ$ ($180^\circ/25$). Pour cette raison, les filtres de Law n'ont pas été étudiés plus en détail.

Les deux autres pistes ont été essayées et mises en pratique. L'utilisation du filtre de Gabor a été relativement intuitive et sera donc décrite en premier dans cette partie. La FFT sera étudiée dans la partie suivante.

2.2.1 Les outils

Définition : Un filtre de Gabor est un filtre linéaire dont la réponse impulsionnelle est une sinusoïde modulée par une fonction gaussienne. Il porte le nom du physicien anglais d'origine hongroise Dennis Gabor. Il s'agit d'un filtre fréquentiel et surtout directionnel qui permet la détection d'un réseau de traits parallèles. Les images suivantes en figure 4-10 en donnent un exemple.

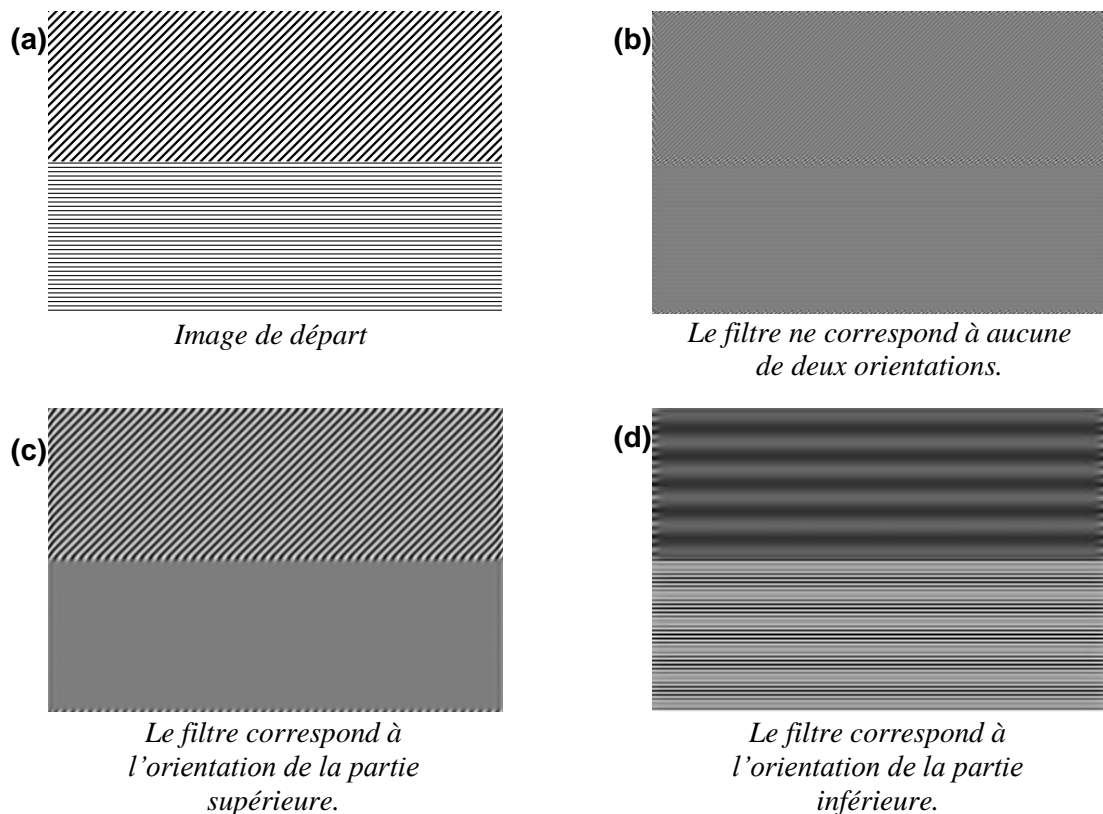


Figure 4-10 Action du filtre de Gabor.

Exprimé de manière simple, ce filtre laisse passer les zones de l'image ayant une texture orientée dans la même direction que le filtre. Sur la figure 4-10, l'image de départ (a) est composée de deux parties ayant des orientations différentes. Lorsque l'on applique le filtre à l'image et que l'orientation du filtre ne correspond à aucune des orientations de l'image, celle-ci est complètement effacée et donc grise (image résultat (b)). En revanche, si l'orientation du filtre coïncide (ou est proche) avec celle des traits de l'image, ces derniers subsistent alors que le reste de l'image est effacé (images résultat (c) et (d)).

Dans Visilog, la fonction GABORFILTERING permet d'appliquer directement le filtre de Gabor à une image. Cette fonction a permis d'obtenir la figure précédente. Elle considère deux paramètres en entrée : le nombre d'orientation n_o et le nombre de fréquences n_f à analyser. n_f et n_o sont des entiers plus grands que un. Etant donné qu'on ne s'intéresse qu'à la texture spatiale, le nombre de fréquences n_f est choisi égale à un.

Pour chaque entier entre 1 et n_o , la fonction applique le filtre à l'image. Ainsi, le résultat de la fonction GABORFILTERING est une série de n_o images. Chaque image correspond à une orientation du filtre et représente donc les lamelles qui ont cette orientation.

Une autre fonction utilisée est CONTRAST. En chaque point d'une image, elle calcule le niveau de contraste dans un petit voisinage du point. La taille du voisinage est réglable et doit être ajustée en fonction de l'espacement entre les lamelles. La valeur du contraste est donnée par :

$$\text{contraste} = \frac{\text{max} - \text{min}}{\text{max} + \text{min}}$$

où max et min sont respectivement la valeur maximale et la valeur minimale du niveau de gris dans le voisinage du point courant. La valeur du contraste est donc comprise entre 0 (noir) et 1 (blanc).

Reprenons l'exemple précédent lorsque l'orientation du filtre de Gabor coïncide avec la partie supérieure de l'image. Après application du filtre, seule la partie supérieure reste « hachurée ». Comme le montre la figure 4-11 e), la valeur du contraste y est grande (0,75) alors que dans la partie inférieure, le contraste n'est que de 0,008. On peut remarquer que les bords des deux parties sont altérés. Ceci provient du fait que la détection d'une orientation au bord est difficile.

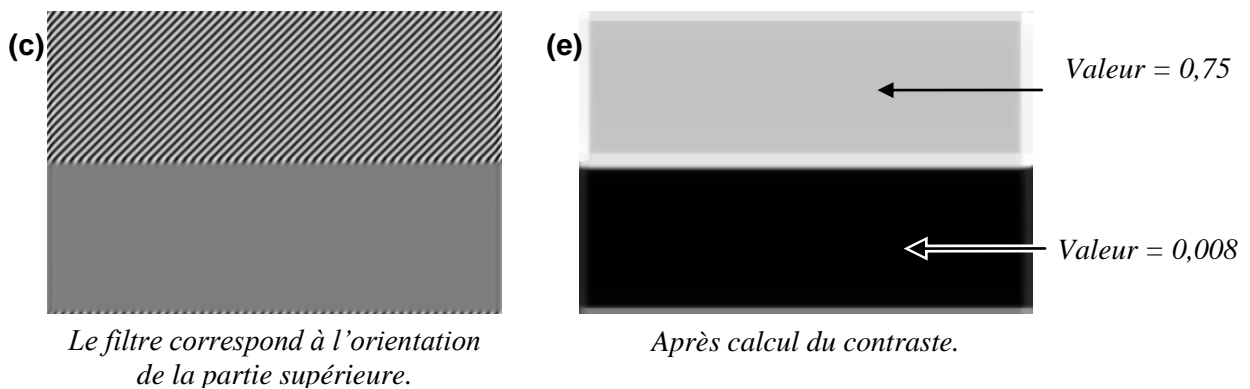


Figure 4-11 Effets de la fonction CONTRAST.

2.2.2 L'algorithme de calcul

Il faut tout d'abord choisir la résolution angulaire α souhaitée. Elle correspond à la plus petite différence d'orientation détectable. Si l'on choisit par exemple une résolution de 5° , deux lamelles dont l'orientation morphologique diffère d'un angle inférieur à 5° vont être détectées comme ayant la même orientation. Cette résolution est implémentée en choisissant le nombre n de filtres de Gabor correspondant. n est le nombre d'angles explorés sur 180° . Le lien entre la résolution angulaire α et le paramètre n est donc : $\alpha = \frac{180}{n}$. (n étant un entier).

Les étapes de l'algorithme sont les suivantes (voir figure 4-12 suivante) :

- On applique la fonction GABORFILTERING à l'image (a) obtenue par microscopie. On obtient donc une série de n images en sortie. L'image (b) est un exemple d'une image filtrée, dans cet exemple la 3^{ème} image parmi les $n = 20$.

- Sur chacune des n images filtrées, on effectue un calcul de contraste. Ainsi les zones des images où des lamelles « restent visibles » ont un niveau de gris élevé (grande valeur du contraste) et les zones sans lamelles ont un niveau de gris faible (contraste faible). On obtient à nouveau une série de n images. L'image (c), obtenue à partir de l'image (b), est un exemple d'image de contraste.

- On crée ensuite deux nouvelles images qui sont la carte des orientations et la carte de « confiance ». Ces images ont la même taille que l'image de départ. La carte des orientations, image (d), est construite pixel par pixel en parcourant la série des images de contraste. La valeur donnée au pixel est le numéro de l'image dans la série ayant le contraste maximal en ce pixel. La carte de confiance, image (e) est construite en donnant aux pixels la valeur du contraste maximal parmi les n images.

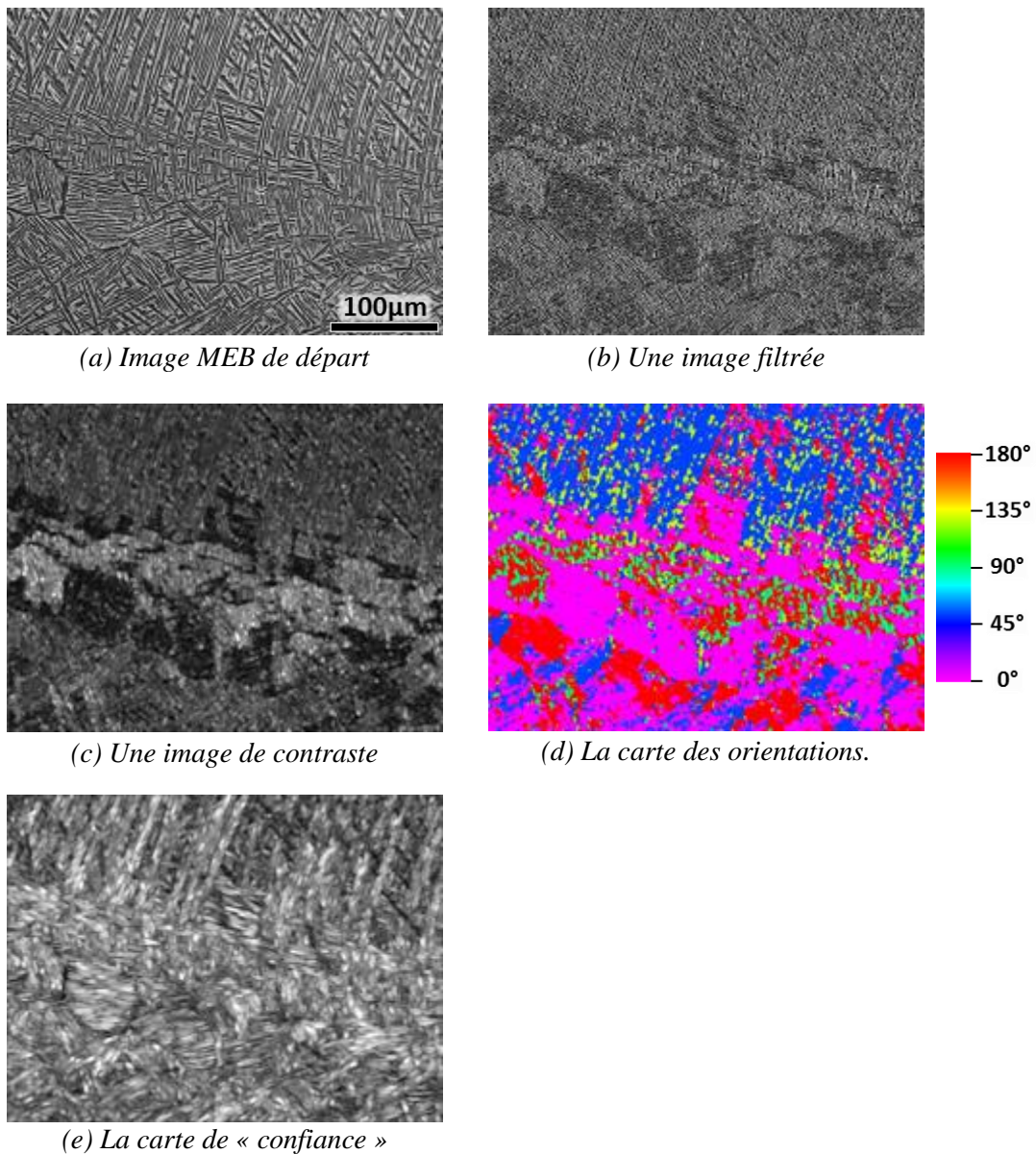


Figure 4-12 Illustration des étapes de traitement

La carte de « confiance » donne une information sur la qualité de détection de l'orientation. Plus l'orientation du filtre coïncide avec celle des lamelles, plus les lamelles resteront nettes après application du filtre et plus le contraste sera élevé. Il ne s'agit donc pas d'une confiance statistique ou mathématique au sens classique.

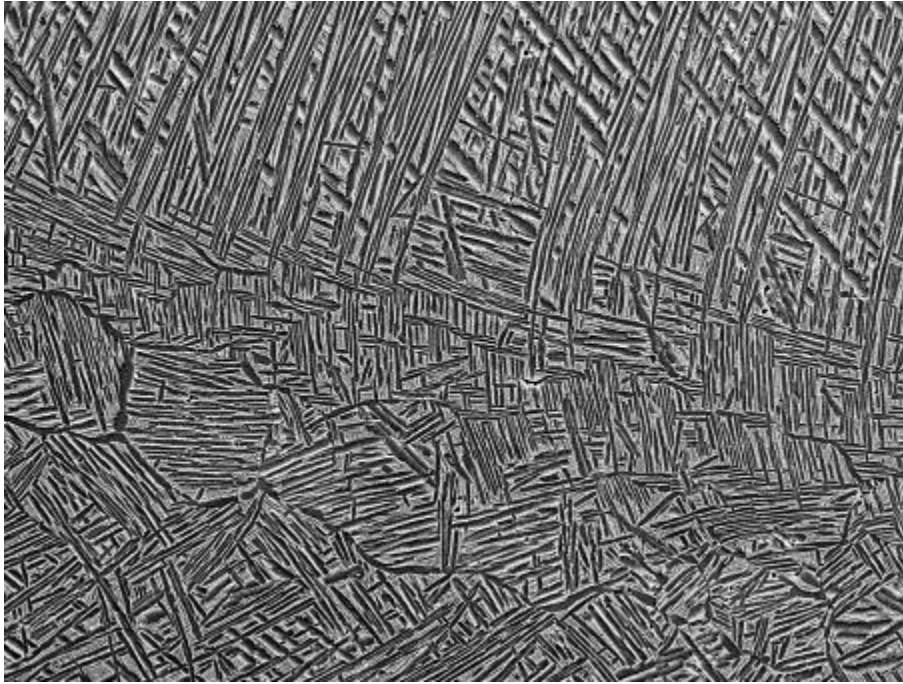
- Pour accéder aux colonies, il reste à segmenter la carte des orientations. Cette étape n'a pas été finalisée. Cependant il existe dans Visilog plusieurs fonctions qui pourront être utilisées pour cette étape. En particulier, la fonction REGIONGROWING utilise la méthode de la croissance de régions. Elle consiste à placer un « germe » sur la carte et à englober dans la région tous les pixels voisins répondant à un critère. Dans le cas présent, le critère est une différence d'orientation inférieure à un certain seuil, que l'on prend en général égal à la résolution angulaire α .

- Le but étant d'analyser la morphologie statistiquement sur une grande surface, on doit regrouper les résultats obtenus sur les différentes images. Les colonies pouvant être de taille millimétrique, une même et unique colonie peut se retrouver sur plusieurs images. Il faut donc reconstruire les colonies à partir des fragments répartis sur différentes images. La technique consiste à déterminer en première étape si une colonie se trouve ou non sur le bord d'une image. Si oui, ce fragment est gardé en mémoire et on vérifie sur l'image contiguë si une autre colonie se trouve sur le même bord et avec la même orientation. Dans ce cas, les deux fragments sont assemblés pour former une seule colonie. Cette reconstitution se poursuit jusqu'à ce qu'aucune colonie ne se trouve sur le bord ou que l'orientation des fragments soit différente.

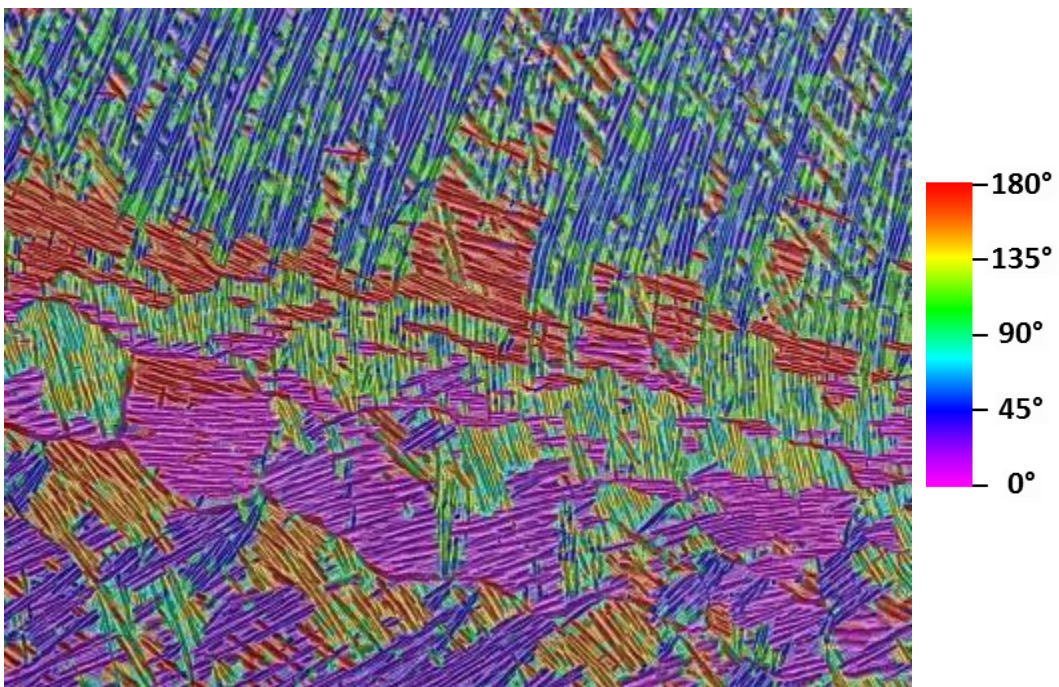
Cette dernière étape nécessite un travail long de programmation. Une solution serait d'assembler toutes les images de la cartographie en une seule image. L'étape de reconstitution des colonies serait alors superflue. Il faut cependant veiller à ne pas dépasser les limitations en termes de mémoire, en particulier celle allouée au logiciel Visilog.

Comme le montre la figure 4-13 suivante, la détection des orientations par cette approche fonctionne relativement bien. Il reste à délimiter spatialement les colonies pour envisager l'analyse statistique de grandes zones. L'élaboration de cette dernière étape pourra s'appuyer sur les résultats EBSD pour construire des colonies ayant un sens physique.

Remarque : bien que la procédure ne remplisse pas encore toutes les étapes prévues, l'analyse d'une seule image MEB prend environ 20 min pour une résolution angulaire de 5° sur un PC de bureau. Le temps de calcul est très sensible à ce paramètre angulaire. Si on divise la résolution par 2, ce temps est environ multiplié par 2.



(a) Image MEB de départ



(b) Carte des orientations superposée à l'image MEB pour une résolution angulaire de 9°

Figure 4-13 Comparaison entre image MEB et carte de l'orientation morphologique obtenue par filtre de Gabor

Remarque : le code des couleurs de l'orientation morphologique sur cette figure n'est pas optimisé. En effet, physiquement, les orientations 0° et 180° sont identiques et devraient donc être codées avec la même couleur.

3 Analyse de l'orientation morphologique à l'aide de la FFT

Remarque introductive : Le traitement d'images présenté précédemment est focalisé sur le repérage des colonies, qu'elles soient de petite ou de grande taille. Or, les éléments microstructuraux associés à l'amorçage de fissures en conditions dwell étant des plumes et plutôt de grande taille, il fallait développer une approche numérique apte à détecter ces microstructures spécifiques. Une troisième solution pour analyser l'orientation morphologique des lamelles est d'utiliser la Transformée de Fourier Rapide (FFT : Fast Fourier Transform). En se plaçant dans l'espace fréquentiel, cette méthode permet de détecter sur une image la répétition périodique de niveaux de gris. Les exemples concrets suivant permettent d'illustrer l'utilisation de la FFT ainsi que les résultats obtenus.

Le point de départ du traitement d'images est une cartographie de la surface de l'échantillon. Celle-ci peut être obtenue par microscopie optique ou électronique à balayage. Les images obtenues au MEB sont généralement plus contrastées et se prêtent mieux à ces analyses. La démarche est cependant applicable aux images réalisées en optique qui elles peuvent être obtenues en très grand nombre sur des surfaces extrêmement étendues si nécessaire. Chaque image constituant cette cartographie est appelée champ. Les champs sont de préférence répartis sur un quadrillage régulier de N_c colonnes et N_l lignes. Pour faciliter le traitement automatique, le nom du fichier de chaque champ contient le numéro de ligne et de colonne.

L'algorithme développé peut se décomposer en 4 étapes principales :

- 1) Calcul des cartes d'orientation morphologique et d'enchevêtrement champ par champ ;
- 2) Assemblage des cartes élémentaires précédemment calculées en une seule carte de l'orientation morphologique et une autre carte d'enchevêtrement ;
- 3) Repérage des colonies, regroupement des colonies en « groupes » de colonies juxtaposées, filtrage de ces groupes pour ne garder que les plus grands qui correspondent finalement aux plumes ;
- 4) Quantification des plumes, par exemple en termes de surface, longueur, largeur...

Ces étapes sont développées successivement ci-après.

3.1 Calcul des cartes d'orientation morphologique et d'enchevêtrement champ par champ en utilisant la FFT

L'utilisation de la FFT entraîne le passage du domaine spatial (image de la microstructure) au domaine fréquentiel (espace de Fourier). Dans cet espace, il est impossible de connaître la position géométrique d'une lamelle. L'astuce consiste donc à analyser les champs localement pour déterminer la texture locale, c'est-à-dire l'orientation morphologique locale des lamelles. Les étapes du calcul sont les suivantes :

- extraction d'une petite zone d'intérêt de l'image de départ qui ne contient plus que quelques lamelles (entre 5 et 10 lamelles). Le carré rouge sur la figure 4-14 ci-dessous correspond à une telle zone d'intérêt ;
- calcul de la FFT sur la zone d'intérêt ;
- analyse de la FFT pour déterminer localement l'orientation morphologique et l'enchevêtrement (voir §3.1.1 et §3.1.2) ;
- répétition des trois étapes précédentes sur la zone d'intérêt adjacente jusqu'à ce que tout le champ soit balayé.

La zone d'intérêt est également appelée fenêtre de calcul.

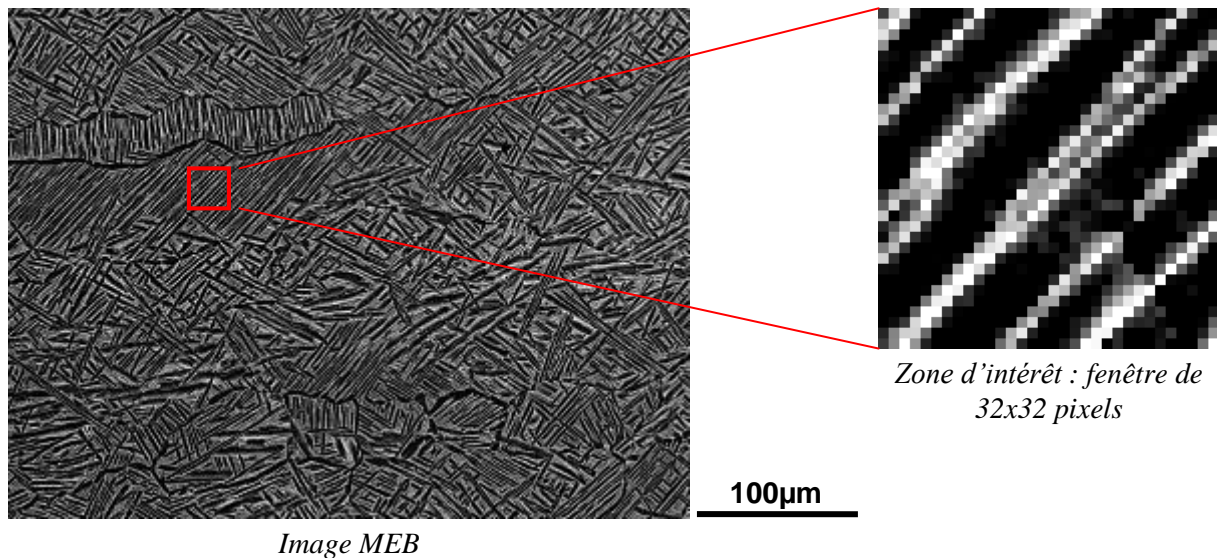


Figure 4-14 Zone d'intérêt extraite d'une image MEB permettant le calcul de l'orientation morphologique

3.1.1 Calcul de l'orientation morphologique

Pour expliquer plus simplement cette étape, elle est réalisée ici sur une image synthétisée représentant un réseau de lamelles idéales. La figure 4-15 montre le module de la transformée de Fourier ainsi qu'une version seuillée du module.

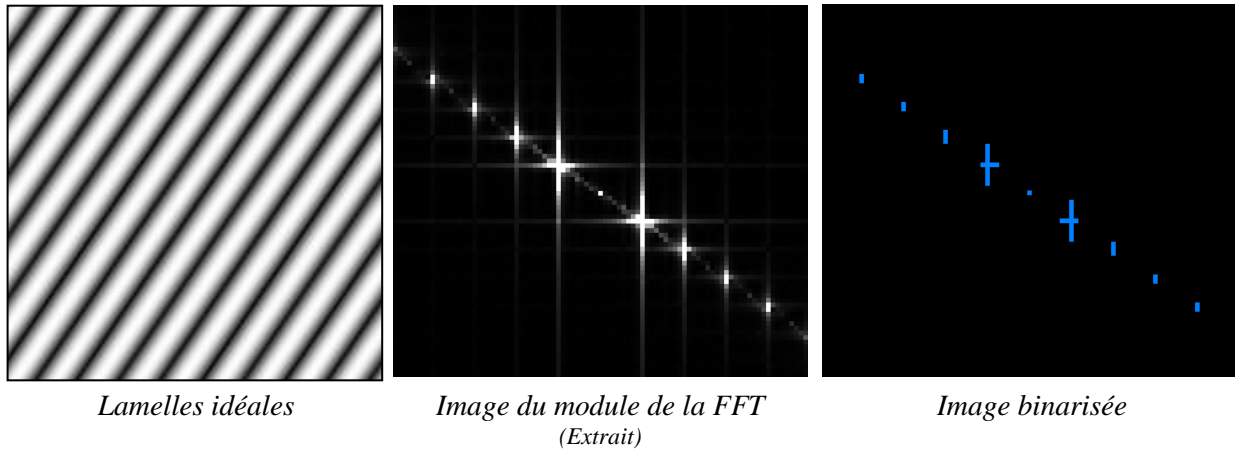


Figure 4-15 *Module de la FFT sur une image synthétique*

Tous les pixels de l'image binarisée ont soit la valeur 0 (noir), soit la valeur 1 (bleu). Les pixels ayant la valeur 1 correspondent aux pixels de l'image du module ayant un niveau de gris supérieur à une valeur seuil qui est choisie arbitrairement en fonction des niveaux de gris de l'image de départ. Le seuil de binarisation dépend donc de la nature des images constituant la cartographie (optique ou à balayage).

La transformée de Fourier transforme le réseau de traits en une série de points alignés. Numériquement, il est très facile de déterminer l'orientation géométrique de la ligne reliant ces points. Il suffit de calculer l'inertie de l'image qui correspond au moment quadratique d'une section droite de poutre en mécanique. Pour cela, on transforme l'intégrale continue sur la section droite en une somme discrète sur l'ensemble des pixels de l'image (cf. équation 4-1). Les équations ci-dessous décrivent les moments d'inertie d'une image et la manière de définir sa matrice d'inertie.

$$M_{2x} = \frac{1}{A(X)} \int_X (x - M_{1x})^2 dx dy ,$$

$$M_{2x} = \frac{1}{A(X)} \sum_X (x_i - M_{1x})^2$$

$$M_{2y} = \frac{1}{A(X)} \int_X (y - M_{1y})^2 dx dy$$

$$M_{2y} = \frac{1}{A(X)} \sum_X (y_j - M_{1y})^2$$

$$M_{2xy} = \frac{1}{A(X)} \int_X (x - M_{1x})(y - M_{1y}) dx dy$$

$$M_{2xy} = \frac{1}{A(X)} \sum_X (x_i - M_{1x})(y_j - M_{1y})$$

Intégrale continue

Somme discrète

Équation 4-1 Moments d'inertie du 2nd ordre

M_{2x} , M_{2y} et M_{2xy} étant respectivement les moments d'inertie par rapport à x, y et le moment produit par rapport aux axes x et y. On obtient ainsi la matrice d'inertie **M** de l'image (cf. équation 4-2).

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} M_{2x} & M_{2xy} \\ M_{2xy} & M_{2y} \end{bmatrix}$$

Équation 4-2 Matrice d'inertie

Après avoir calculé les inerties par rapport à x et y, il faut déterminer les axes principaux d'inertie. L'orientation de l'axe principal ayant l'inertie la plus grande indiquera l'orientation de la série de points. Les axes principaux sont déterminés en diagonalisant la matrice d'inertie **M**.

Lors du calcul sur une image réelle, lorsque les lamelles sont toutes parallèles et bien définies dans la zone d'intérêt, l'orientation calculée correspond à une mesure manuelle à 2° près (ce qui représente une très bonne résolution).

Remarque : une autre méthode pour déterminer l'orientation de la ligne reliant les pics du module de la FFT est d'utiliser la transformée de Hough. Cette technique permet la détection de lignes au sein d'une image. Elle est notamment utilisée dans le contexte de la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) où il s'agit de repérer les lignes constituant les diagrammes de diffraction de Kikuchi [130], [131]. Cette méthode n'a pas été retenue dans « l'algorithme Pprime » en raison de l'utilisation plus complexe et du temps de calcul plus grand.

3.1.2 Calcul d'un indice d'enchevêtrement

La matrice d'inertie sert à calculer l'orientation des lamelles sur l'image de départ mais également à fournir un indice d'unicité de l'orientation calculée. En effet, la fenêtre de calcul étant relativement grande, elle peut contenir des lamelles d'orientation morphologique différente. Ceci se produit aux bords des colonies et dans les zones enchevêtrées.

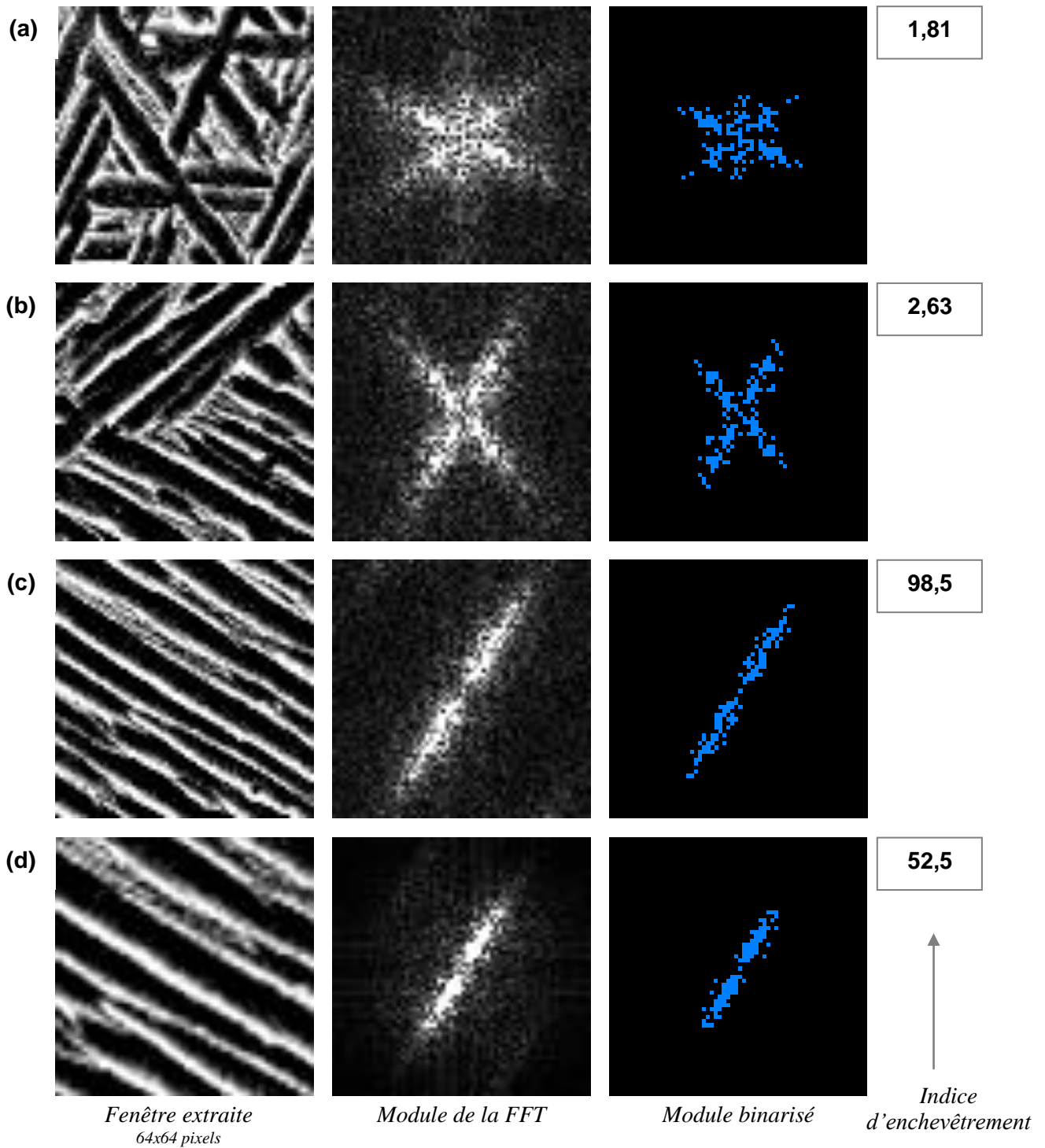


Figure 4-16 Exemples de valeur de l'indice d'enchevêtrement avec la zone correspondante

La figure 4-16 précédente montre que l'analyse du module de la transformée de Fourier permet de distinguer les zones enchevêtrées des colonies de lamelles. En effet, lorsque la fenêtre de calcul se trouve au centre d'une colonie, le module de la FFT ressemble à « une ligne simple » (exemples c et d). Dans une zone enchevêtrée ou au bord des colonies, le module ressemble à « une croix » (exemples a et b). Chaque ligne constituant la croix est la trace d'une orientation morphologique « élémentaire » dans la fenêtre de calcul.

Afin que l'algorithme puisse distinguer colonies et zones enchevêtrées, il faut donner une valeur numérique aux remarques qualitatives précédentes. Plusieurs grandeurs ont été étudiées afin de trouver un indice d'enchevêtrement fiable et pertinent.

L'excentricité E de l'image calculée à partir de la matrice d'inertie \mathbf{M} est une de ces grandeurs.

$$E = (4\pi)^2 \frac{(M_{2x} - M_{2y})^2 + 4 \times M_{2xy}^2}{A^2}$$

Équation 4-3 Excentricité E

L'excentricité quantifie ici l'allongement d'une particule. Pour une particule équiaxe, E est proche de 0 ; pour une particule très aplatie et allongée, E tend vers $+\infty$. E est donc un scalaire similaire à l'excentricité e définie dans le cas des coniques où $e = 0$ correspond à un cercle, $0 < e < 1$ à une ellipse, $e = 1$ à une parabole, $e > 1$ à une hyperbole et $e = +\infty$ à une droite.

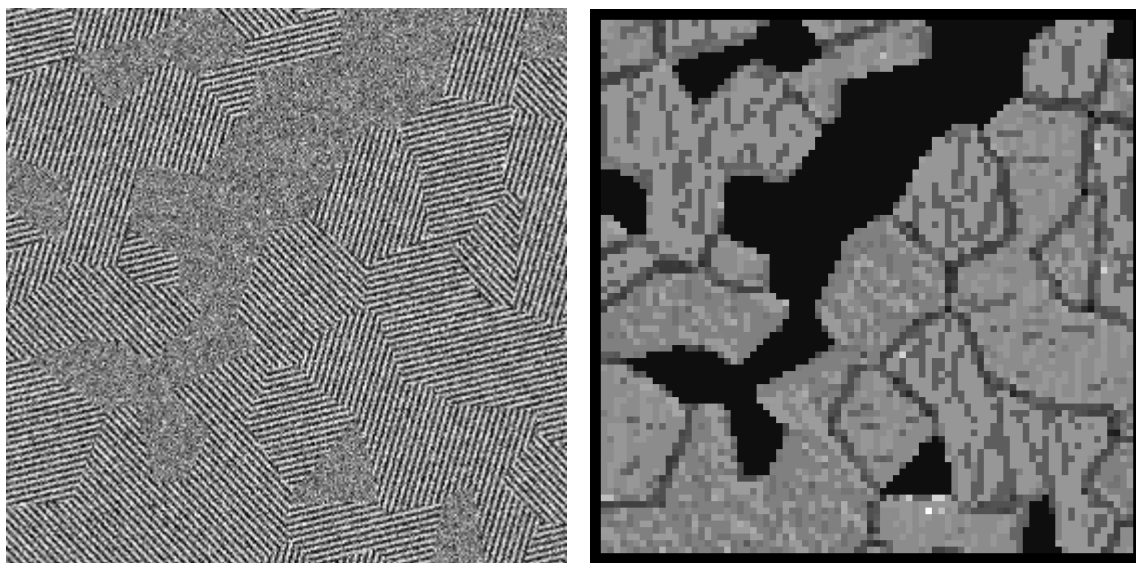
Parmi toutes les grandeurs testées, celle finalement retenue est le rapport entre les deux valeurs propres L_1 et L_2 de la matrice \mathbf{M} , i.e. le rapport de la plus grande sur la plus petite. Cette grandeur permet d'une part la meilleure distinction entre les colonies et les zones enchevêtrées et d'autre part une distinction entre les colonies adjacentes. Ceci est mis en évidence sur une image de synthèse en Figure 4-17 :

L'image de synthèse (a) est issue du rapport de stage d'Antoine Mutel [129]. Cette image est constituée de :

- colonies de lamelles idéales par-dessus les quelles a été ajouté un bruit,
- des zones sans lamelles, remplies avec un niveau de gris moyen et un bruit.

La carte d'enchevêtrement (b) utilisant comme grandeur le rapport entre les valeurs propres de la matrice d'inertie \mathbf{M} , on repère aisément les différents constituants de l'image de départ :

- des zones noires correspondant aux zones sans lamelles,
- des zones grises correspondant aux colonies,
- des zones étroites plus sombres entre les différentes colonies où l'orientation n'est pas unique au sein de la zone d'intérêt étudiée.



(a) Image de synthèse

(b) Carte d'enchevêtrement

Figure 4-17 Test de l'indice d'enchevêtrement retenu sur une image de synthèse

Sur une microstructure réelle, cet indice d'enchevêtrement est de l'ordre de l'unité dans les zones enchevêtrées et de l'ordre de quelques dizaines au sein des colonies (cf. Figure 4-16 ci-dessus). Il permet donc en théorie un repérage net des colonies.

Il faut noter que cet indice est sensible à la largeur des lamelles. En effet, les exemples (c) et (d) de la Figure 4-16 ci-dessus correspondent à la même colonie. La fenêtre (d) est un zoom de facteur 1,5 au centre de la fenêtre (c). De ce fait le module de la FFT est modifié ainsi que les valeurs de la matrice d'inertie (cf. tableau 4-2 ci-dessous). L'indice de confiance ou d'enchevêtrement chute presque d'un facteur 2. Il faudra donc faire attention dans la suite du traitement et essayer de considérer toutes les colonies indifféremment de la largeur des lamelles les constituants. Cependant, la largeur des lamelles n'a pas d'influence sur l'orientation morphologique calculée (cf. tableau 4-2 ci-dessous).

Cas	M_{2x}	M_{2y}	M_{2xy}	L_1	L_2	Confiance	Orientation (°)
(c)	46.4	127.7	-75.0	1.8	172.3	98.4	30.8
(d)	23.8	63.8	-37.1	1.6	85.9	52.5	30.8

Tableau 4-2 Comparaison des deux derniers exemples (fenêtres (c) et (d) de la figure 4-16)

3.1.3 Compression des données par Binning

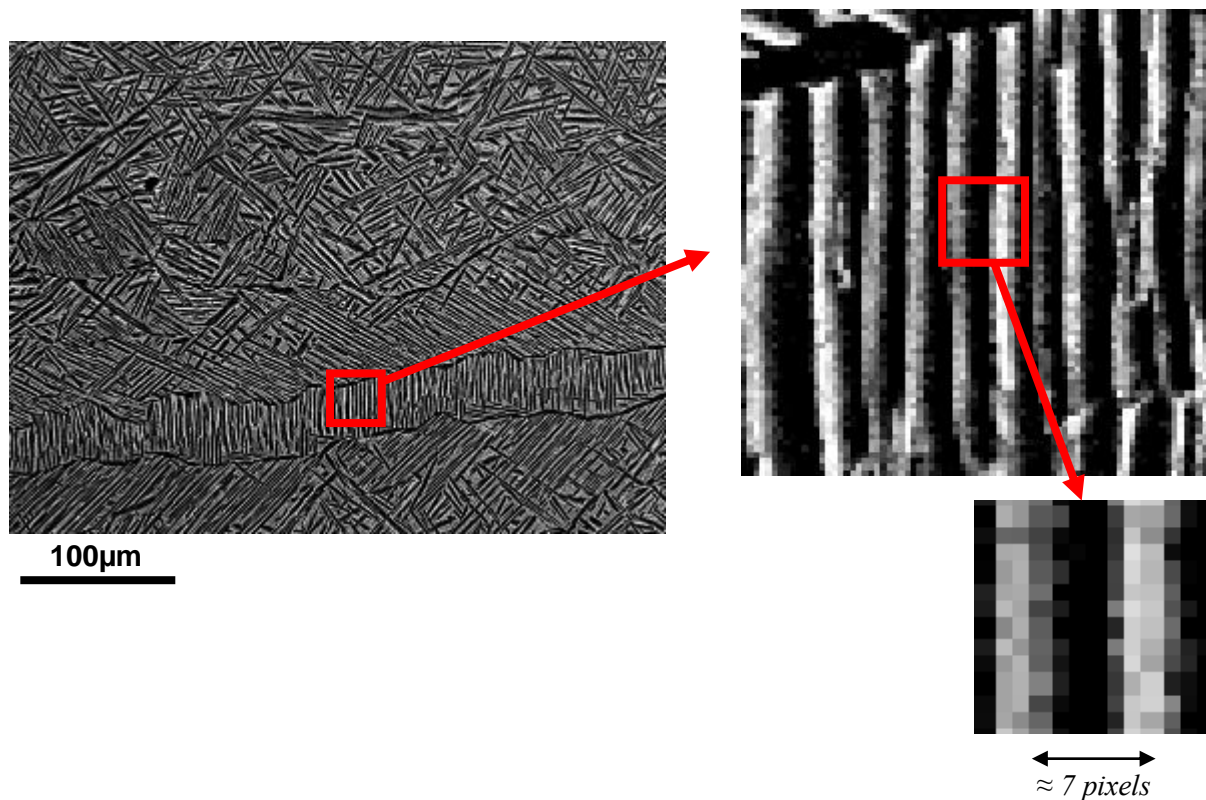


Figure 4-18 Mise en évidence de la « trop » grande résolution

Les images MEB ont été acquises avec une résolution suffisante pour pouvoir distinguer clairement les lamelles de phase α de la phase β . Ceci conduit à une distance de 7 pixels en moyenne entre chacune des lamelles (cf. figure 4-18). Cependant, pour coder l'information de l'orientation morphologique, il suffit d'un seul pixel sur la largeur de la lamelle. Ainsi, le calcul de l'orientation morphologique n'est effectué en moyenne que tous les 8 pixels. Plus précisément, après chaque analyse du module de la FFT, la fenêtre de calcul est déplacée de 8 pixels. Ceci est valable dans les deux directions x et y de l'image. La taille de la cartographie finale est ainsi divisée par 8 x 8, soit 64. Par exemple, une image MEB de 1 200 x 900 pixels, soit 1 085 Ko en mémoire, est comprimée à une carte de 146 x 108 pixels, soit 20 Ko. Suivant la précision recherchée et la surface à traiter, on peut se permettre de calculer l'orientation toutes les 2 ou 3 lamelles pour augmenter la compression des données. Le taux de compression est déterminé par le pas de calcul, i.e. le pas de déplacement de la zone d'intérêt.

Le pas de calcul est choisi de manière à garder une résolution suffisante pour délimiter nettement les colonies. L'exemple suivant en figure 4-19 montre une image MEB superposée à une carte de l'orientation morphologique calculée avec un pas de 6 pixels et une taille de fenêtre de 48 pixels.

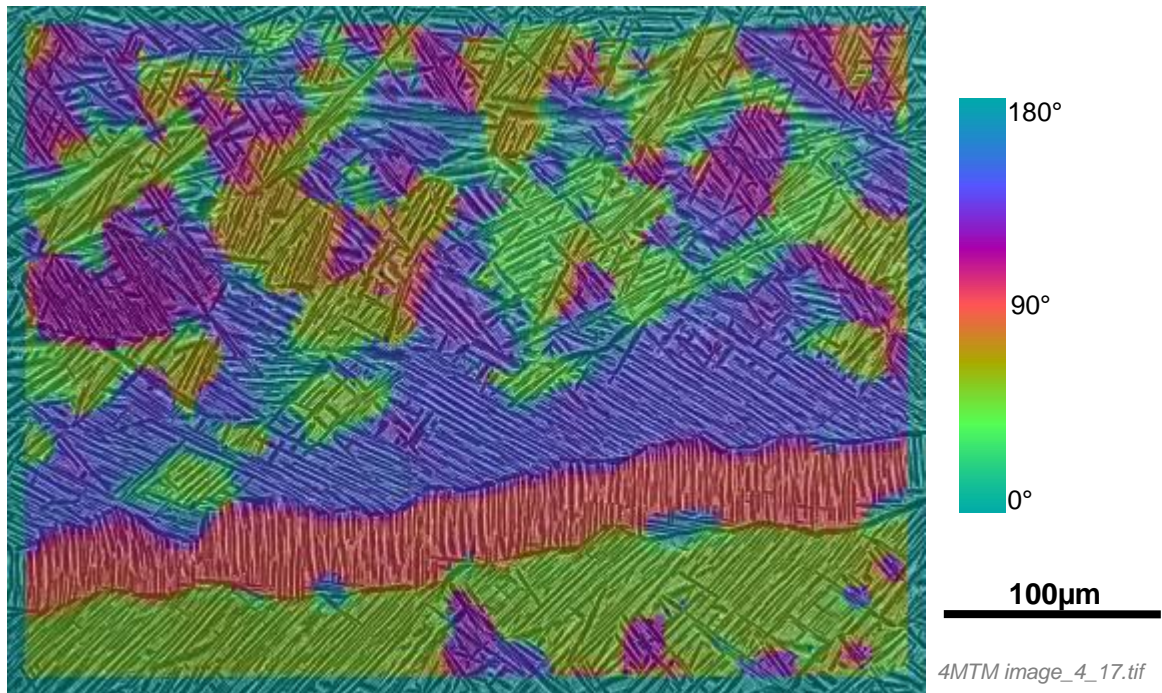


Figure 4-19 Compression des données sans grande perte en résolution

On remarque ici que le traitement d'images développé ne permet pas le calcul de l'orientation morphologique local près du bord des images. Celles-ci doivent donc être acquises avec une zone de recouvrement égale à au moins une fois la taille de la fenêtre de calcul.

En résumé, pour chaque champ, les étapes de calcul des cartes élémentaires de l'orientation morphologique et d'enchevêtrement sont les suivantes :

- Balayage du champ avec un pas régulier, correspondant au pas de calcul ;
- En chaque point de calcul, extraction de la fenêtre de calcul courante ;
- Calcul de la FFT de la zone extraite ;
- Binarisation (par seuillage) du module de la FFT ;
- Calcul de l'orientation morphologique et de l'indice d'enchevêtrement à l'aide de la matrice d'inertie de l'image binaire obtenue précédemment ;
- Ces deux informations sont enregistrées dans deux nouvelles images qui à la fin du traitement constituent la carte de l'orientation morphologique et la carte d'enchevêtrement.

3.2 Assemblage des cartes de l'orientation morphologique et d'enchevêtrement

Une fois les cartes élémentaires d'orientation morphologique et d'enchevêtrement calculées, elles sont assemblées par juxtaposition selon le quadrillage de la cartographie de départ. Pour être certain d'avoir cartographié toute la surface, les champs sont acquis avec un léger recouvrement. La taille de cette zone de recouvrement correspond environ à la zone non-calculée sur la périphérie des champs (voir figure 4-19 ci-dessus).

Cette étape est nécessaire pour ne pas fragmenter les colonies et les plumes.

3.3 Repérage des colonies, association des plumes

3.3.1 Les sous-étapes de l'algorithme

Une fois les cartes d'orientation morphologique et d'enchevêtrement complètes obtenues, il faut combiner ces deux données pour repérer les colonies de lamelles et par la suite les plumes. Les étapes de ce traitement sont les suivantes :

1- Pour faciliter le traitement, la première étape consiste à réduire l'espace mémoire nécessaire pour l'enregistrement et le traitement de la carte d'enchevêtrement. En effet, la carte d'enchevêtrement est codée en réel à virgule flottante (1 pixel est codé par 4 octets). La conversion de l'image en entier non signé (1 pixel est codé par 1 octet sur le disque dur et par 2 octets en mémoire vive lors du traitement) permet de plus de rehausser les contrastes.

2- La deuxième étape consiste à binariser (i.e. seuiller) la carte d'enchevêtrement. Le seuil choisi influe sur la taille des colonies. Il doit être suffisamment bas pour ne pas joindre des colonies adjacentes et il doit être suffisamment haut pour ne pas exclure de petites colonies du traitement. Il est ici seulement important que toutes les colonies que l'on considère comme significatives soient sélectionnées même si leur taille est trop faible. En effet, l'étape 5 permet d'ajuster manuellement la taille de colonie.

3- Une érosion morphologique suivie par une reconstruction logique permet d'éliminer toutes les petites colonies qui n'ont pas de sens physique. Typiquement les colonies de diamètre de l'ordre de 10 μm sont éliminées. Rappelons que le but principal du traitement d'images est de détecter les plumes de grande taille qui apparaissent liées au phénomène dwell.

4- Labélisation des colonies : chaque colonie reçoit un numéro individuel.

5- Dilatation morphologique des colonies pour les rendre jointives. Cette étape permet de compenser un indice d'enchevêtrement faible à la « nervure » d'une plume et est nécessaire pour l'étape 7.

6- Elimination des vides enfermés entre les colonies jointives par relabélisation.

7- Avec un algorithme de croissance de régions, les colonies jointives ayant une orientation morphologique des lamelles proche sont fusionnées.

8- Calcul des couloirs entre les colonies : en chaque point n'appartenant pas à une colonie est calculé la distance à la colonie la plus proche. En joignant les maxima de distance, on obtient le centre du couloir entre chaque couple de colonies.

9- Tri des couloirs suivant un critère basé sur la distance minimale et moyenne aux colonies sur tout le couloir. Par exemple, sont regroupées en plume les colonies étant séparées de moins de 2 pixels au point où elles sont le plus proche l'une de l'autre et étant séparées en moyenne de moins de 6 pixels.

10- Dilatation morphologique des couloirs pour rendre les différentes couches des plumes jointives. Les différentes colonies sont ainsi regroupées en plumes.

11- Tri des plumes suivant un critère de surface : on ne garde que les plumes dont la surface est supérieure à 4 000 pixels, soit environ 17 400 μm^2 pour la cartographie MEB utilisée pour le développement de la procédure. Les plumes ne vérifiant pas cette condition sont des colonies jointives « par hasard ».

La page suivante (figure 4-20) montre un extrait d'image obtenue à chacune des étapes précédentes. Le numéro de l'étape est marqué à droite des images. Les images portant le numéro « 0 » correspondent aux cartes de l'orientation morphologique et d'enchevêtrement obtenues au paragraphe 3.2.

L'étape 11 est ici inutile puisque l'exemple se concentre sur une grande plume. Le filtrage final n'intervient donc pas dans cet exemple.

L'utilisateur de la procédure peut intervenir sur plusieurs paramètres pour affiner la description des colonies. Dans certains cas, en particulier si les images de départ ne sont pas de très bonne qualité, il faut itérer plusieurs fois les différentes étapes afin de déterminer le jeu de paramètres produisant la meilleure reconnaissance des colonies et des plumes.

La plupart des paramètres étant définis en pixels, il faut les adapter au grandissement avec lequel les images de microscopie ont été acquises.

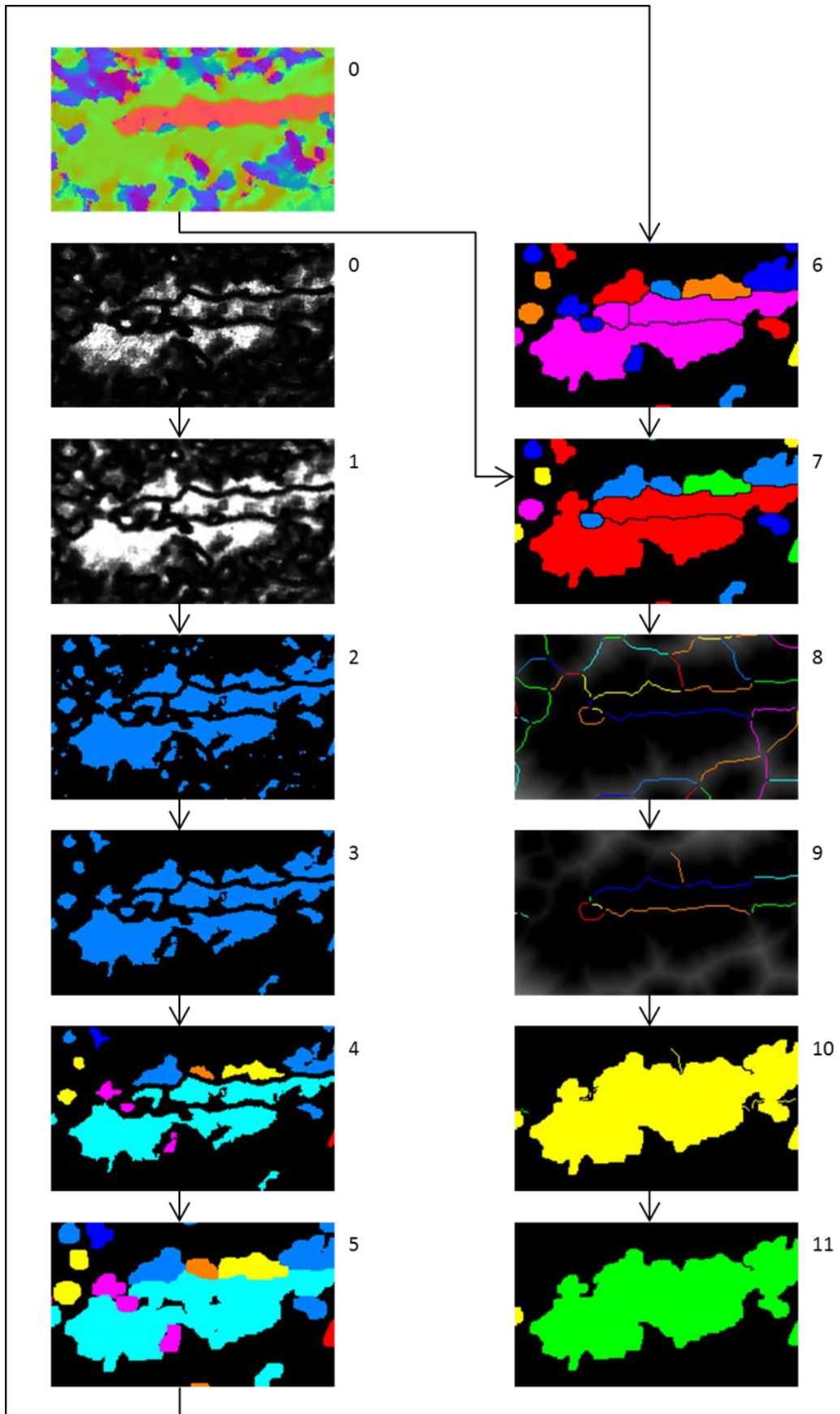


Figure 4-20 Illustration des sous-étapes de construction des plumes

3.3.2 Exemple de résultat

Le résultat final du traitement est une carte des plumes. La figure 4-22 montre une telle carte des plumes obtenue à partir d'une cartographie MEB de l'échantillon 4MTM. Cet échantillon est issu de la toile d'un disque forgé, similaire à la zone 4 de la figure 4-4.

La cartographie MEB utilisée est illustrée en figure 4-21. Elle a été acquise de manière manuelle et est constituée de 806 images arrangées en 26 lignes et 31 colonnes. Cette cartographie comporte en tout près de 870 millions de pixels. L'assemblage des 806 images ne permet pas d'identifier des plumes à l'œil nu. Pourtant, un zoom sur une image particulière, par exemple l'image n°8-18, permet clairement d'apercevoir une plume, entourée en bleu foncé sur la figure 4-21.

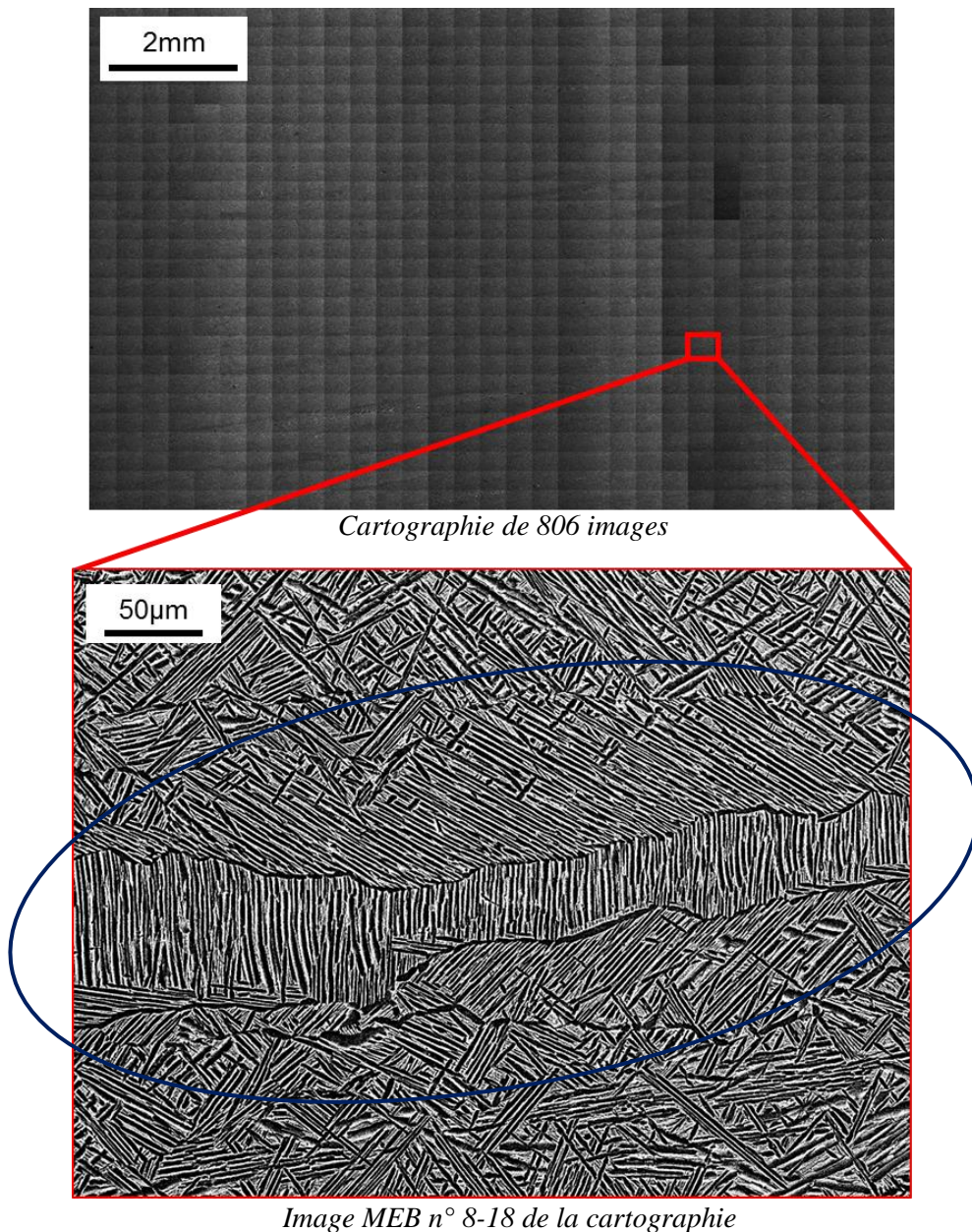


Figure 4-21 Cartographie MEB de l'échantillon 4MTM

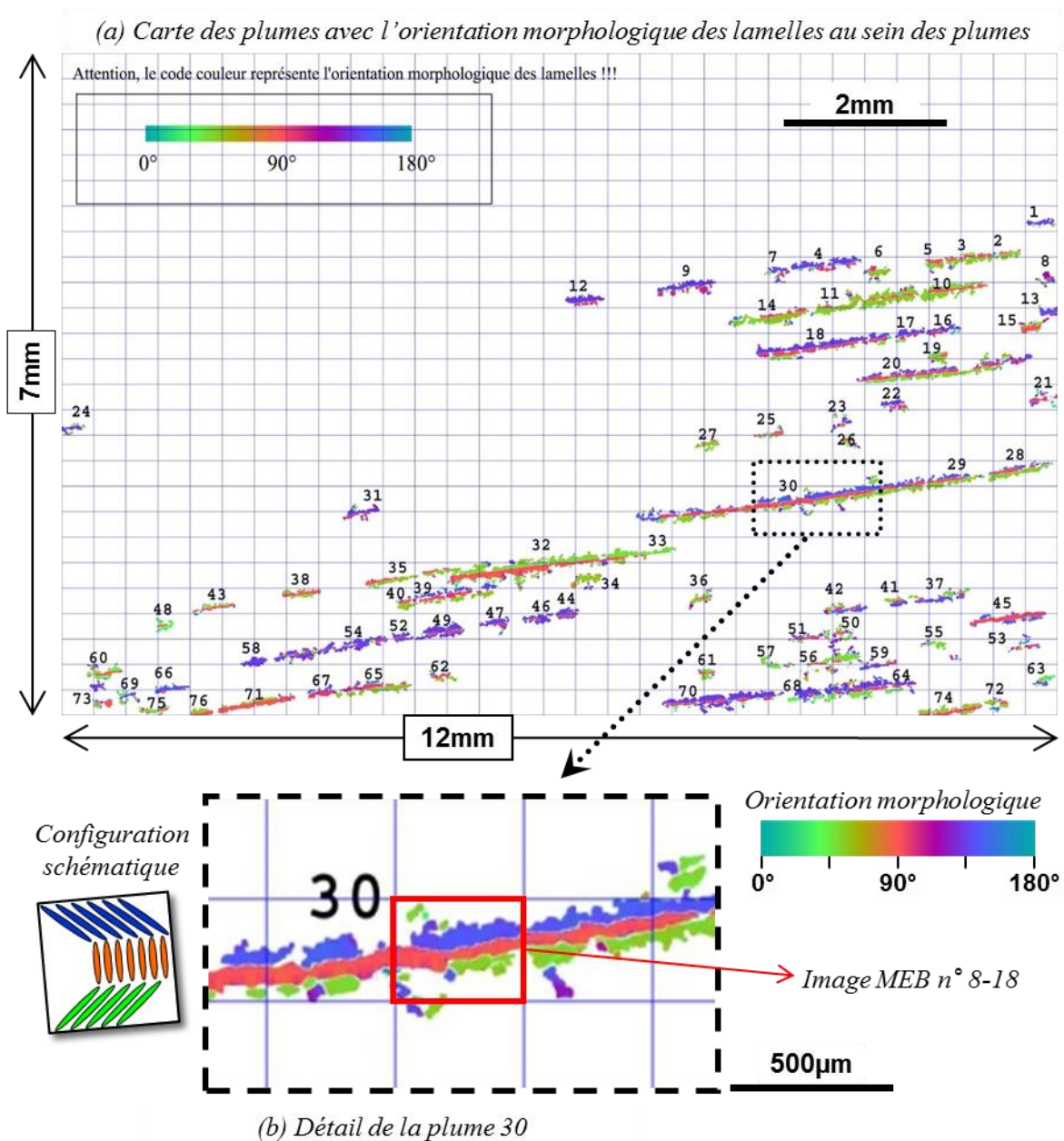


Figure 4-22 Exemple de carte des plumes

La figure 4-22 (a) ci-dessus illustre la carte des plumes obtenue par traitement de la cartographie MEB en figure 4-21. Cette image comporte 22 millions de pixels. Le quadrillage bleu en arrière-plan montre le quadrillage d'acquisition de la cartographie MEB. Le code de couleur est relatif à l'orientation des lamelles constituant les plumes. Uniquement les plus grandes plumes sont représentées dans cet exemple.

Un zoom sur une plume est réalisé en figure 4-22 (b). Il est alors possible d'identifier les colonies constituant la plume n°30. Le rectangle rouge au centre du zoom correspond à l'image MEB n°8-18 visible sur la figure 4-21. La plume repérée par traitement d'images correspond bien à la plume visible sur l'image MEB.

Plusieurs remarques peuvent être faites sur cette carte des plumes :

- Les plumes sont toutes parallèles entre-elles. Cet alignement correspond au fibrage très marqué dans la zone de prélèvement de l'échantillon (voir figure 4-23 ci-dessous). Le rectangle bleu repère la zone cartographiée en MEB.

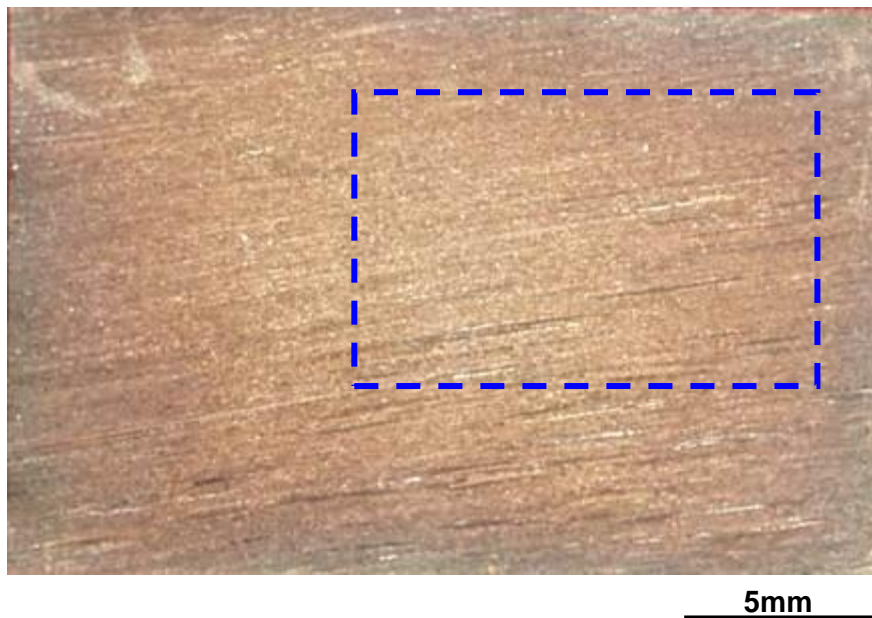


Figure 4-23 Image à faible grossissement de l'échantillon 4MTM ; Zone cartographiée au MEB.

- Les plumes ne sont pas réparties de façon homogène à la surface de l'échantillon. En particulier, il n'y a presque pas de plumes dans la zone en haut à gauche de la carte.

3.4 Quantification des plumes

3.4.1 Exemple de quantification

A l'aide des fonctions prédéfinies dans le logiciel de traitement d'images Visilog, il est ensuite possible de quantifier les plumes en termes de surface, longueur, largeur, orientation géométrique, position par rapport à l'échantillon... Ceci permettrait entre autres de comparer différents échantillons issus de différentes zones d'un disque ou issus de la même zone à partir de disques différents.

Le tableau 4-3 suivant montre un exemple type de résultats obtenus pour l'échantillon 4MTM.

<i>Echantillon 4MTM</i>	<i>Surface μm^2</i>	<i>Longueur μm</i>	<i>Épaisseur μm</i>
<i>Min</i>	379	19,0	12,7
<i>Médiane</i>	2 165	63,4	57,0
<i>Max</i>	448 747	3 655,2	667,7
<i>Moyenne</i>	4 787	94,0	66,7
<i>Ecart-Type</i>	16 681	151,5	45,2
<i>Total</i>	10 918 596	214 348,2	152 038,9
<i>Nb colonies</i>	2 281		
<i>Surface explorée</i>	100 mm^2		
<i>Fraction surfacique (%)</i>	10,9		

Tableau 4-3 Exemple de tableau de résultats du traitement d'images

Plusieurs remarques peuvent être faites sur ces résultats :

- Les plumes sont des éléments microstructuraux très élancés. En effet, les plumes peuvent atteindre une longueur de presque 4 mm et ont une épaisseur (largeur) de l'ordre de 500 μm .

- Sur une surface explorée de 100 mm^2 , l'outil de traitement d'images a permis de détecter plus de 2 000 plumes. Ce nombre important met en évidence la nécessité d'utiliser un outil numérique d'analyse des images pour étudier les plumes de façon statistique.

- La surface des plumes ne couvre qu'environ 10 % de la surface cartographiée. Cependant, comme mentionné précédemment, les plumes ne sont pas réparties de façon homogène. En effet il existe des zones exemptes de plumes. A l'opposé, il existe donc des zones où la densité de plumes est plus forte. Cette notion doit encore être intégrée à l'algorithme de traitement.

L'outil permet également l'étude statistique des colonies de lamelles. La figure 4-24 montre par exemple la distribution des colonies en termes de surface. L'histogramme présente le nombre de colonies par classe en fonction du logarithme népérien de la surface de la colonie exprimée en μm^2 .

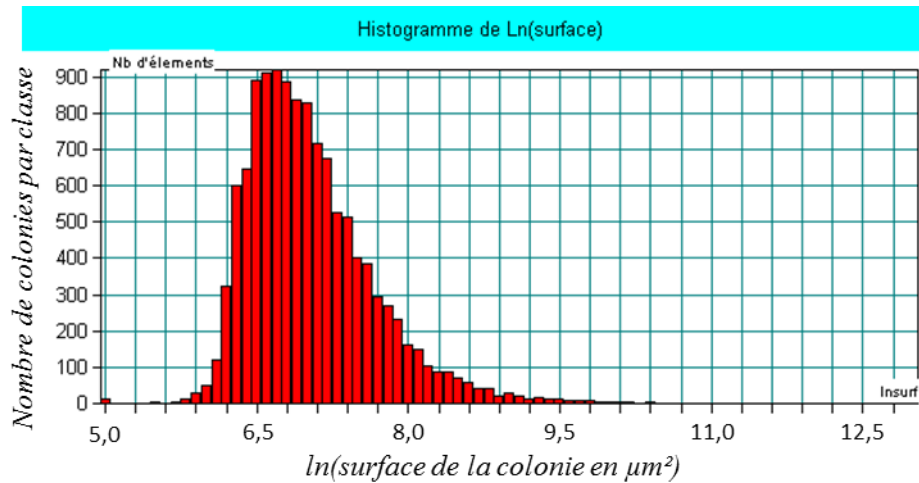
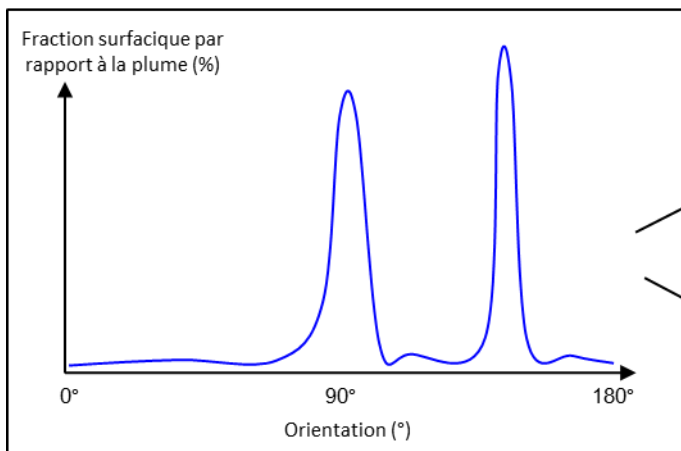
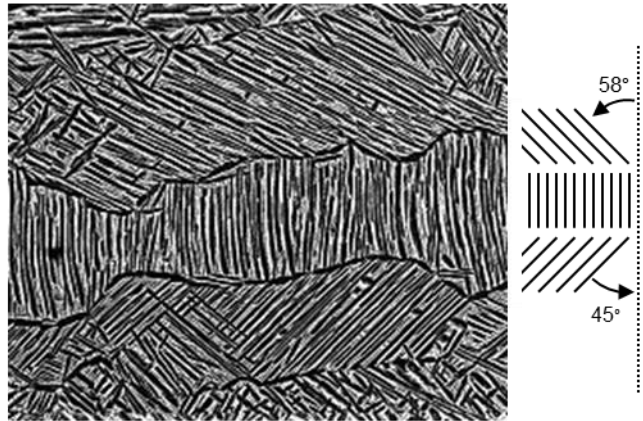
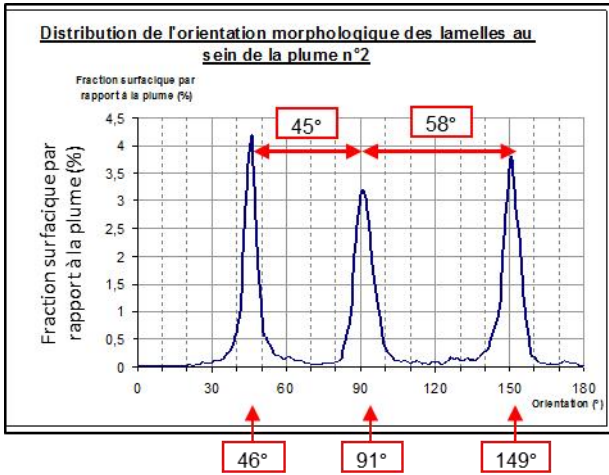


Figure 4-24 Distribution des colonies en termes de surface (échantillon 4MTM)

3.4.2 Comptage des « couches »

Une autre caractéristique des plumes est le nombre de « couches » par plume. Ce comptage est pour l'instant encore manuel. En effet, l'automatisation pose des problèmes, entre autres le suivant :

Les graphes en figure 4-25 montrent la répartition des orientations morphologiques au sein de la plume. Lorsque ce graphe présente trois pics (premier exemple de la figure 4-25), la plume possède obligatoirement trois couches. Lorsque le graphe ne montre que deux pics (second exemple schématique), la plume correspondante peut être soit composée de deux couches (schéma du haut), soit composée de trois couches (schéma du bas).



Distribution schématique des orientations morphologiques au sein de la plume

Deux configurations possibles :

- plume à 2 « couches » ci-dessus
- plume à 3 « couches » ci-dessous

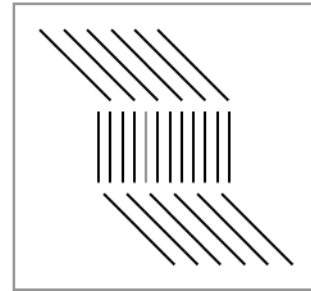


Figure 4-25 Problème de comptage du nombre de couches par plume

3.5 Confrontation à une donnée physique : l'orientation cristallographique.

3.5.1 Acquisition de l'orientation cristallographique

La comparaison des cartes de plumes précédemment établies avec des cartographies d'orientation cristallographique des lamelles α s'est faite à partir de deux cartographies EBSD complémentaires :

- une cartographie réalisée à faible grossissement (x300) pour étudier l'orientation cristallographique d'une plume sur sa longueur ; le pas de mesure est de $1\ \mu\text{m}$;
- une cartographie à x1 000 pour étudier en détail un plume ; le pas de la cartographie est de $0,15\ \mu\text{m}$.

Ces deux cartographies EBSD en figure 4-26 ont été réalisées sur l'échantillon 4MTM déjà cartographié en microscopie optique par Snecma et en balayage à l'institut P' durant ma thèse. Elles ont été acquises à l'aide d'un MEB-FEG Jeol JSM7000F et d'un système EBSD de TSL.

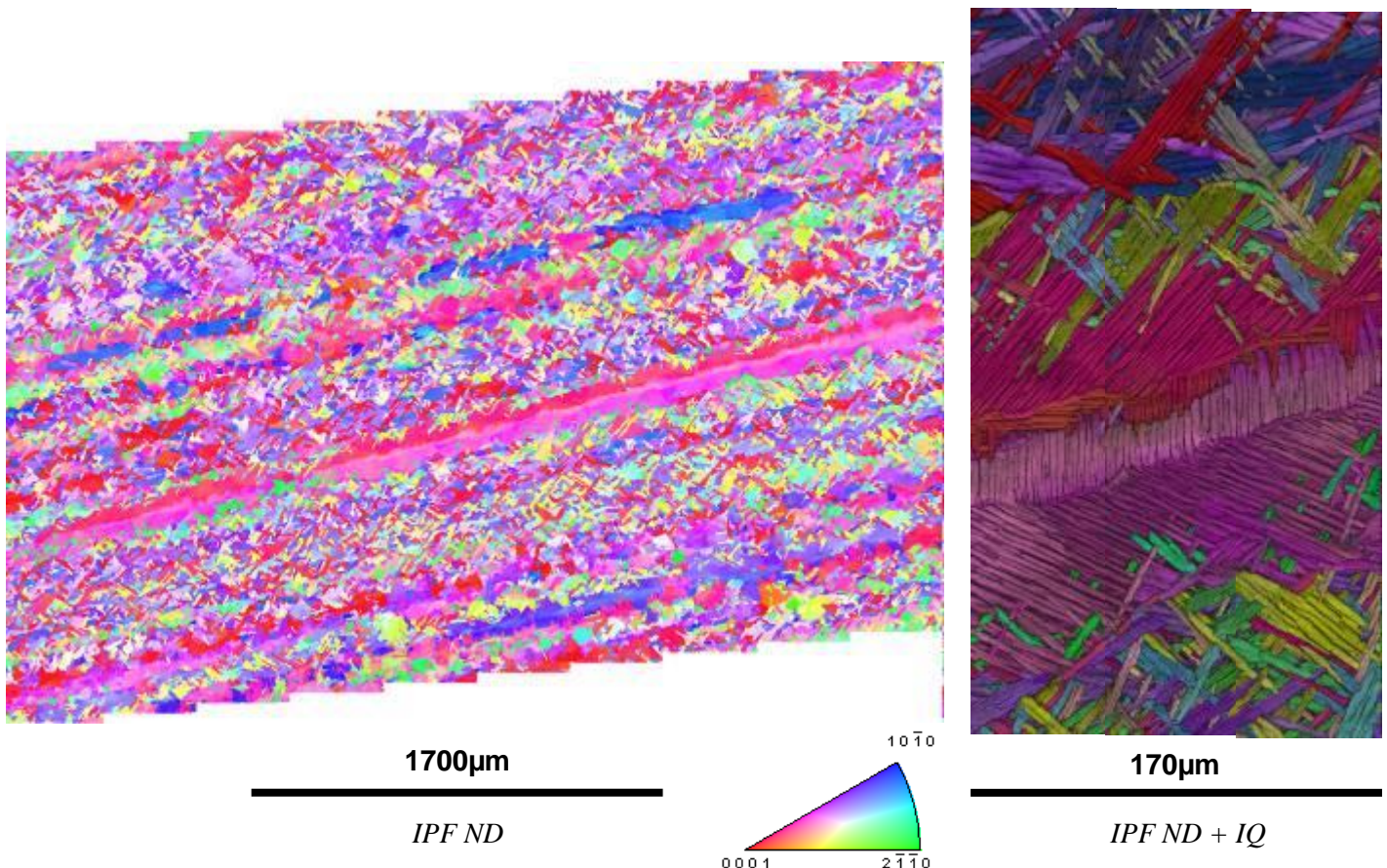
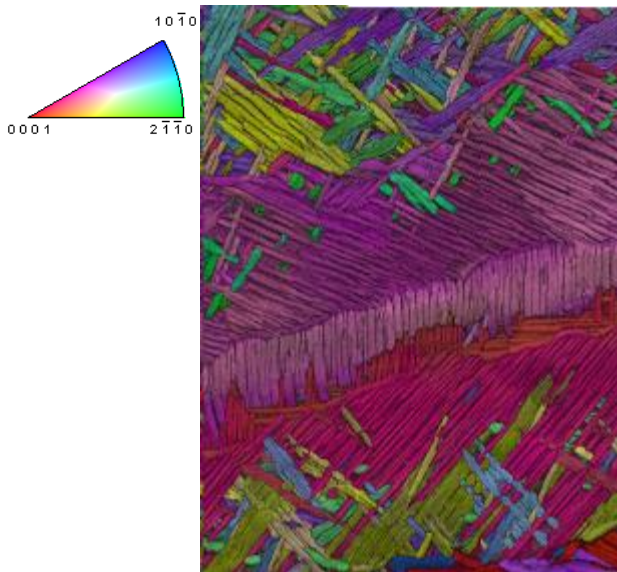
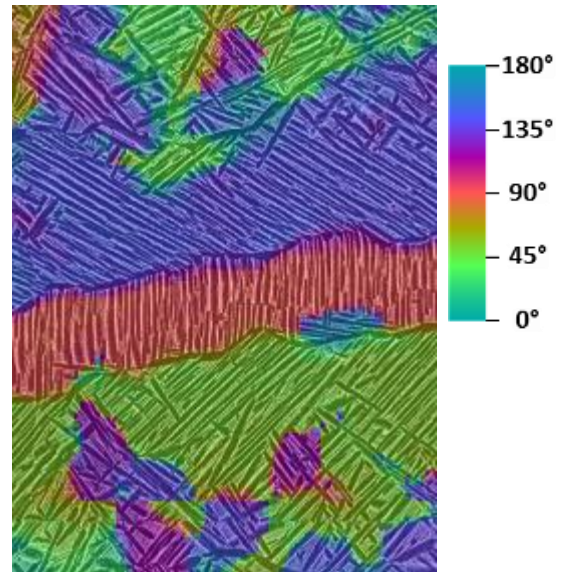


Figure 4-26 Cartographies de l'orientation cristallographique par rapport à la normale à la surface de l'échantillon à deux échelles différentes

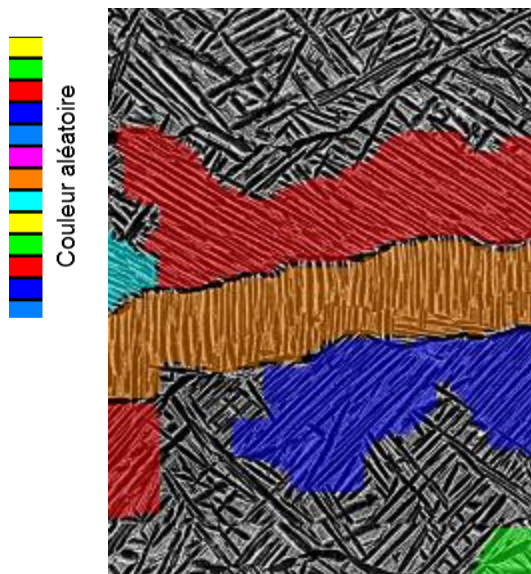
3.5.2 Comparaison EBSD – Traitement d’images



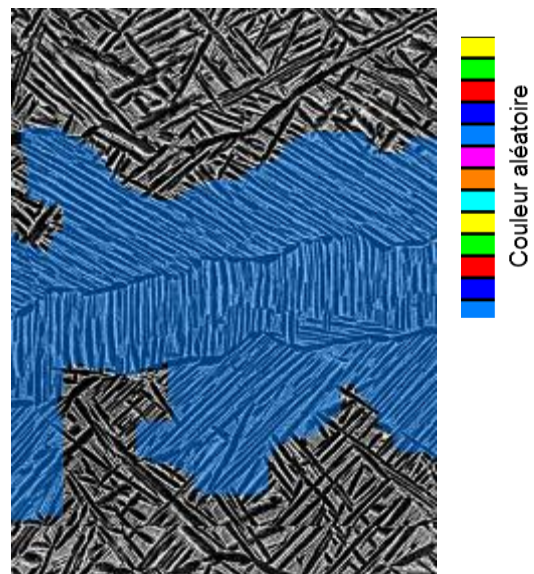
Carte de l'orientation cristallographique des lamelles α .



Carte de l'orientation morphologique des lamelles α superposée à l'image MEB.



Carte des colonies de lamelles, superposée à l'image MEB de départ.



Carte des plumes, superposée à l'image MEB de départ.

Figure 4-27 Comparaison EBSD – traitement d’images

La procédure de traitement d’images a été développée pour repérer les éléments microstructuraux connus a priori par « simple » observations optiques. Il s’agit ici d’analyser la vraie nature physique de ces éléments.

La première étape du traitement d’images aboutissant à la carte de l’orientation morphologique (cf. figure 4-27) fournit une très bonne description de la microstructure au niveau des colonies :

l'orientation morphologique calculée correspond au degré près à l'orientation morphologique mesurée manuellement. Au niveau des lamelles enchevêtrées ou des lamelles « isolées », le calcul n'est pas suffisamment local pour en tenir compte. Etant donné que le but de la procédure est de repérer les grandes colonies et plumes, le fait d'ignorer certaines petites lamelles au sein des colonies et aux bords facilite le traitement.

La deuxième étape du traitement consistant à regrouper les zones d'orientation morphologique unique et uniforme en colonies conduit à la carte des colonies ci-dessus. Les trois colonies principales de l'image MEB constituant la plume sont bien repérées. Les couches supérieure et inférieure peuvent être fractionnées en plusieurs colonies. Cependant, lors du regroupement des colonies en plumes, ceci n'interfère pas et la plume finalement reconstruite correspond à celle identifiée visuellement. De plus, la colonie « verte » repérée en bas à droite de l'image, ne correspondant pas à une vraie colonie, est supprimée au cours du traitement et ne perturbe donc pas l'analyse finale.

Ces remarques sur le traitement d'images peuvent être mises en regard des données EBSD : La carte de l'orientation cristallographique met en évidence la complexité de la microstructure de l'alliage. Il n'existe à première vue pas de lien direct entre l'orientation morphologique des lamelles et leur orientation cristallographique :

- il existe des lamelles ayant la même orientation morphologique mais des orientations cristallographiques différentes : exemple de la « couche » centrale de la plume.

- il existe des lamelles ayant la même orientation cristallographique mais des orientations morphologiques différentes : exemple de la couche supérieure et centrale de la plume.

Les informations de l'orientation cristallographique et morphologique sont donc bien complémentaires. Le traitement d'images de microscopie ne peut donc pas remplacer des mesures d'orientation cristallographique et inversement.

Cependant, il est possible de repérer des zones de même orientation avec les deux techniques : dans la majorité des cas, une zone d'orientation cristallographique uniforme correspond à une zone d'orientation morphologique uniforme. En effet, les colonies détectées par traitement d'images correspondent relativement bien aux grandes zones d'orientation cristallographique uniforme. On peut ainsi repérer les colonies et les plumes avec l'une ou l'autre des deux techniques. Le grand avantage du traitement d'images devant l'EBSD est le gain de temps en termes d'acquisition. L'acquisition d'une cartographie MEB ou optique est en effet beaucoup plus courte que l'acquisition d'une cartographie EBSD : exemple de l'échantillon 4MTM, $\approx 0,1 \text{ mm}^2/\text{h}$ en EBSD et plus de $2 \text{ mm}^2/\text{h}$ en MEB.

3.6 Lien entre la morphologie et le comportement en dwell

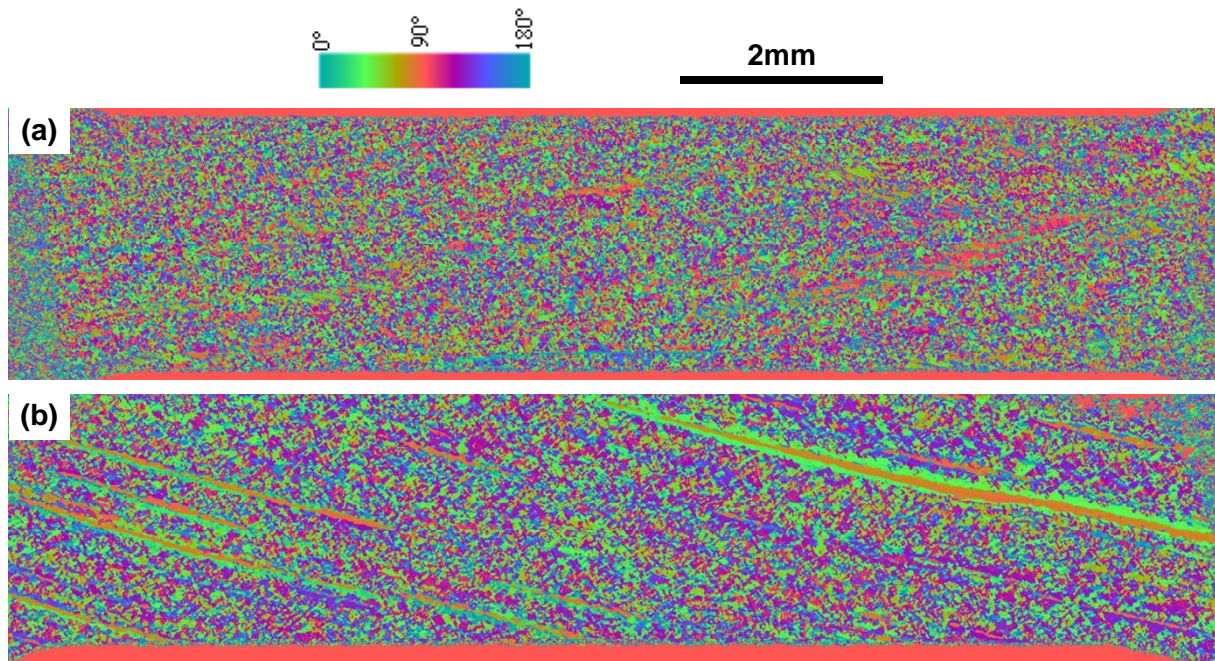


Figure 4-28 Cartographies d'orientation morphologique par traitement d'images des éprouvettes : (a) A3 et (b) A4

La figure 4-28 ci-dessus donne un autre exemple des cartographies de l'orientation morphologique. Ces deux cartographies correspondent à toute la partie utile de micro-éprouvettes usinées à partir des éprouvettes A3 et A4, éprouvettes « massives » à section carrée présentées dans le chapitre 3 au paragraphe 5.

Ces deux éprouvettes ont eu un comportement en dwell très différent. Après 1 000 cycles dwell dans les mêmes conditions, l'éprouvette A3 s'est déformée de 1,4 % alors que l'éprouvette A4 atteint 3,5 %. Une grande différence peut également être notée au niveau microstructural. Alors que l'éprouvette A3 possède une microstructure relativement homogène sans grandes colonies et sans orientations morphologiques préférentielles, des « bandes monochromes » très longues sont clairement identifiables sur la cartographie de la partie utile de l'éprouvette A4. Il s'agit de grandes colonies et de plumes, dont une mesure plus de 6 mm en longueur. Cet exemple illustre l'effet de la présence des plumes. L'analyse plus détaillée des liens entre comportement et microstructure sera réalisée dans les chapitres suivants.

3.7 Pour aller plus loin :

Afin d'approfondir l'analyse morphologique de la microstructure, on peut remarquer que la FFT permet d'accéder à d'autres informations en plus de l'orientation morphologique des lamelles au sein d'une colonie. Elle permet en théorie d'analyser les zones enchevêtrées puisqu'il est possible de détecter plusieurs orientations simultanément. En effet, la transformée de deux réseaux superposés est la superposition des transformées de Fourier. Ceci est illustré en figure 4-29.

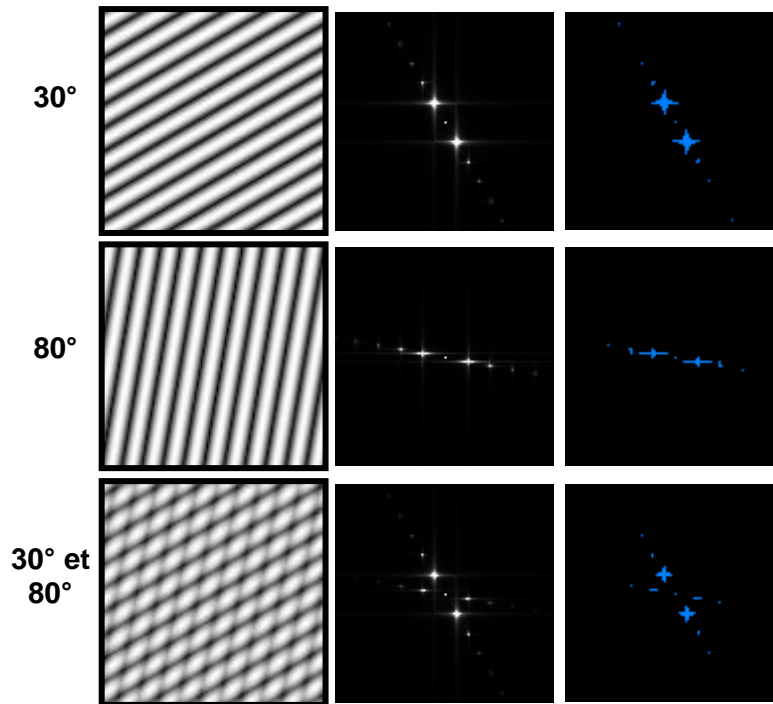


Figure 4-29 Identification de l'angle d'enchevêtrement

Autre utilisation possible de la FFT : elle permet de déterminer la distance entre les lamelles (cf. exemple en figure 4-30). En effet, la distance entre les traits du réseau est directement liée à la distance entre les points du module de la transformée de Fourier par la relation $\lambda = \frac{L}{p}$, où λ est la distance entre les traits du réseau, L la taille de la zone d'intérêt et p la distance entre les points du module de la FFT.

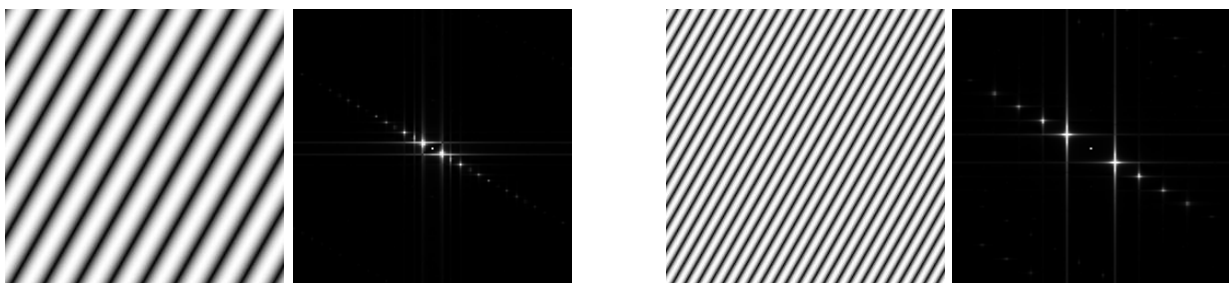


Figure 4-30 Mesure de la distance inter-lamellaire

Plus les traits sont espacés, plus les points du module de la FFT sont resserrés et inversement.

La distance inter-lamellaire et l'angle d'enchevêtrement sont deux paramètres supplémentaires qui pourraient être pris en compte dans l'analyse de la microstructure par traitement d'images si un lien avec l'effet dwell était suspecté.

4 Synthèse sur le traitement d'images

Durant la thèse, un certain nombre d'algorithmes de traitement d'images ont été comparés. L'un de ces algorithmes a été implémenté pour aboutir à un outil numérique de repérage d'éléments microstructuraux supposés liés au phénomène dwell. L'algorithme permet le repérage et la quantification des colonies et surtout des plumes. Cet outil permet de relier ponctuellement et/ou statistiquement les résultats des essais mécaniques à la microstructure.

La description des colonies obtenues à l'aide de ce traitement d'images est moins précise qu'une analyse EBSD, notamment au niveau du contour. Cependant, l'objectif de cet outil n'est pas la précision locale mais l'analyse d'une grande surface. Il s'agit en effet de repérer les plumes, et notamment les plus grandes, éléments microstructuraux en lien avec la problématique posée. Il est opérationnel à partir d'images obtenues en microscopie optique comme en MEB.

Une autre application de l'outil d'analyse de la microstructure concerne l'usinage d'éprouvettes spécifiques. Pour étudier plus précisément le comportement mécanique des plumes, il est en effet très utile de pouvoir sélectionner précisément une zone contenant des plumes de manière à usiner des microéprouvettes centrées sur ces plumes. L'outil développé permet ce repérage.

Chapitre 5

*Analyse quantitative multi-échelles de la
microstructure :
aspects morphologiques et cristallographiques*

Le chapitre précédent a permis de mettre au point un outil de traitement d'images basé sur les aspects morphologiques de la microstructure. La confrontation aux données cristallographiques confirme que ces deux informations sont complémentaires. Le 5^{ème} chapitre s'intéresse donc plus en détail aux orientations cristallographiques de la phase α et plus particulièrement à sa texture au point 1. La phase β , présente en faible quantité mais en relation d'orientation avec la phase α , peut influencer le comportement mécanique et sera donc analysée au point 2.

1 Analyse de la microstructure α primaire

1.1 Analyse de la texture, identification des composantes cristallographiques

Pour mettre au point l'algorithme de traitement d'images, une grande cartographie EBSD de 9,09 mm² a été réalisée (cf. figure 5-1).

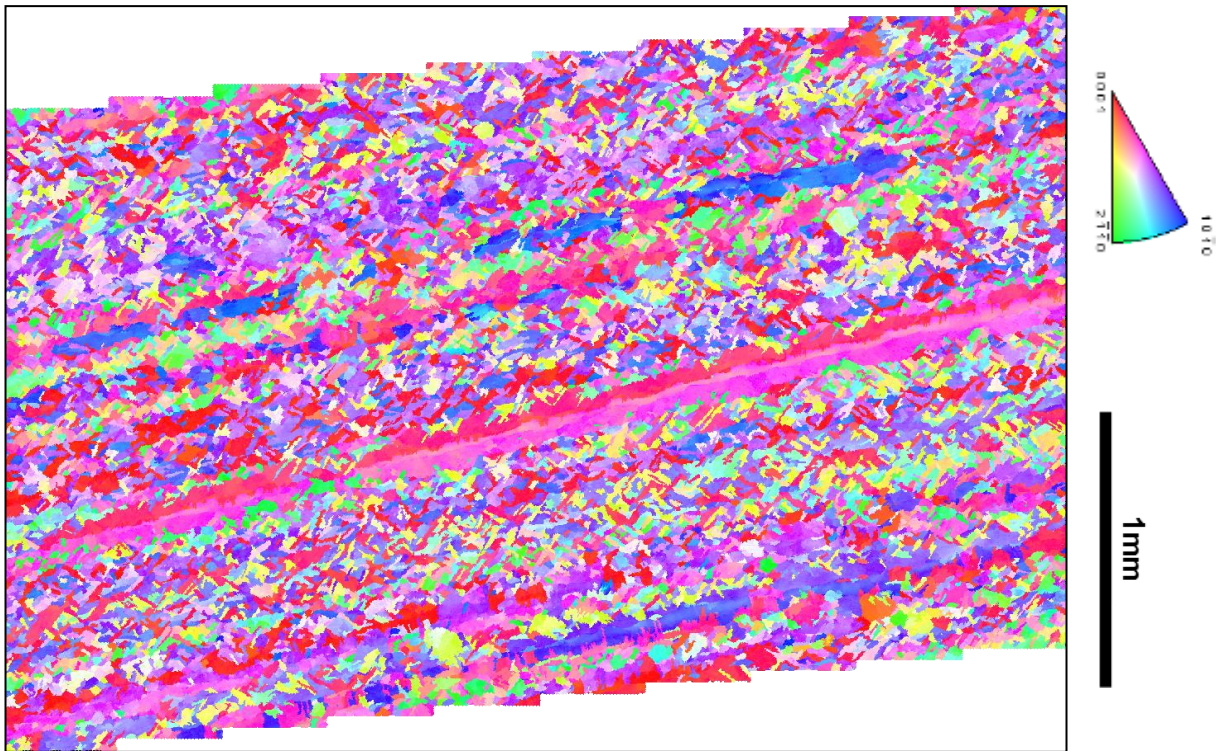


Figure 5-1 Cartographie EBSD (3,86 x 2,72 mm) codée en IPF (Inverse Pole Figure) suivant la direction macroscopique ND (normale à la surface)

Cette cartographie est constituée de 30 cartographies plus petites (pas d'acquisition de 1 μm) qui ont été réduites en termes de résolution (pas de 4 μm) et assemblées en une seule cartographie de plus de 650 000 points de mesure pour effectuer certaines analyses globales (conserver toute la résolution des cartographies initiales conduit à dépasser largement les performances des ordinateurs et du logiciel OIM d'analyse EBSD). Ces données ont été traitées pour déterminer la texture cristallographique de l'échantillon. Etant donné que seule la phase α était indexée, la texture cristallographique est celle des

lamelles de phase α primaire. La zone analysée correspond à la toile du disque, donc à la zone la plus déformée pendant le forgeage et donc la plus fibrée morphologiquement (cf. figure 5-2).

Ce paragraphe s'intéresse au fibrage de l'échantillon. Il faut alors différencier la notion de fibrage morphologique de celle de fibrage cristallographique : le fibrage morphologique décrit l'allongement et l'orientation géométrique des grains ; le fibrage cristallographique décrit les orientations cristallines élémentaires contribuant à la texture globale de l'échantillon. Pour éviter toute ambiguïté par la suite, le terme de composantes plutôt que fibrage sera utilisé pour décrire les aspects cristallographiques.

1.1.1 Zones de prélèvement et d'étude

Les différentes « parties » du disque ne sont pas équivalentes au niveau de la microstructure. Ceci a déjà été illustré en détail sur la figure 4-4 en page 167.

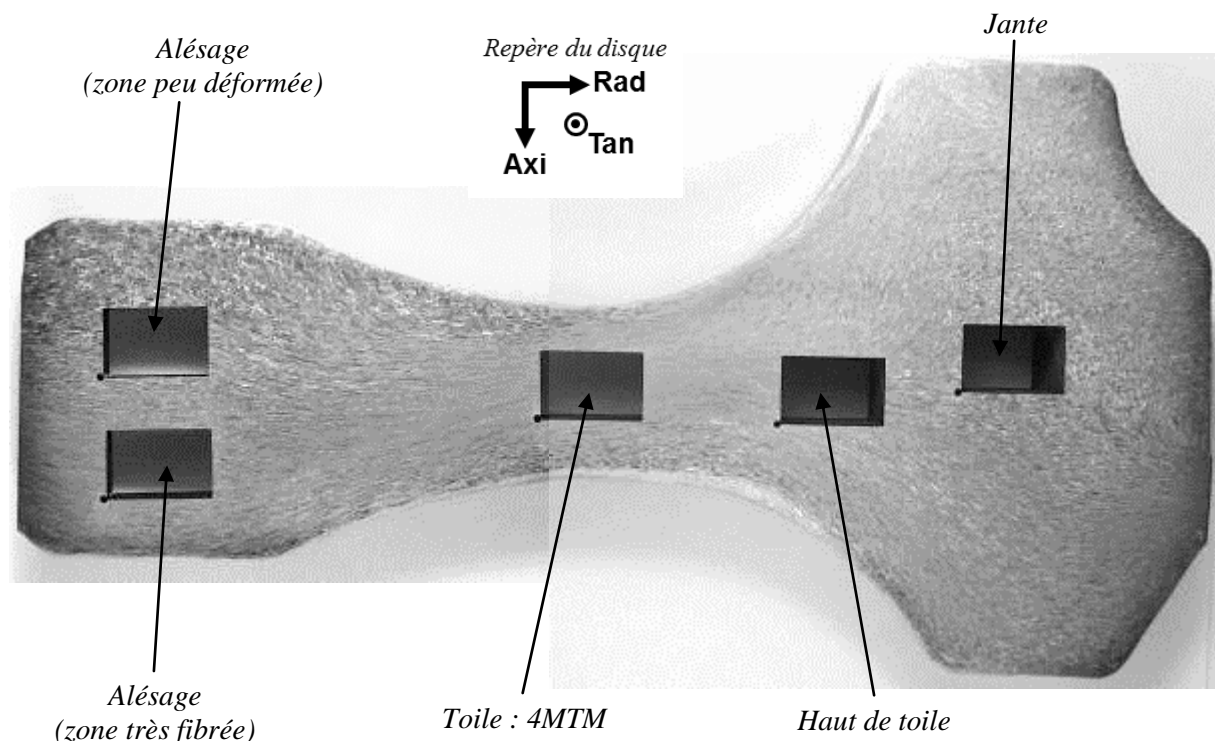


Figure 5-2 Macrographie d'une tranche de disque

La macrographie de la tranche de disque ci-dessus (figure 5-2) montre que les grains sont plus ou moins allongés suivant les différentes zones du disque. Le fibrage morphologique issu du forgeage y est donc plus ou moins marqué :

- Dans la zone « alésage – zone peu déformée », les grains sont plus gros et équiaxes ; cette zone est peu fibrée morphologiquement.

- Dans la partie « toile et haut de toile », les grains sont au contraire très allongés ; cette zone est fortement fibrée morphologiquement.

- Dans la partie « jante », la morphologie de la microstructure ressemble à celle de l'alésage tout en étant plus fine.

Le fibrage dépend des paramètres du forgeage, entre autres du taux de déformation. Plus ce taux est élevé, plus les grains sont allongés et la zone morphologiquement fibrée.

L'échantillon 4MTM analysé en EBSD est issu de la toile de ce disque. Il présente donc un fibrage morphologique très marqué. Pour cette raison, l'analyse détaillée de la texture cristallographique et du fibrage a été réalisée dans cette zone. Les résultats sont décrits ci-dessous.

1.1.2 Texture cristallographique globale

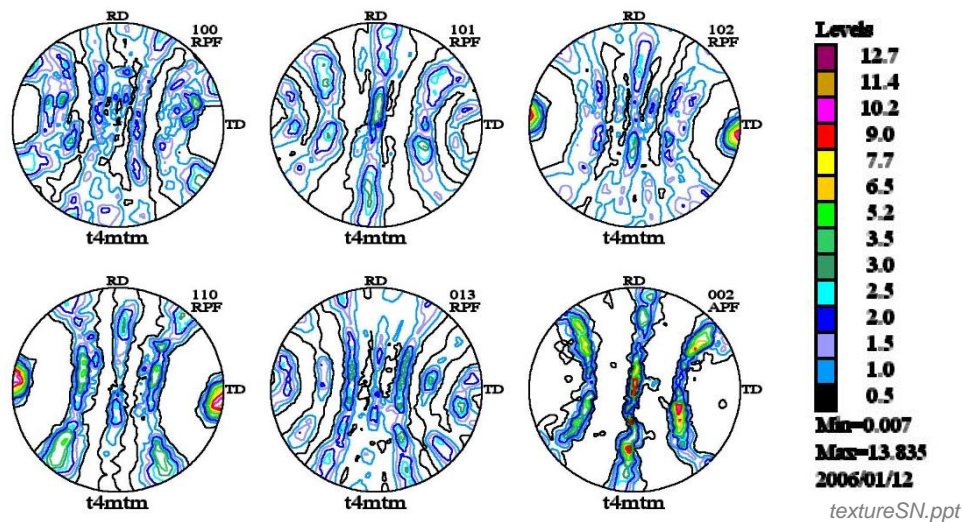


Figure 5-3 Figures de pôles obtenues en DRX (Ph. Gallois, Snecma)

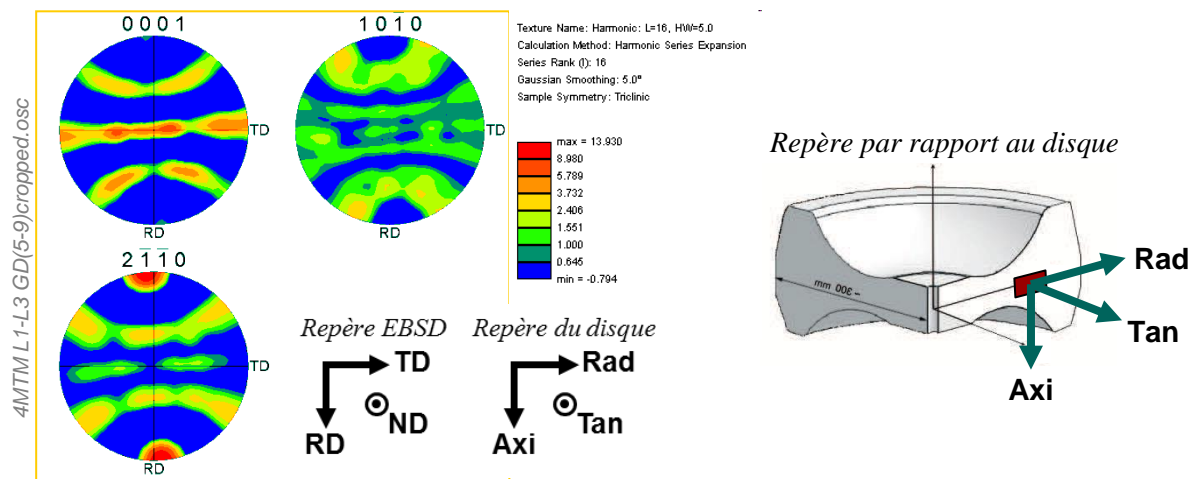


Figure 5-4 Figures de pôles obtenues en EBSD (Assemblage des 30 cartographies)

La figure 5-3 présente les figures de pôles $\{100\}$, $\{101\}$, $\{102\}$, $\{110\}$, $\{013\}$ et $\{002\}$ obtenues par DRX par Snecma sur cette microstructure. Les conditions de réalisation de ces mesures ne sont pas détaillées, en particuliers les correspondances entre les directions RD et TD par rapport aux directions macroscopiques du disque. Ces figures donnent une information globale sur les textures présentes dans cette pièce. La figure 5-4 est issue quant à elle d'analyses EBSD réalisées dans le cadre de ce travail dans la zone « toile » (échantillon 4MTM). L'orientation de l'échantillon est bien connue par rapport au disque. Les directions RD, TD et ND correspondent respectivement aux directions axiale, radiale et tangentielle. Sauf contre-indication, il en est de même pour toutes les autres figures de ce chapitre. Sur toutes ces figures de pôles, le code de couleur donne une indication sur l'intensité de la texture au sens d'une densité de probabilité de chaque orientation cristallographique. La valeur maximale de cette intensité est souvent considérée comme l'indice de texture. Cette grandeur permet de qualifier le niveau de texture. Ainsi, un indice de texture de 1 est associé à un matériau « parfaitement non texturé ». Un indice très grand signifie au contraire que l'échantillon est fortement texturé.

Les figures de pôles présentées sur la figure 5-3 conduisent à un indice de texture très élevé de l'ordre de 13,8 démontrant un caractère fortement texturé du matériau.

La figure 5-4 présente les figures des pôles $\{001\}$, $\{100\}$ et $\{2\bar{1}0\}$, c'est-à-dire des pôles $\{0001\}$, $\{10\bar{1}0\}$ et $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ en notations à 4 indices, obtenues par EBSD dans la zone 4MTM. Dans ce cas, le lien entre les axes retranscrits sur les figures de pôles et les directions géométriques associées à la pièce est parfaitement connu (voir figure 5-4). Ainsi, la direction TD correspond à la direction radiale et RD correspond à la direction de forgeage, i.e. à l'axe axial du disque. L'indice de texture maximal est de 13,9.

Les indices de texture établis par DRX et EBSD sont quasiment égaux ce qui tend à vouloir dire que le niveau de texture est le même dans les deux cas. Etant donnée la différence entre les deux méthodes expérimentales, cette égalité est cependant à considérer avec précautions. En effet, la diffraction des rayons X permet d'analyser un volume de matière beaucoup plus important réparti sur une plus grande surface et une plus grande profondeur sondée. Dans le cas des données EBSD, seule la surface de l'échantillon est prise en compte pour la détermination de la texture. En effet, la profondeur sondée par le faisceau électronique est de l'ordre de 20 à 50 nm. De plus, les méthodes mathématiques de calcul des figures de pôles sont différentes.

Pourtant, si on applique une rotation des figures de pôles DRX de 90° environ autour de l'axe ND (normale à la surface), on constate une très bonne correspondance entre les résultats obtenus par EBSD et DRX. Cette similitude tend à montrer que la taille de la cartographie EBSD réalisée est suffisante pour capter assez de grains et être représentative de la microstructure et de la texture.

1.1.3 Détermination des composantes cristallographiques

L'analyse détaillée de ces figures de pôles permet de préciser quelles sont les composantes majeures constituant la texture. Les figures suivantes illustrent les deux composantes principales qui ont été identifiées.

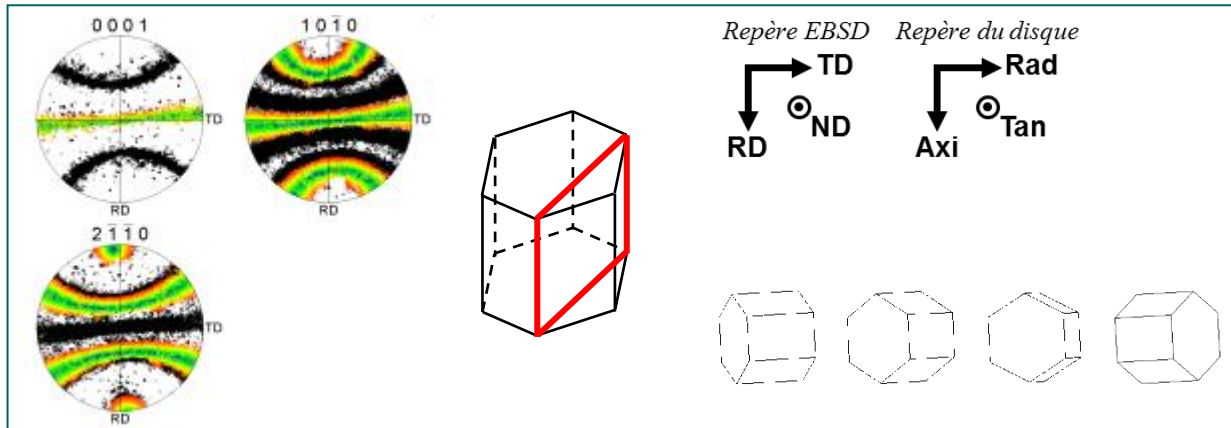


Figure 5-5 Composante prismatique $\{2\bar{1}10\}$

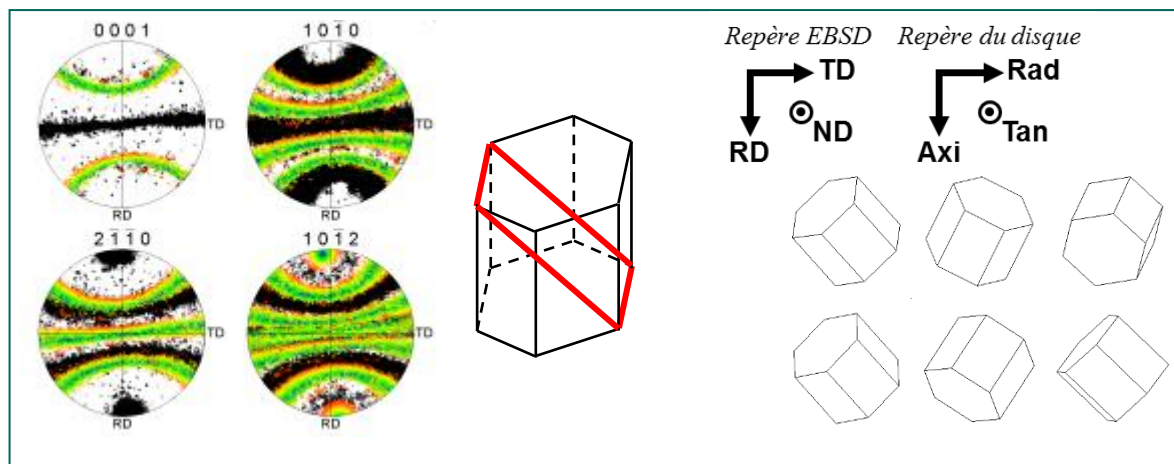


Figure 5-6 Composante pyramidale $\{10\bar{1}2\}$

Les figures ci-dessus (figure 5-5 et figure 5-6) montrent chacune :

- les figures de pôles discrètes avec en couleur les points ayant une désorientation de moins de 15° par rapport à la composante considérée ;
- un exemple de plan cristallin correspondant à la composante cristallographique, tracé en rouge dans la maille hexagonale ;
- quelques exemples de représentation de la maille selon la direction ND, i.e. projection dans le plan (TD, RD).

Lorsque l'on ajoute les points correspondant à ces deux composantes, on retrouve à 2 % près tous les points de la figure de pôles entière.

Toutes les lamelles appartenant à la composante prismatique ont un plan de type $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ coïncidant avec le plan (TD, ND). Dit autrement, ces lamelles ont un plan $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ perpendiculaire à la direction de forgeage RD. L'orientation de l'axe $\langle c \rangle$ de la maille hexagonal, direction contenue dans les plans $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$, est aléatoire dans le plan (TD, ND). De même, toutes les lamelles de la composante pyramidale ont un plan $\{10\bar{1}2\}$ perpendiculaire à la direction de forgeage. L'orientation de la direction $[\bar{1}2\bar{1}0]$, contenue dans le plan $(\bar{1}0\bar{1}2)$, est également aléatoire dans le plan (TD, ND).

Il s'agit donc, dans les deux cas, de composantes isotropes dans le plan perpendiculaire à la direction de forgeage. La contribution relative des deux composantes prismatique et pyramidale est équivalente. En effet, si l'on considère l'ensemble des points de mesures correspondant à ces deux composantes (en excluant les 2 % de points hors composantes prismatique et pyramidale), les proportions sont respectivement de 52,4 % (prismatique) et 47,6 % (pyramidale).

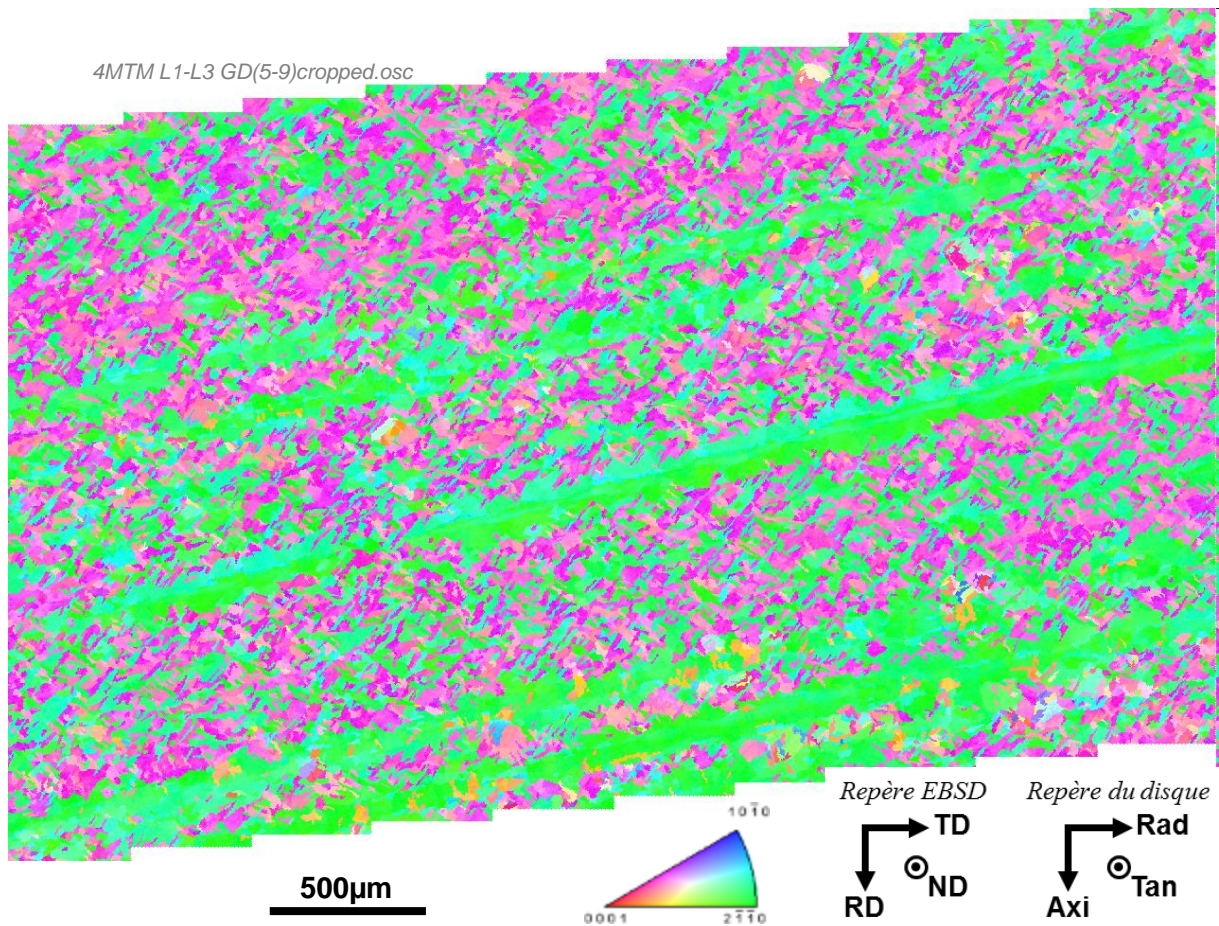


Figure 5-7 Cartographie EBSD de l'échantillon 4MTM, codée en Inverse Pole Figure suivant RD (Assemblage de 30 cartographies)

La figure 5-7 permet très clairement de mettre en évidence les deux composantes cristallographiques de la texture. Les lamelles vertes et roses appartiennent respectivement à la composante prismatique et pyramidale. On peut ici remarquer que la plume se trouvant au milieu de la cartographie fait entièrement partie de la composante prismatique. Ceci peut être vérifié pour les autres

plumes de la zone analysée. C'est ce type de texture qui a été intégrée et prise en compte dans les simulations numériques développées par K. Kuzmenkov [123].

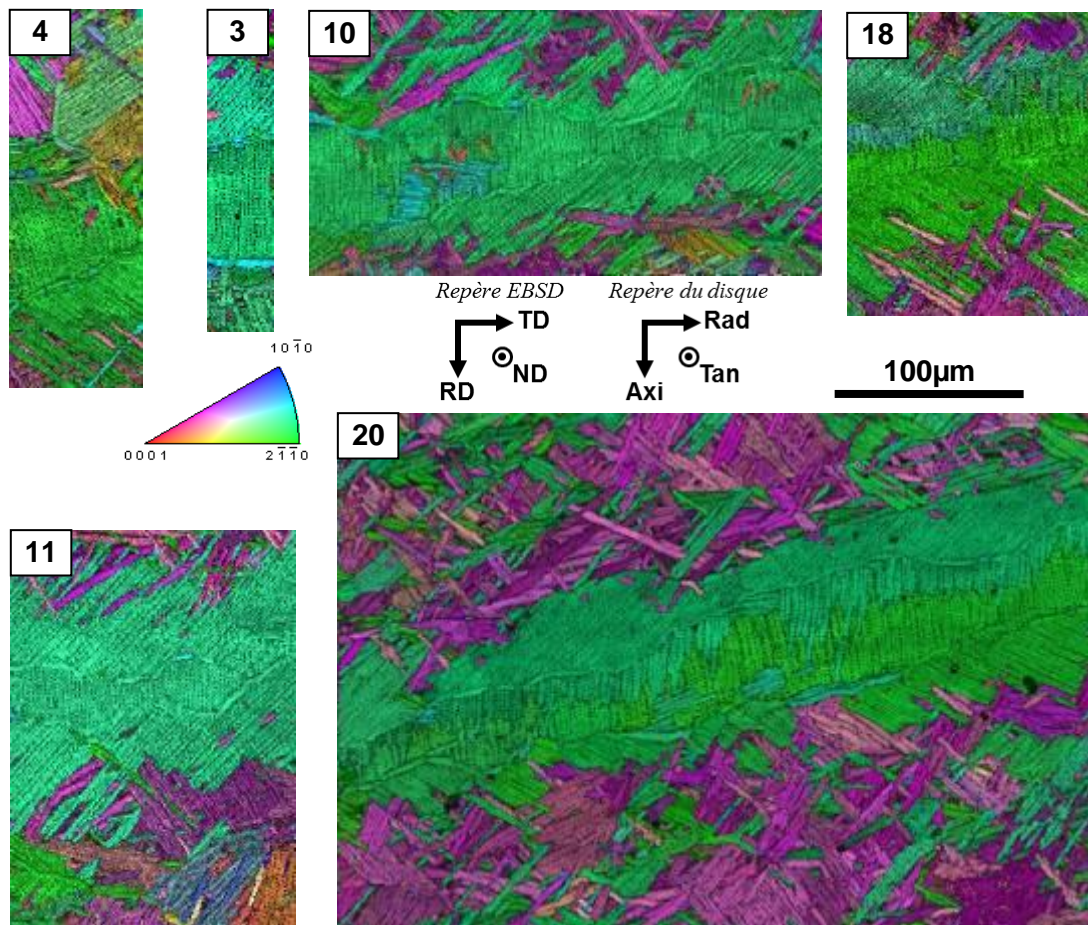


Figure 5-8 Cartographies EBSD des plumes 3, 4, 10, 11, 18 et 20, en IPF RD

Comme le montre la figure 5-8, toutes les plumes, dont les données EBSD ont été transmises à K. Kuzmenkov pour développer ses simulations, sont de couleur verte, indiquant qu'un des pôles prismatiques $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ est proche de la direction RD d'observation. Toutes ces plumes appartiennent donc à la même composante cristallographique. Par ailleurs elles ont une orientation cristallographique proche. En effet, l'observation de l'orientation cristallographique selon la direction ND (cf. figure 5-9) montre que toutes les plumes ont un plan basal presque perpendiculaire à la direction tangentielle du disque (direction ND).

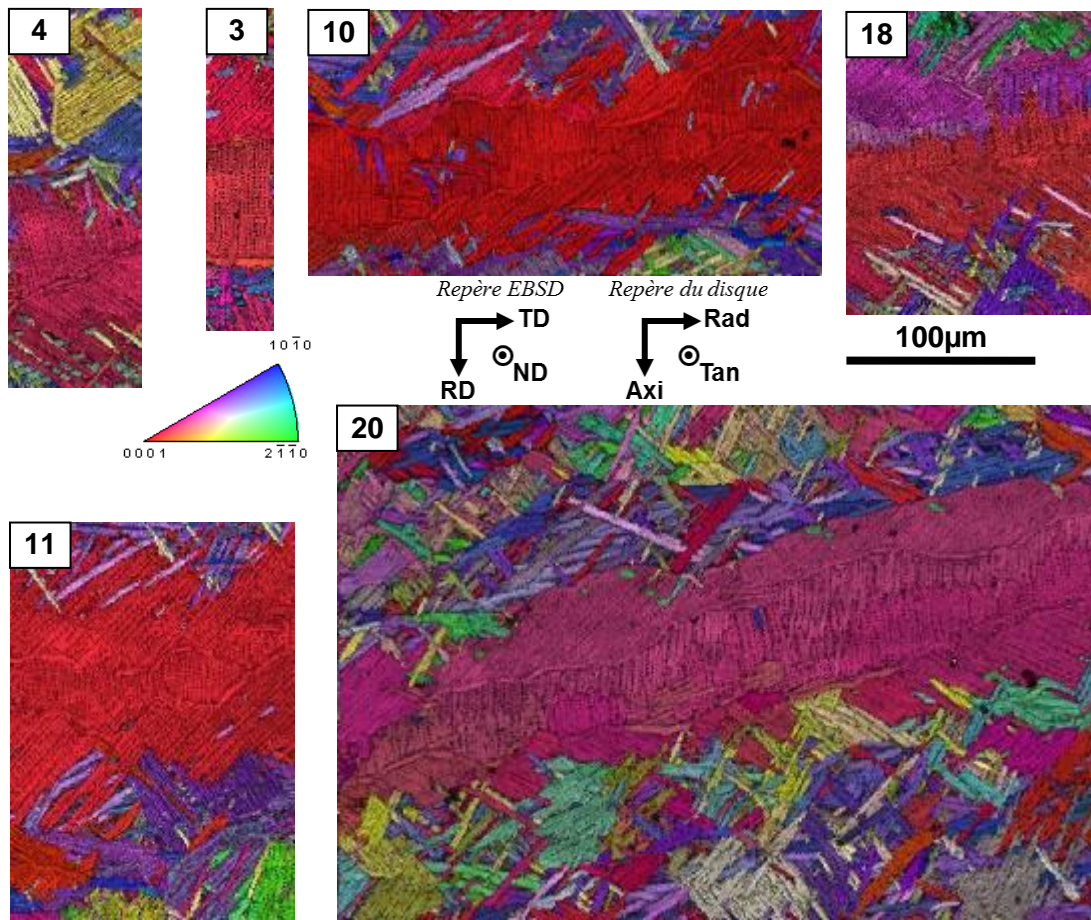


Figure 5-9 Cartographies EBSD des plumes 3, 4, 10, 11, 18 et 20, en IPF ND

Une analyse similaire d'identification des composantes cristallographiques a été réalisée à partir des données EBSD après avoir séparé celles correspondant aux plumes de celles correspondant à la « matrice de lamelles enchevêtrées ». Ces données sont représentées séparément en figure 5-10.

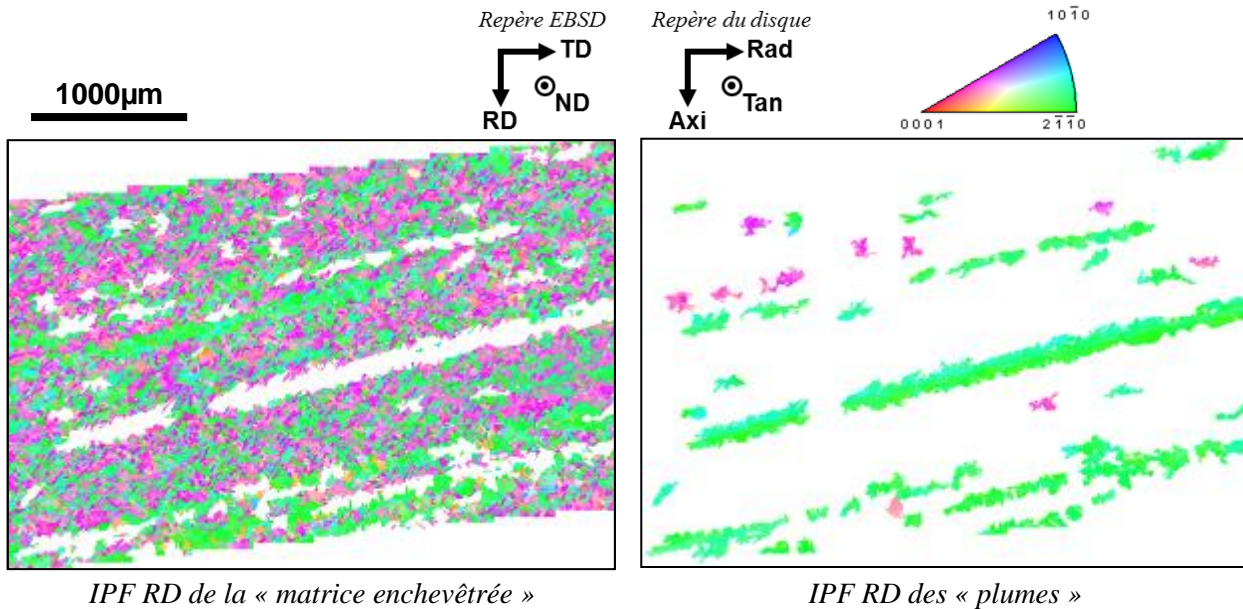


Figure 5-10 Carte des « plumes »

Dans cette analyse, les plumes ne peuvent pas être identifiées aussi « clairement » que par l'algorithme de traitement d'images. En effet, le logiciel d'analyse des données EBSD, OIM Analysis, ne permet pas de repérer la juxtaposition de plusieurs colonies. Il ne permet de construire que des domaines d'orientations similaires en prenant en compte un critère de désorientation de pixel à pixel. Dans le cas présent les zones de même orientation cristallographique sont définies à 5° près. Dans la plupart des cas, un « grain » (ensemble de pixels de même orientation au critère de désorientation près) correspond à une lamelle ou à une colonie. Dans certains cas particuliers où des colonies adjacentes ont une orientation morphologique des lamelles différente mais une même orientation cristallographique, un grain peut englober ces deux colonies. Il correspond alors à une partie de la plume ou à toute la plume.

Pour simplifier, les plumes sont assimilées ici aux grains de taille supérieure à une certaine valeur, prise ici égale à 7 854 µm² qui correspond à diamètre équivalent de 100 µm (cf. figure 5-11). Cette première approximation conduit à repérer 63 grains sur les 8 465 grains initiaux, soit 14 % de la surface totale de la cartographie. Parmi ces grains se trouve la grande plume centrale de la cartographie EBSD, quelques petites plumes et des colonies isolées. Le pourcentage de 14 % en surface surestime donc la proportion de plumes. En effet, sur le même échantillon, le traitement d'images a permis de repérer des plumes qui représentaient environ 10 % de la surface (cf. paragraphe 3.4.1 du chapitre 4, « Exemple de quantification » en page 197).

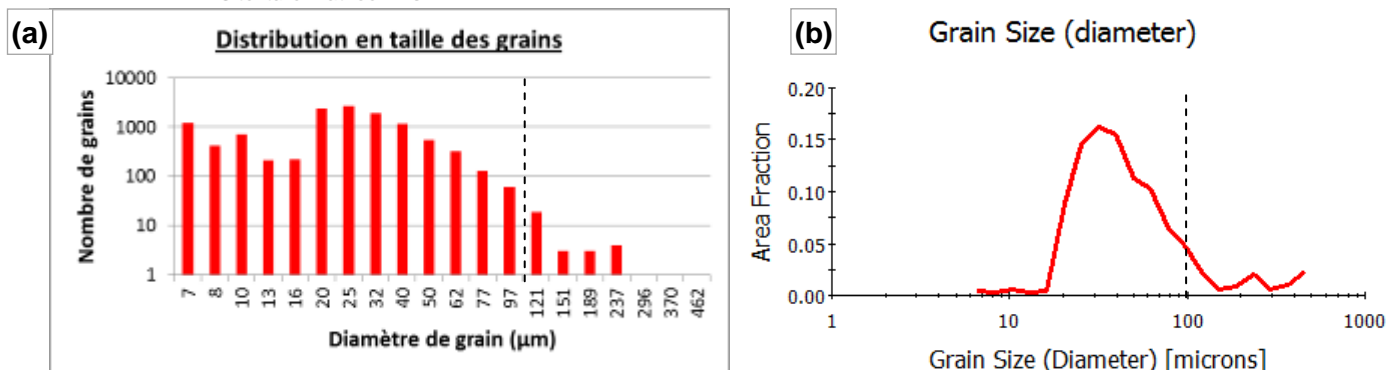


Figure 5-11 Seuil de sélection des plumes

Après séparation des plumes de la matrice enchevêtrée, une analyse quantitative des différentes composantes de la microstructure est possible. Le tableau 5-1 ci-dessous regroupe les informations correspondantes.

	Nombre de pixels	Fraction surfacique / à la matrice	Fraction surfacique totale
Composante prismatique	252 303	46 %	39 %
Composante pyramidale	288 121	52 %	45 %
autre	12 320	2 %	2 %
Matrice totale	552 744	100 %	86 %
Plumes	91 159	-	14 %
Cartographie entière	643 903	-	100 %

Tableau 5-1 Proportions relatives des composantes cristallographiques

On peut constater qu'une faible proportion de 2 % des points est désorientée de plus de 15° par rapport aux deux composantes principales prismatique et pyramidale. Ces « autres » points sont distribués aléatoirement et ne constituent pas une composante en tant que telle. A noter également que pour simplifier la microstructure et les calculs, les grains plus petits que 20 pixels ont été supprimés et/ou ignorés.

On peut déjà noter ici que les composantes prismatique et pyramidale sont présentes en proportions relativement équivalentes dans la matrice enchevêtrée avec respectivement 46 et 52 % en termes de surface.

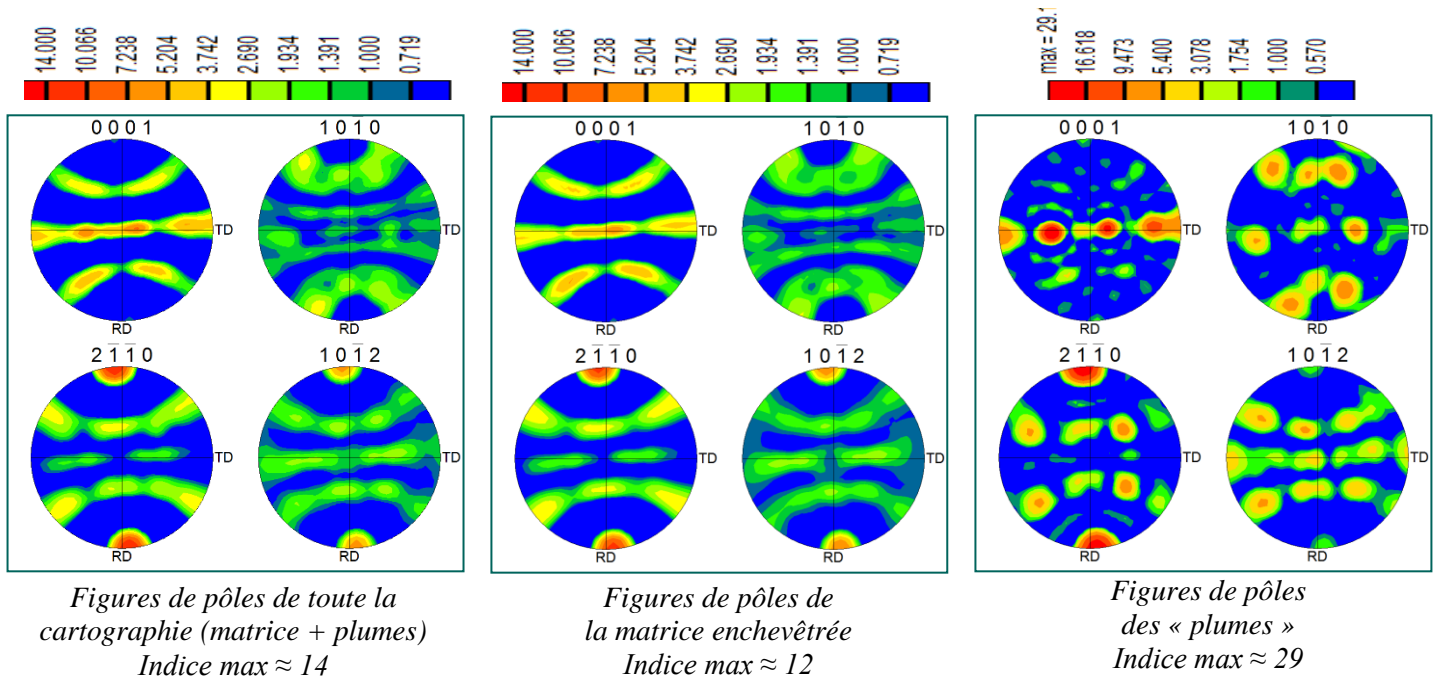


Figure 5-12 Comparaison des textures Matrice-Plumes

Illustrée en figure 5-12, l'analyse comparative des textures des différents constituants de la microstructure conduit aux remarques suivantes :

- Les textures de toute la cartographie et de la « matrice » prise séparément sont quasiment identiques, autant en répartition des orientations qu'en indice de texture. C'est donc la « matrice » qui participe en premier lieu à la texture cristallographique de l'alliage.

- Les figures de pôles associées aux plumes sont au contraire très différentes des deux précédentes. L'indice de texture maximal de 29 montre que les plumes sont extrêmement texturées. Ceci n'est pas surprenant étant donné qu'il n'y a que quelques plumes sur cette cartographie et que l'orientation cristallographique est uniforme dans chacune des couches constituant les plumes. De plus, on peut confirmer ici que les plumes appartiennent essentiellement à la composante prismatique. En effet, la direction $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ parallèle à RD est l'orientation très marquée.

- Malgré leur texture cristallographique extrêmement marquée, les plumes ne participent que peu à la texture globale. Ceci est à relier directement à leur faible fraction surfacique.

Cette analyse permet de valider les données transmises à K. Kuzmenkov pour établir une loi de comportement macroscopique. En effet, il suffit de prendre en compte la texture générale du matériau, pour modéliser la « matrice » entourant les plumes. Ceci concerne notamment les données établies dans le paragraphe suivant.

1.1.4 Analyse dans la profondeur

Plusieurs questions se posaient concernant ces analyses de textures. Une première portait sur la manière dont les textures établies sur une coupe pouvaient ou non être étendues dans la profondeur de la pièce. Une seconde concernait la reproductibilité des mesures. Dans cette optique, une deuxième cartographie EBSD a été réalisée dans la même zone que précédemment après avoir enlevé une couche de matière de quelques dizaines de micromètres. Si l'épaisseur exacte ôtée par polissage n'est pas connue, les grandes plumes et colonies restent cependant aisément identifiables entre les deux cartographies.

Cette deuxième cartographie représentée ci-dessous (figure 5-13 (b)) est très similaire à la première. De même, le calcul de texture (cf. figure 5-14) montre que les différentes composantes cristallographiques restent très semblables.

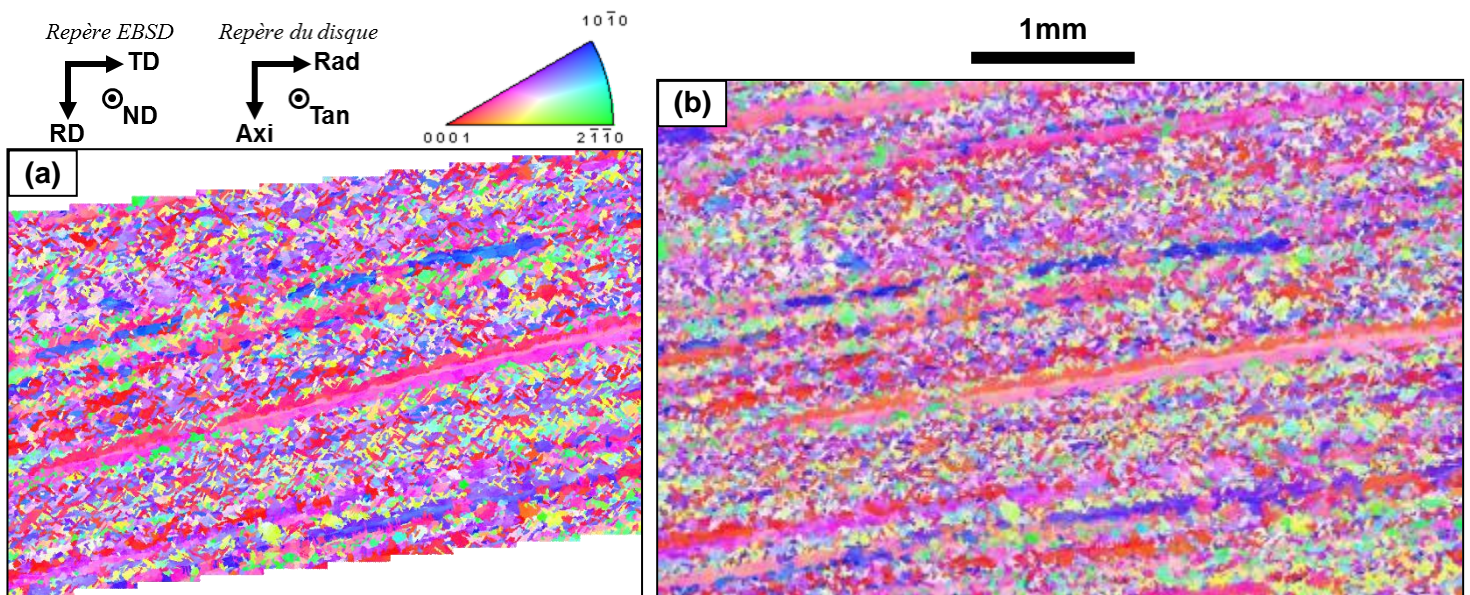


Figure 5-13 Grande cartographie en IPF ND : (a) avant polissage et (b) après polissage

On remarque cependant une petite différence au niveau de la « direction de fibrage ». Ceci s'explique par une variation d'environ 5° sur l'alignement manuel de l'échantillon sur le porte-objet lors de la réalisation des cartographies. Ce désalignement induit également une variation de l'orientation cristallographique (variations de couleurs), visible sur la figure ci-dessus, puisque les axes macroscopiques de référence sont légèrement modifiés.

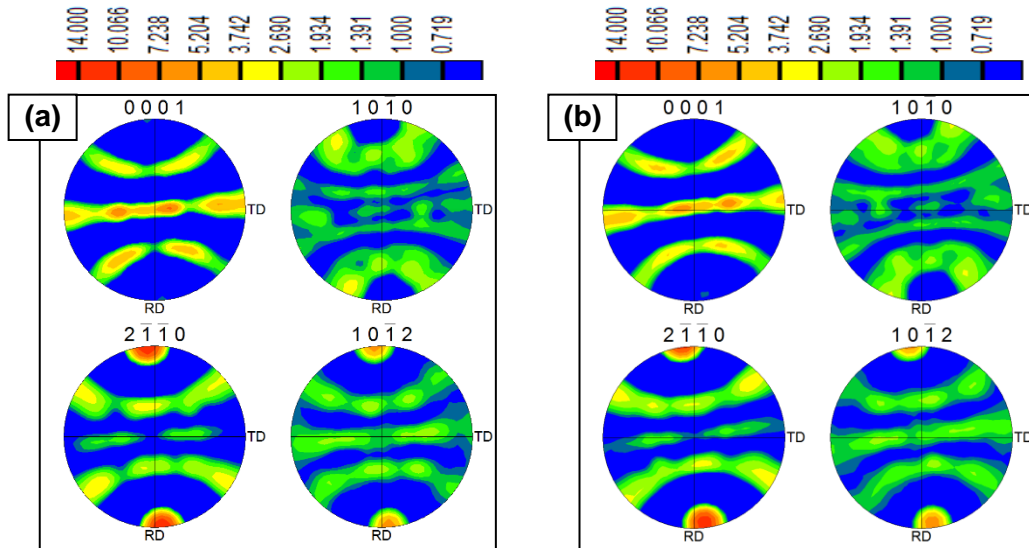


Figure 5-14 Figures des pôles de texture : (a) avant polissage ; (b) après polissage

Les mêmes remarques peuvent être faites à partir des figures de pôles reportées sur la figure 5-14. Ces figures de pôles sont très proches. Avant polissage, l'intensité maximale de la texture est de 14,1 alors qu'après polissage, l'indice maximal de texture n'est plus que de 12,4. Cette variation est particulièrement faible. La texture n'évolue donc pas brutalement dans la profondeur de l'échantillon et surtout, la grande plume visible sur la première cartographie est bien présente sur la deuxième.

Cette « double » analyse va donc clairement dans le sens d'une très bonne représentativité des résultats établis pour la zone étudiée, i.e. la « toile » du disque.

Des analyses du même type ont également été réalisées dans la même zone du disque sur un plan (Tangentiel, Axial). La cartographie des orientations cristallographiques selon l'axe TD ainsi que les figures de pôles sont représentées en figure 5-15. Etant donné que le plan d'observation est ici différent des précédentes analyses, la correspondance entre les axes « EBSD » et les axes du disque est modifiée et indiquée sur la figure. La cartographie en code de couleur IPF selon TD permet à nouveau d'identifier deux composantes, une « verte » et une « rose ». Les figures de pôles de toute la zone analysée confirment qu'il s'agit des mêmes composantes prismatique $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ et pyramidale $\{10\bar{1}2\}$ perpendiculaires à la direction de forgeage (axe axial) déjà observées auparavant.

Par ailleurs, l'évolution de la texture cristallographique selon l'axe tangentiel a été déterminée en découpant la cartographie EBSD en dix « tranches horizontales ». Chaque tranche mesure 2 000 μm selon l'axe axial et 450 μm selon l'axe tangentiel. Les figures de pôles ont été tracées pour chacune de ces tranches. Ces figures de pôles sont très semblables entre elles et à la figure de pôles de toute la cartographie EBSD.

Ces résultats confirment donc que la texture n'évolue pas significativement dans la profondeur et que les deux composantes prismatique et pyramidale sont représentatives de la toile du disque.

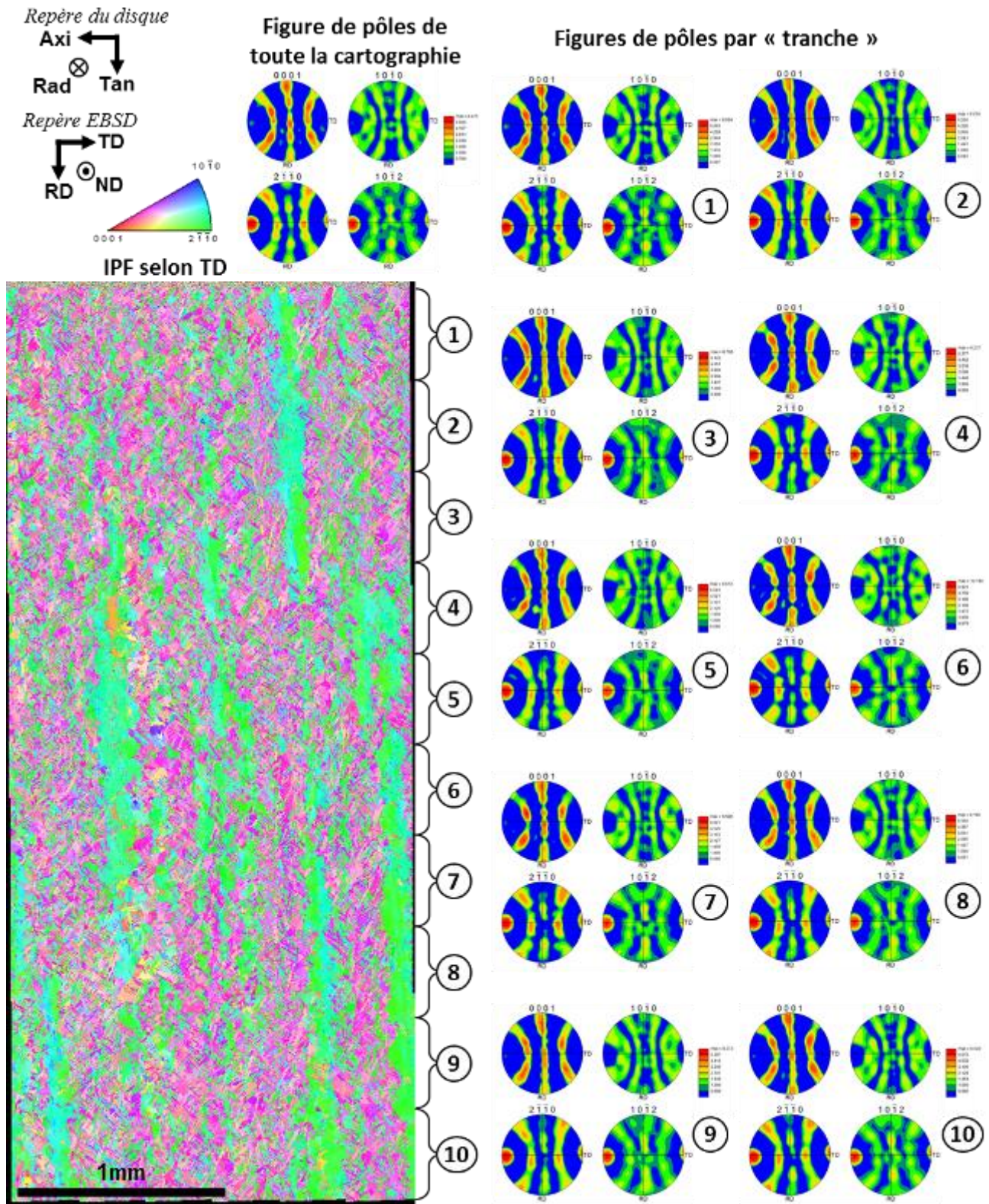


Figure 5-15 Analyses EBSD dans le plan (tangential, axial) du disque dans la zone « toile »

1.2 Construction de données numériques

La cartographie EBSD complète vue précédemment comporte plus de 650 000 points de mesure. Ce nombre est beaucoup trop grand pour être utilisable directement dans un modèle numérique. Pour permettre un calcul raisonnable (réalisé par K. Kuzmenkov [123]), des sets de données plus petits ont été construits. Deux sets de 1 000 points chacun ont notamment été conçus. Un premier set dont la texture est représentative de la texture réelle de l'échantillon et un deuxième set « aléatoire » qui a pour objectif de représenter un échantillon « parfaitement non texturé ». Ce deuxième set a servi de référence pour le calcul.

1.2.1 Le set de 1 000 points représentatifs

Différentes techniques pour réduire le nombre de points ont été comparées. Celle produisant la texture la plus ressemblante à la texture originale est présentée ci-dessous.

Cette technique consiste à regrouper les points de la cartographie EBSD en grains. Un grain est ici une zone connexe de même orientation cristalline à 5° près. Les grains définis ainsi correspondent aux lamelles isolées, à certaines colonies et aux plumes de phase α . Cependant, ces grains ne correspondent pas aux ex-grains β puisque seule la phase α est indexée.

Les 650 000 points de la cartographie EBSD sont ainsi regroupés en 14 000 grains. Ce nombre est beaucoup plus petit mais toujours trop grand pour être utilisable pour le type de simulation numérique envisagé.

Pour réduire encore plus ce nombre, les grains sont triés suivant leur taille. La distribution en taille de grain obtenue est donnée ci-dessous (figure 5-16).

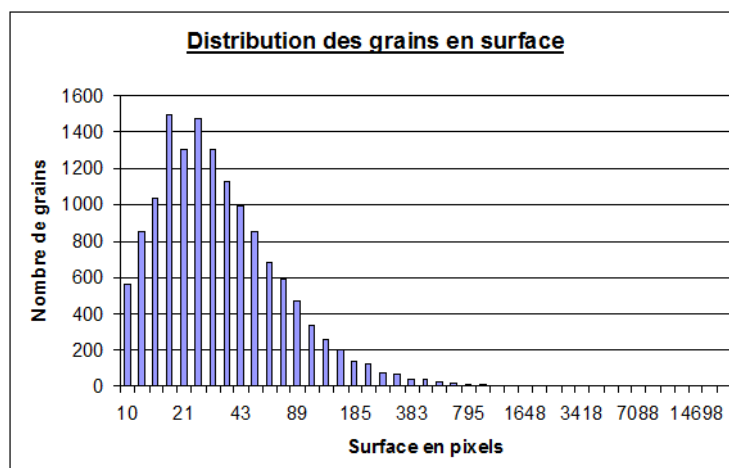


Figure 5-16 Distribution en taille des grains de phase α déterminée par EBSD

On peut noter que la majorité des grains sont de petite taille avec une taille moyenne proche de 25 pixels, soit environ 350 μm^2 . Ces grains correspondent aux lamelles isolées et/ou enchevêtrées, et

aux petites colonies. A l'opposé, il y a des grains de très grande taille ne ressortant pas sur la distribution précédente car trop peu nombreux. Ceux-ci correspondent aux très grandes colonies et aux grandes plumes. Le grain le plus grand a une surface de 204 300 μm^2 , soit 14 743 pixels et correspond à la plume se trouvant au milieu à droite de la cartographie.

L'idée de cette technique est de trier les grains suivant leur taille et de sélectionner les 1 000 grains les plus grands. La texture du set ainsi construit est décrite par la figure suivante (figure 5-17). Il faut noter que chaque point du set représente l'orientation cristalline d'un grain de la cartographie originale. L'information de la taille du grain correspondant n'est pas prise en compte dans ce calcul de la texture.

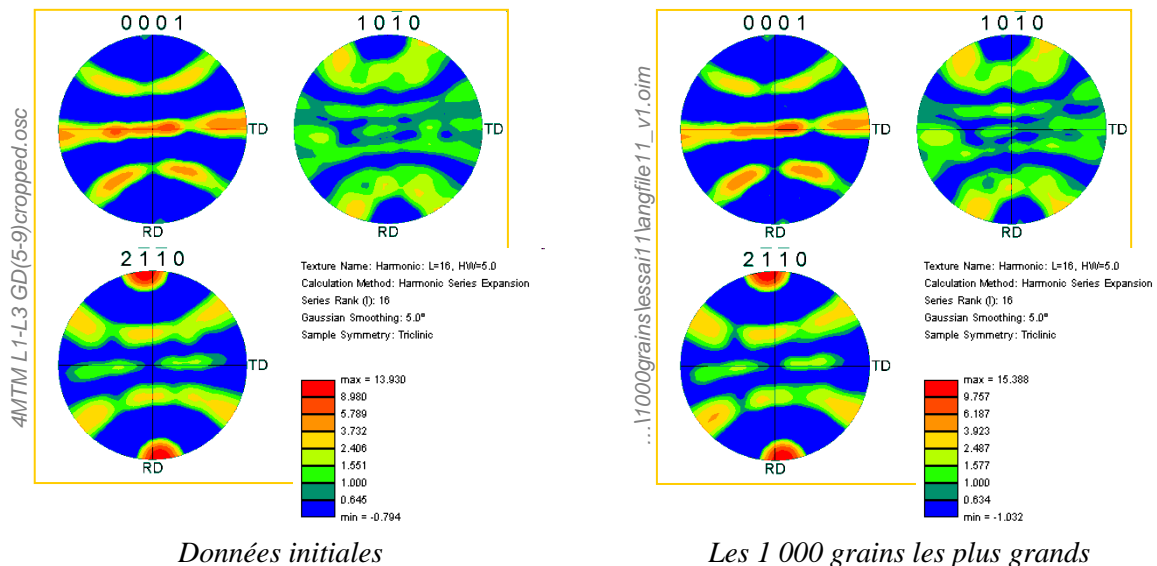


Figure 5-17 Comparaison de la texture des 1 000 grains les plus grands et des données initiales

A quelques détails près, les figures de pôles associées aux données initiales et au set de 1 000 points sont identiques. La seule différence notable est au niveau de l'indice de texture maximal : avec 13,9 pour les données initiales et 15,4 pour le set, ce dernier est légèrement plus texturé. L'ordre de grandeur reste cependant le même.

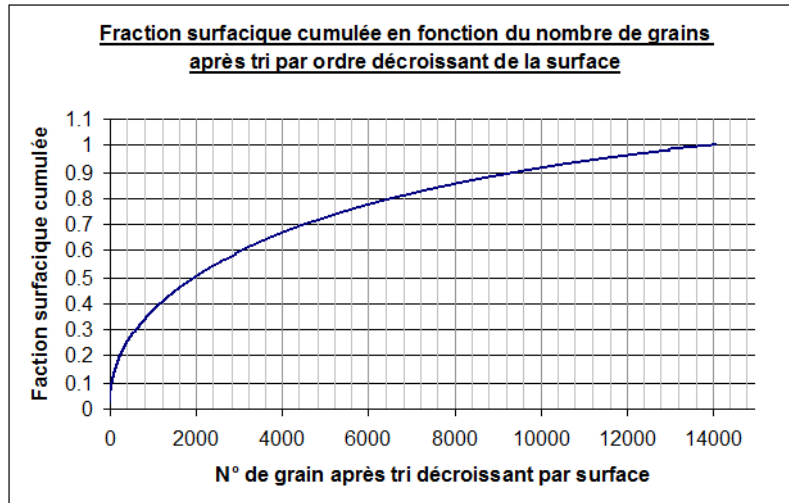


Figure 5-18 Fraction surfacique cumulée des grains après tri par ordre croissant

La technique explicitée ci-dessus produit un très bon résultat dans le cas présent. Une généralisation de cette technique n'est cependant pas garantie. En effet, comme le montre la figure 5-18 ci-dessus, lorsque l'on sélectionne les 1 000 grains les plus grands, on ne couvre que 35 % de la surface totale de la cartographie. Il est donc étonnant que l'on puisse « reconstruire » la texture de l'échantillon avec seulement 35 % des données, d'autant plus que l'on perd l'information de la taille des grains. Pourtant les figures de pôles montrent très clairement que ce set de 1 000 points est très représentatif de la cartographie complète.

Pendant la construction de ce set de 1 000 points représentatifs, l'information de la position géométrique des grains n'est pas conservée. Il n'y a donc plus de cartographie associée aux données. Afin de traiter les données à l'aide du logiciel d'analyse EBSD, une cartographie « fictive » a été construite (cf. figure 5-19).

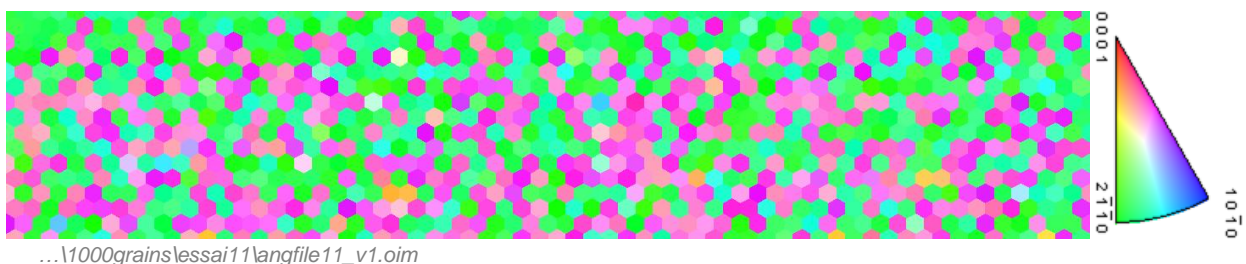


Figure 5-19 Cartographie IPF RD du set représentatif

On retrouve bien les deux composantes cristallographiques mises en évidence précédemment : les points verts et roses appartiennent respectivement aux composantes prismatique et pyramidale. Ce résultat confirme visuellement la représentativité du set par rapport à la cartographie initiale (cf. figure 5-7 en page 213).

1.2.2 Le set de 1 000 points aléatoires

Le paragraphe précédent a permis de construire un set de 1 000 points représentatif de la texture cristallographique de l'échantillon 4MTM dans la partie toile du disque. Ces données sont utilisées par K. Kuzmenkov dans ses calculs numériques. Pour caractériser l'influence de cette texture sur le résultat du calcul, une référence a été établie. Cette référence est en fait un set de 1 000 points dont la texture est celle d'un échantillon théorique, parfaitement non texturé.

Ce set est constitué de 1 000 triplets d'angles d'Euler. Compte-tenu des symétries de la maille cristallographique hexagonale de la phase α , les angles d'Euler ont été choisis dans les intervalles suivant [127] :

$$\varphi_1 \in [0 ; 360] \quad \Phi \in [0 ; 90] \quad \varphi_2 \in [0 ; 60]$$

Les triplets d'angles d'Euler sont ensuite générés à l'intérieur de ces intervalles à l'aide des fonctions aléatoires d'Excel. Les angles φ_1 et φ_2 suivent une distribution uniforme. L'angle Φ suit une distribution empirique « fittée » afin d'obtenir un set de données non texturé. (cf. figure 5-20 ci-dessous).

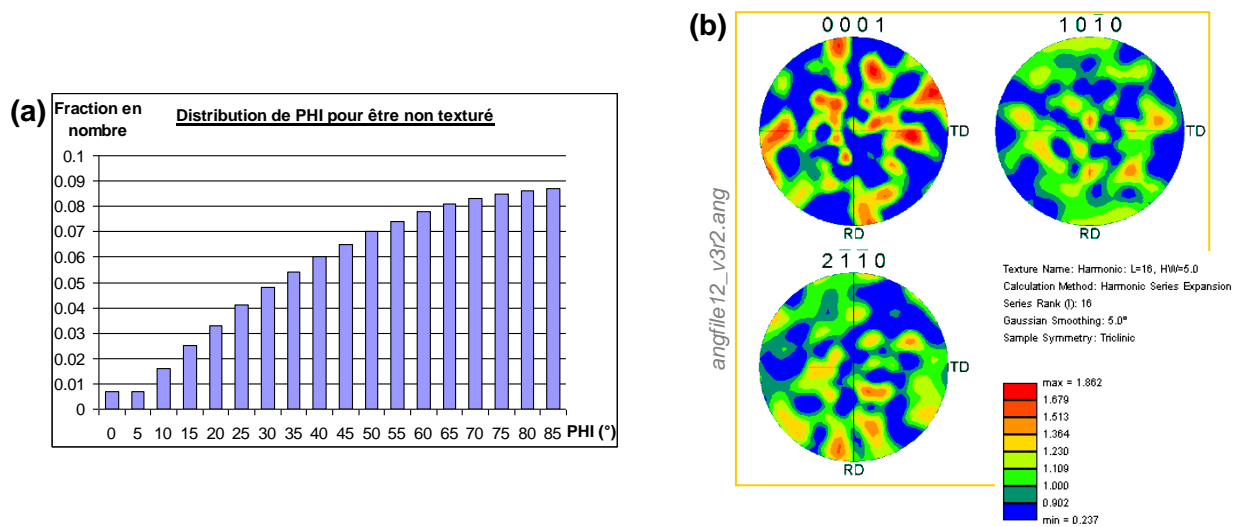


Figure 5-20 (a) Distribution empirique pour Φ ; (b) Figures de pôles du set de 1 000 points de référence.

Le set de 1 000 points ainsi généré présente une texture très peu marquée. En effet l'indice de texture maximal de 1,862 est faible (proche de 1). De plus, les zones de grand indice de texture sont réparties aléatoirement sur les figures de pôles. Comme cela a déjà été mentionné auparavant, plus le nombre de points est petit, plus il est difficile d'obtenir un indice de texture proche de 1, même pour un échantillon parfaitement non texturé. Pour vérifier le fonctionnement de cette technique, des sets de données de plus en plus grands ont été générés. Dans ce cas, l'indice de texture tend bien vers 1.

Conclusion : le set de 1 000 points ainsi généré est très peu texturé. Il sera utilisé comme référence dans les calculs numériques par K. Kuzmenkov [123].

2 Analyse de la phase β

Le Ti6242 contenant une fraction volumique de phase β très faible, cette dernière n'est souvent pas analysée en détail lors des essais. Le paragraphe suivant montre qu'il est possible d'obtenir des informations intéressantes vis-à-vis des microstructures particulières que sont les plumes.

2.1 Rappel de l'intérêt théorique

Pour les alliages de titane, la transformation allotropique de type martensitique se produit en suivant une relation d'orientation entre la phase α et la phase β , la relation de Burgers [8] :

$$\begin{aligned}\{0001\}_\alpha &\parallel \{110\}_\beta \\ \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle_\alpha &\parallel \langle 111 \rangle_\beta\end{aligned}$$

Cette relation joue un rôle très important lors de la transmission des systèmes de glissement d'une phase à une autre (cf. paragraphe 1.4.5 du chapitre 1, « Transmission du glissement entre α et β » en page 34). Elle induit des directions de glissement « dures » lorsque les directions de glissement de la phase α et de la phase β sont désalignées et, au contraire, des directions « douces » lorsqu'elles sont quasiment alignées. Ceci est le cas des directions de glissement $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle_\alpha$ et $\langle \bar{1}\bar{1}\bar{1} \rangle_\beta$ de la figure 5-21 (b). Au contraire, les directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ et $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$ sont désalignées de plus de 10° et constituent ainsi une configuration de transmission « dure ».

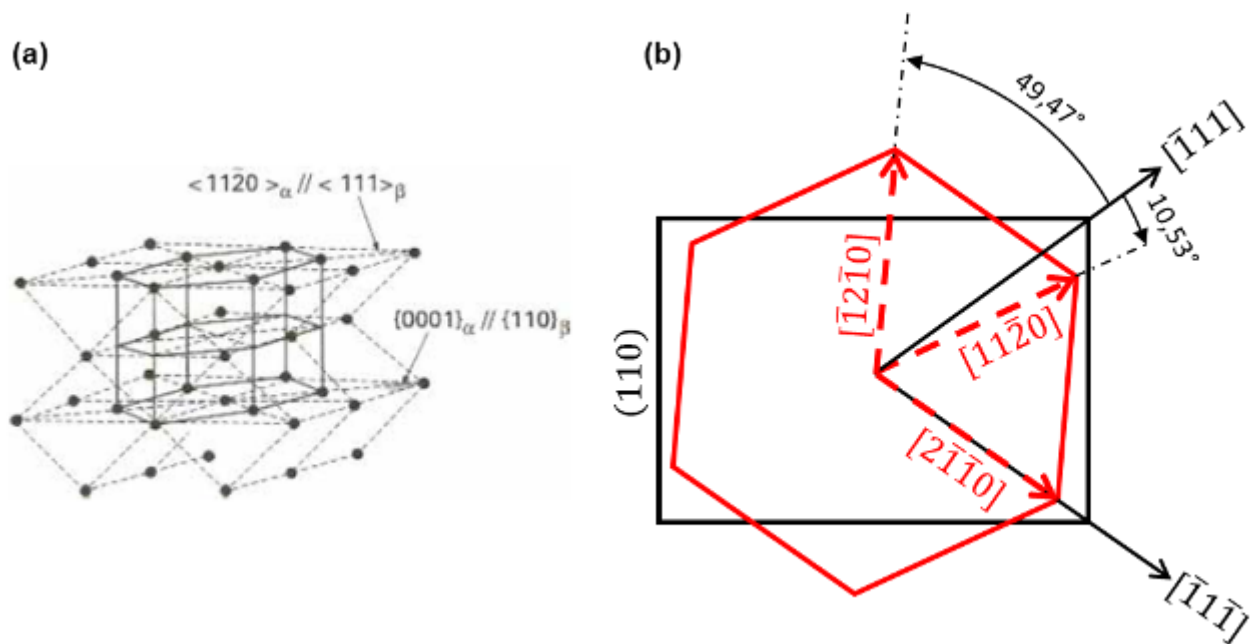


Figure 5-21 (a) Relation d'orientation de Burgers [132];
(b) Directions « douces » et « dures ».

2.2 Méthode expérimentale

Le résidu de phase β entre les lamelles de phase α primaire et secondaire étant très fin, il faut adapter la préparation de surface et les paramètres de mesure pour déterminer son orientation cristallographique par EBSD. En raison de ces difficultés expérimentales, une analyse systématique n'a pas été réalisée pour toutes les plumes rencontrées. La procédure suivante a été utilisée pour préparer un échantillon adapté à ce travail spécifique.

L'état de polissage de l'échantillon est la première condition pour pouvoir indexer correctement la phase β . L'échantillon 4MTM a été poli mécaniquement, très légèrement et de manière manuelle, au papier SiC de granulométrie 4 000 puis à la silice colloïdale pendant environ 50 min. On obtient ainsi un état « poli miroir » très plan et sans écrouissage en surface.

La deuxième étape consiste à adapter les paramètres MEB. Afin de diminuer le volume d'interaction du faisceau électronique, la phase β a été indexée à une tension d'accélération relativement faible de 15 kV, un courant de sonde plus faible et un grandissement de x20 000. De plus, l'orientation a été déterminée par des pointés manuels pour être certain de l'indexation du diagramme de diffraction. Un tel exemple d'indexation est montré en figure 5-22.

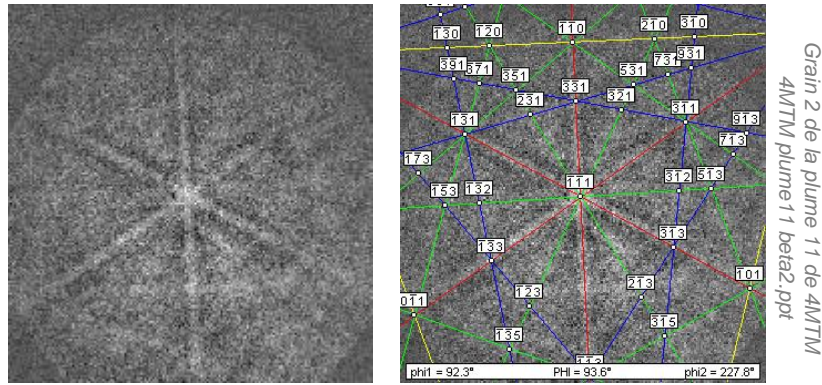


Figure 5-22 Diagramme de diffraction de Kikuchi de la phase β cubique centrée.

2.3 Configuration cristallographique de la plume n°11

La détermination de l'orientation cristallographique de la phase β étant relativement longue puisque manuelle, elle n'a été réalisée que pour la plume particulière suivante.

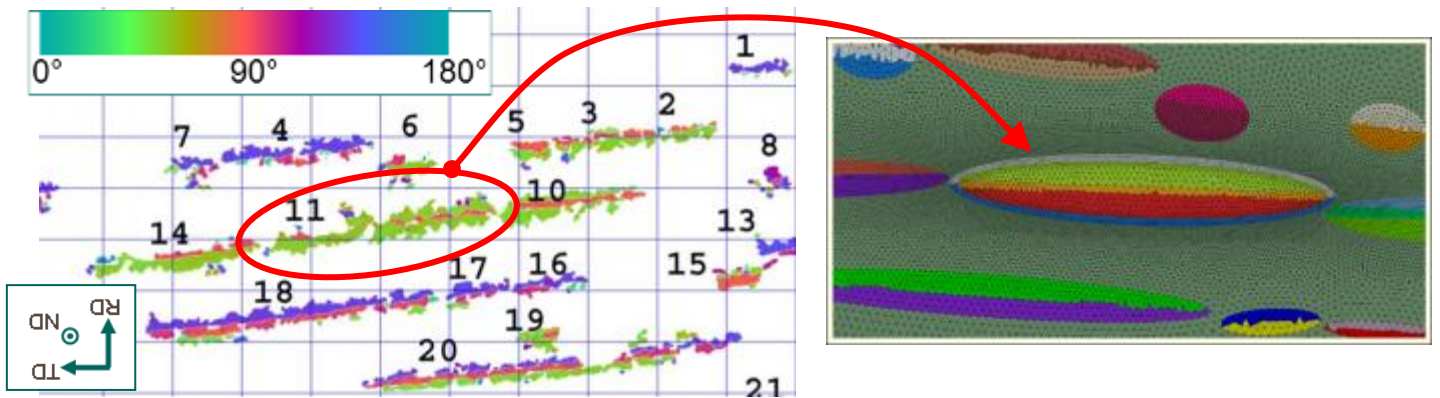


Figure 5-23 Extrait de la carte des plumes obtenues par traitement d'images Visilog (gauche) et extrait du maillage du modèle de K. Kuzmenkov (droite).

Il s'agit de la plume n°11 de l'échantillon 4MTM. Celle-ci correspond à la plume centrale du modèle numérique de K. Kuzmenkov (cf. figure 5-23). Elle est constituée de 3 « couches » morphologiques : environ 45° , 90° et 45° de haut en bas. Du point de vue cristallographique, l'orientation de la phase α est la même à moins de 5° près dans toutes les couches (cf. figure 5-24).

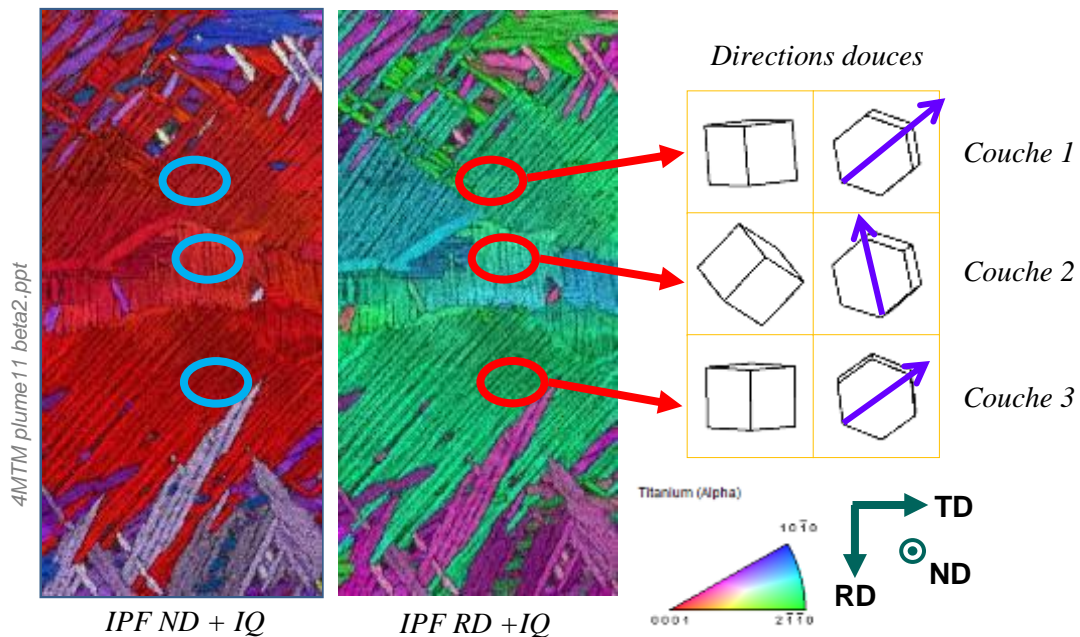


Figure 5-24 Orientations cristallographiques α et β dans la plume n°11 ; Directions douces.

La figure 5-24 montre d'une part un extrait de la cartographie EBSD de la plume n°11 et d'autre part les mailles cristallines des phases α et β dans les trois couches de la plume. L'orientation cristallographique de la phase β est la même dans les couches 1 et 3. L'orientation cristallographique β de la couche 2 est tournée d'environ 45° autour de ND. Cette configuration particulière des orientations cristallographiques β a permis de générer trois variants α ayant une orientation commune. Pourtant, les directions de glissement douces varient d'une couche à une autre. Dépendant de la direction de sollicitation, on pourrait ainsi se retrouver dans une situation correspondant au modèle de Stroh (cf. figure 5-25).

La différence de directions de glissement douces dans les couches pourrait dans ce cas conduire à une rupture au sein de la plume due à une incompatibilité de déformation entre les différentes couches.

Un autre scénario serait d'avoir toutes les directions de glissements douces alignées dans les différentes couches de la plume et ainsi une longueur de glissement plus importante pour les dislocations. Une plume se comporterait alors comme un seul grain α de grande taille dans lequel les interfaces β auraient une faible résistance à la transmission du glissement.

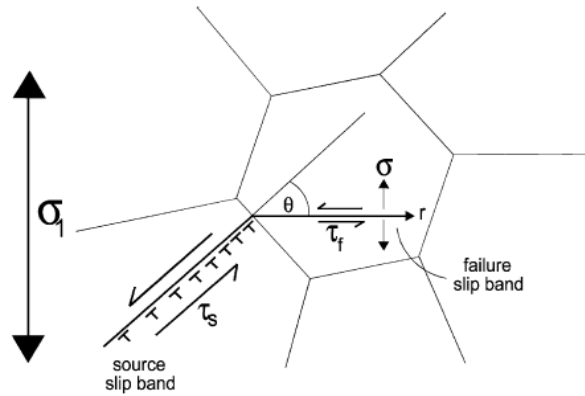


Figure 5-25 Rappel du modèle de Stroh [71]

3 Synthèse du chapitre

La microstructure de l'alliage de titane Ti6242 est à la fois texturée au niveau morphologique et au niveau cristallographique. Ce chapitre a permis d'étudier ces textures dans la zone la plus déformée d'un disque compresseur forgé. Deux composantes principales ont été identifiées grâce aux données EBSD : une composante prismatique $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ et une composante pyramidale $\{10\bar{1}2\}$. L'EBSO permet de corréler ces composantes aux axes macroscopiques du disque et en particulier à la direction de forgeage qui est perpendiculaire aux plans $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ et $\{10\bar{1}2\}$. Par ailleurs, les cartographies EBSD permettent de différencier les plumes de la matrice. Les plumes, qui ont une texture morphologique et cristallographique très marquée, participent pourtant peu à la texture cristallographique globale. Pour la cartographie étudiée, les plumes appartiennent toutes à la composante prismatique.

Ces données cristallographiques, représentatives de la zone étudiée, ont été réduites en quantité afin de servir de données d'entrée aux modélisations et simulations réalisées par K. Kuzmenkov.

Enfin, une analyse détaillée des orientations cristallographiques de la phase α et de la phase β dans une plume a permis d'identifier un désalignement des directions « douces » entre les différentes « couches » de la plume.

Chapitre 6

Mécanismes de déformation du matériau à l'échelle des lamelles, colonies et plumes

Le chapitre précédent s'est intéressé de près à la microstructure lamellaire de l'alliage Ti6242 et en particulier aux aspects cristallographiques. Les éléments microstructuraux tels que les colonies et les plumes ont une texture cristallographique extrêmement marquée. Leur comportement mécanique risque donc d'être différent de celui des zones enchevêtrées ayant une texture différente.

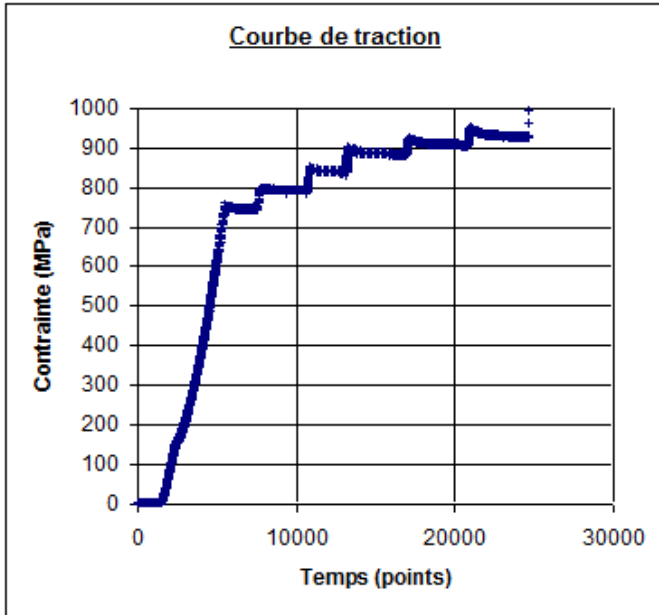
L'objectif de ce 6^{ème} chapitre est d'étudier à des échelles fines les mécanismes de déformation et le rôle d'éventuelles hétérogénéités microstructurales. Pour cela, des observations et des mesures sont réalisées à l'aide de moyens optiques tels que des loupes binoculaires, des caméras « haute résolution » et des microscopes optiques. Les analyses à une échelle encore plus fines sont alors réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage tout en tentant de lier les différentes échelles.

Les mécanismes de déformation observés sont tous activés à température ambiante et pour différents types de sollicitation mécaniques. Pour cela des essais spécifiques, associés à des observations et des mesures *in situ* et *ex situ*, ont été développés. En particulier, l'alliage Ti6242 lamellaire a pu être testé en condition de traction (points 1, 2 et 3), de fluage (point 4) et de dwell (point 5). Le présent chapitre permet ainsi d'établir les liens entre les champs de déformation à l'échelle de l'éprouvette, la microstructure et la déformation localisée à l'échelle des lamelles, des colonies et des plumes.

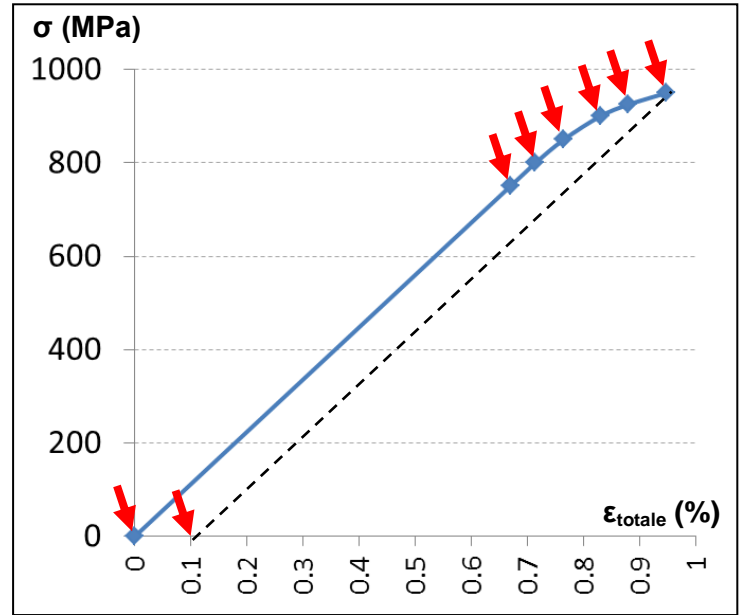
1 Essai de traction in situ sous WLI

1.1 Hétérogénéités de déplacement hors plan

Un premier essai de traction *in situ* est réalisé sous MOI (Microscope Optique Interférométrique), également appelé WLI (White Light Interferometer). Cet outil permet non seulement le suivi optique de la surface de l'éprouvette au cours d'un essai comme avec tout microscope optique mais il permet également et surtout d'évaluer précisément le relief induit par la déformation. L'échelle des plumes et des grandes colonies est notamment accessible sans difficulté. Cet essai constituait également un test de mise au point et de validation de la méthode choisie pour développer des essais *in situ* étape par étape.



(a)



(b)

Figure 6-1 Courbe de traction : (a) en fonction du temps ; (b) en fonction de la déformation totale.

La figure 6-1 (a) présente le suivi de la contrainte tout au long de l'essai de traction réalisé « étape par étape ». L'éprouvette 1D3 est chargée progressivement jusqu'à atteindre une certaine contrainte. Le moteur de la micromachine est alors arrêté (déplacement des mors bloqué) pour permettre l'observation du fût de l'éprouvette par MOI. Il est ensuite remis en marche pour atteindre un nouveau palier de contrainte et ainsi de suite pour chaque étape. Durant les phases de maintien pour observation, l'éprouvette continue à évoluer comme le montre la figure 6-1 (a) ci-dessus. Plus précisément, une légère chute de contrainte est relevée, résultant d'un processus de relaxation. L'amplitude de ce processus augmente avec le niveau de contrainte associé à chaque palier. Pour réaliser des mesures précises de déformation mais aussi du relief, il apparaît ici clairement qu'il faut attendre la stabilisation du comportement à chaque palier de l'essai. Ce temps d'attente reste relativement modéré par rapport à celui nécessaire aux déplacements pour amener chaque zone d'analyse au centre du système optique et à celui de focalisation et d'acquisition d'image.

Le suivi de la déformation est plus complexe. Cette première éprouvette testée n'avait pas été instrumentée. La déformation macroscopique globale est donc suivie par le déplacement des mors de la micromachine de traction (montage très souple conduisant à une erreur de la déformation de la partie utile de l'éprouvette) et par des marqueurs physiques positionnés en extrémités de la partie utile de l'éprouvette. Une courbe de traction reconstituée à partir des phases de chargement est présentée en figure 6-1 (b). Les losanges bleus mettent en évidence les niveaux de contrainte pour lesquels un arrêt a été effectué.

Cet essai a permis de suivre l'évolution du relief, c'est-à-dire du déplacement selon Z, en fonction de la contrainte. Les résultats sont illustrés sur la figure 6-2. Pour permettre la comparaison aisée des

différentes étapes, l'échelle suivant Z est la même pour toutes les images. Avant essai (étape « 0 MPa ») la surface du fût présente une amplitude en hauteur inférieure à 1 μm représentative du polissage initial effectué. Après essai, la différence de hauteur entre les points les plus « hauts » et les points les plus « bas » est d'environ 3 μm . La grandeur mesurée par cet essai est le relief, i.e. les variations de hauteur par rapport à la surface moyenne de l'éprouvette. Cet essai ne renseigne pas sur l'évolution de l'épaisseur de la partie utile. Par ailleurs, il est difficile de soustraire le relief initial étant donné que la partie utile se déforme également de façon hétérogène dans le plan.

L'analyse des images reportées sur la figure 6-2 conduit aux remarques suivantes :

Jusqu'à 900 MPa le relief évolue très peu. La partie utile de l'éprouvette se déforme de manière homogène. Ce n'est qu'en s'approchant de la transition élasto-plastique macroscopique que des zones commencent à produire du relief (positif ou négatif) par rapport à la surface moyenne. Des flèches rouges et bleues reportées sur la figure matérialisent les zones de plus fort relief. Entre 900 et 950 MPa, ce relief prend progressivement de l'ampleur aux mêmes endroits. A contrainte maximale (950 MPa), les zones les plus « hautes » sont à +1,5 μm de la surface moyenne et les zones les plus « basses » à -1,5 μm . Après décharge de l'éprouvette (retour à 0 MPa), une grande partie de la déformation persiste. Cette déformation constitue la partie plastique de la déformation atteinte à 950 MPa.

Ce premier essai de traction a donc permis de mettre en évidence des zones dont le comportement est différent, en particulier dans le domaine plastique. Il s'agit maintenant de chercher l'origine de ces différences.

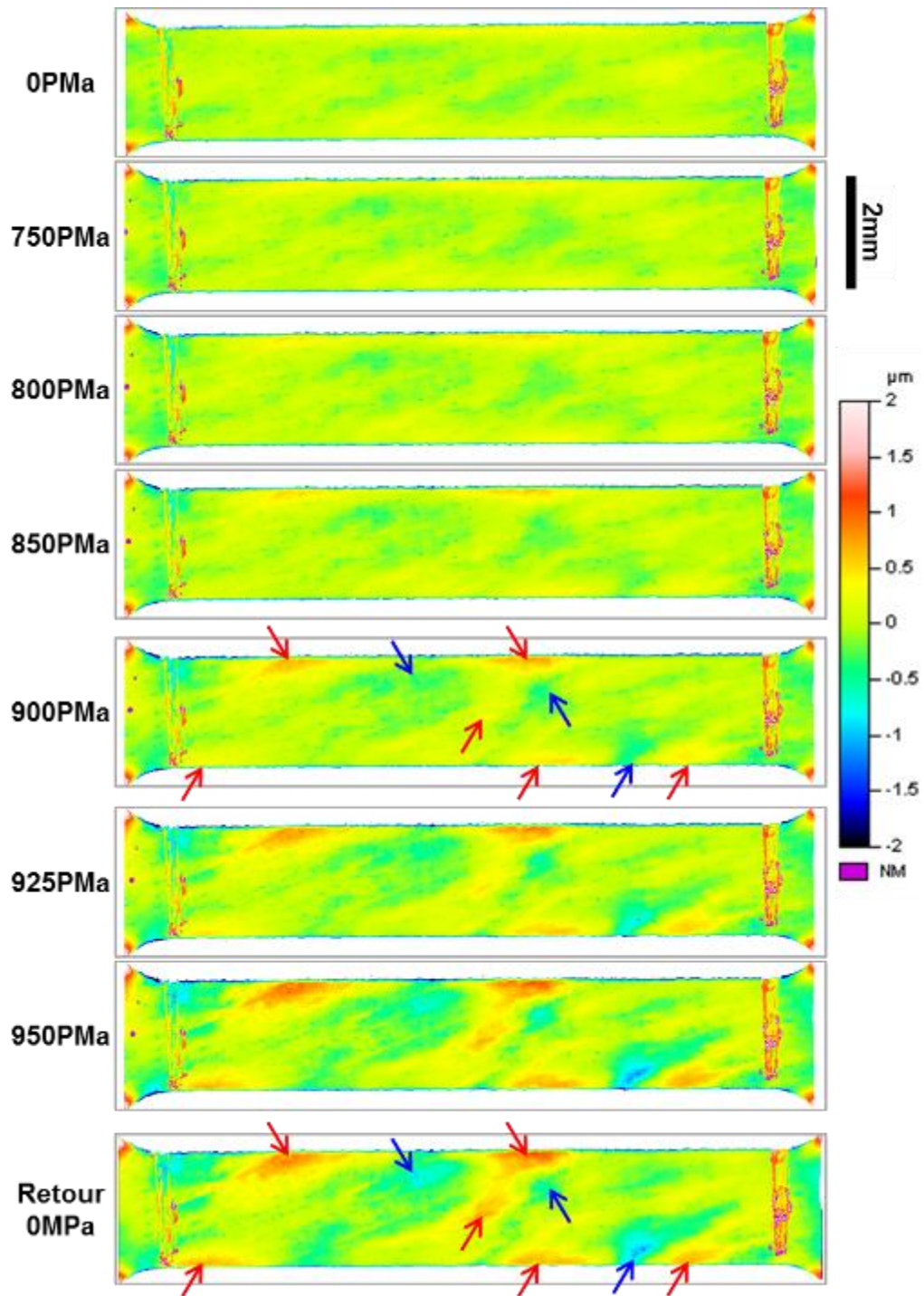


Figure 6-2 Evolution du relief en fonction de la contrainte, éprouvette 1D3

1.2 Influence de la microstructure

L'étude de la microstructure et des modes de déformation à l'échelle microscopique permet de différencier les différentes zones repérées en MOI.

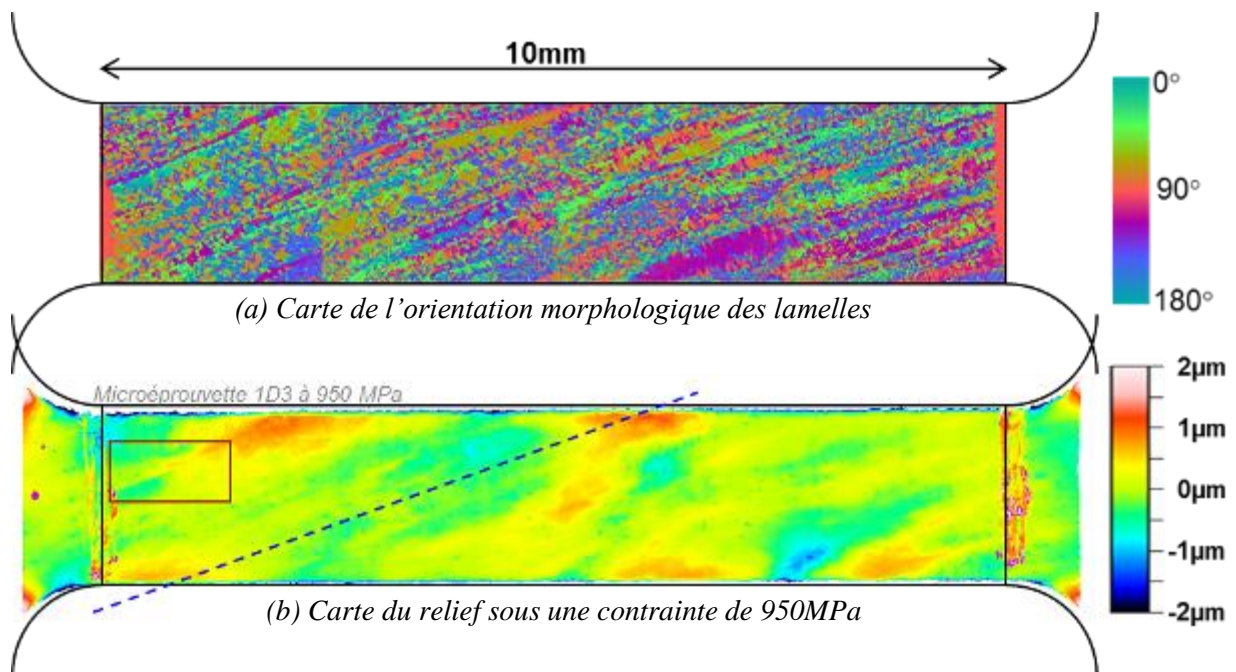


Figure 6-3 Comparaison morphologie – Déformation suivant Z

La figure 6-3 ci-dessus montre côte à côte la carte de l'orientation morphologique des lamelles (a), obtenue par l'algorithme de traitement d'images développé durant la thèse, et la carte du relief (b), obtenue par MOI sous la contrainte maximale de 950 MPa à un grossissement de x5.

Une corrélation directe entre l'orientation morphologique des lamelles et le relief n'est pas possible. Cependant, la déformation est indéniablement liée à la microstructure. En effet, les zones s'étant plus ou moins déformées ont la même orientation géométrique que le fibrage. Constitué des colonies et des plumes, le fibrage a une inclinaison d'environ 20° par rapport à l'horizontale comme cela est mis en évidence par le trait bleu en pointillés.

Une plume en particulier a été repérée en MEB. Celle-ci se trouve dans la « Zone 1 » correspondant au rectangle marron tracé sur la figure 6-3 (b). Une mesure plus précise du relief dans cette zone a été réalisée. Les cartes obtenues mesurent 1,35 mm x 0,69 mm et sont présentées ci-après.

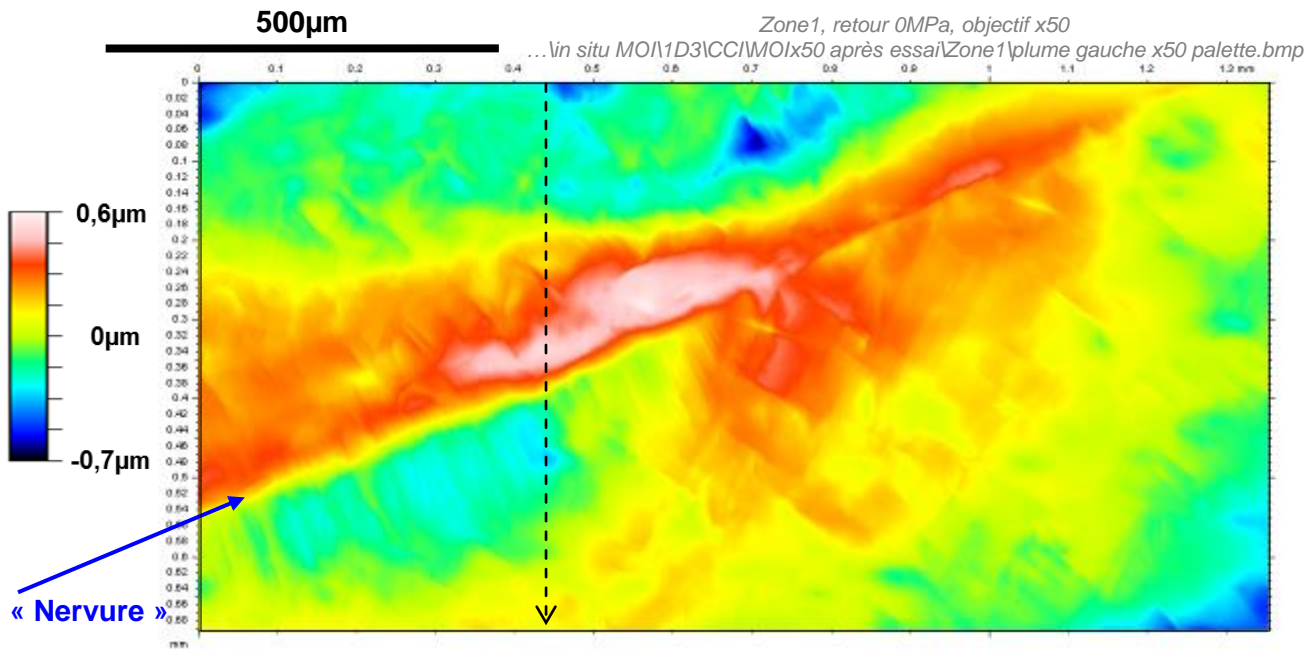


Figure 6-4 Carte du relief de la Zone 1 autour d'une plume (x50)

La figure 6-4 montre une carte du relief analogue à celles déjà montrées précédemment. Dans ce cas, les résolutions spatiales dans le plan (X,Y) et verticale suivant Z sont améliorées par rapport à la figure 6-3 (b) par l'utilisation d'un objectif de grossissement x50. De plus, les couleurs sur cette carte ne sont pas les mêmes que précédemment puisque le relief de cette zone est exprimé par rapport à la surface moyenne de cette Zone 1. Cette amplification de l'échelle des couleurs permet de repérer une « nervure ». Cette ligne très nette, indiquée par deux flèches, sépare deux régions de comportement différent : la région en rouge, « au-dessus » de la ligne, émerge par rapport à la surface moyenne alors que la région en bleu, « en dessous » de la ligne, se trouve « sous » le plan moyen de l'éprouvette.

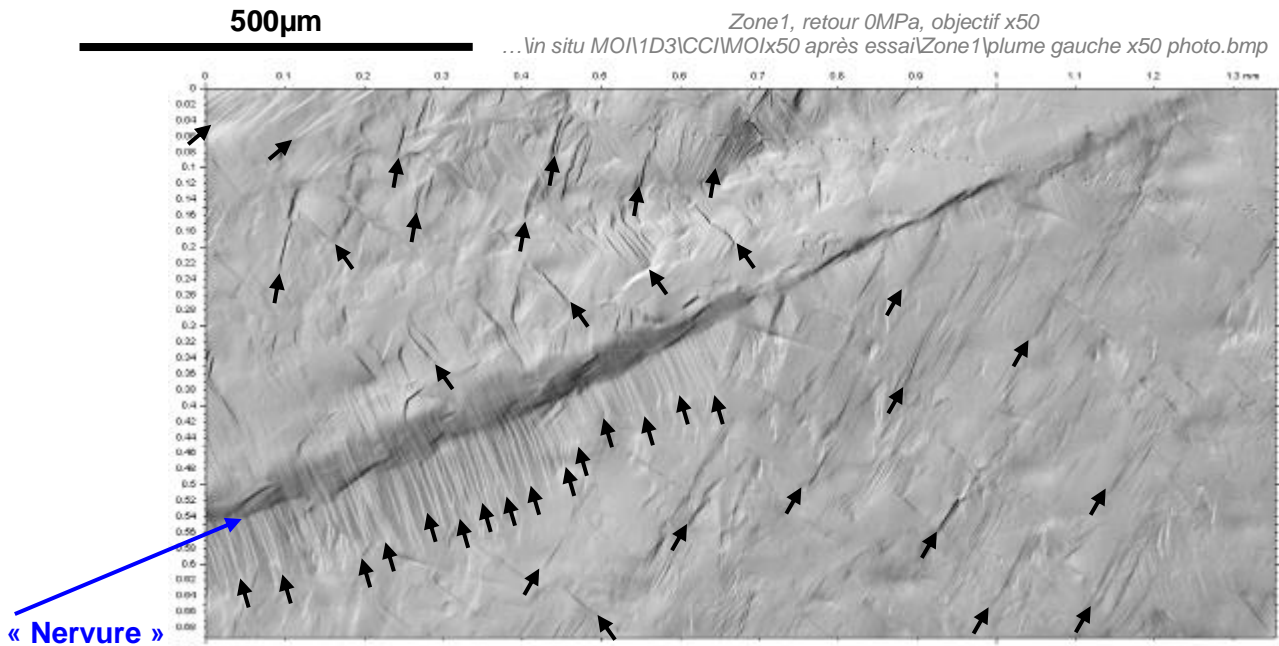


Figure 6-5 Image photoréaliste du relief de la Zone 1 à x50

La figure 6-5 présente un autre mode d’affichage de la mesure du relief dans la Zone 1. Il s’agit d’une simulation photo du relief sous un éclairage latéral. Ce mode permet en particulier de discerner des variations très intenses et locales du relief. La nervure entre les zones de comportement différent est ainsi très bien visible. Par ailleurs de nombreuses lignes fines apparaissent sur cette image. Des observations MEB ont démontré qu’il s’agit de bandes de glissement. Cet exemple démontre la performance de la MOI. Les bandes de glissement sont réparties sur toute la surface de la Zone 1 et sont développées suivant différents systèmes de glissement. Les flèches ajoutées sur l’image indiquent différents exemples de traces de glissement. On peut toutefois noter une concentration particulièrement importante de bandes de glissement localisées au niveau de la « nervure » et quasi-perpendiculaires à cette dernière.

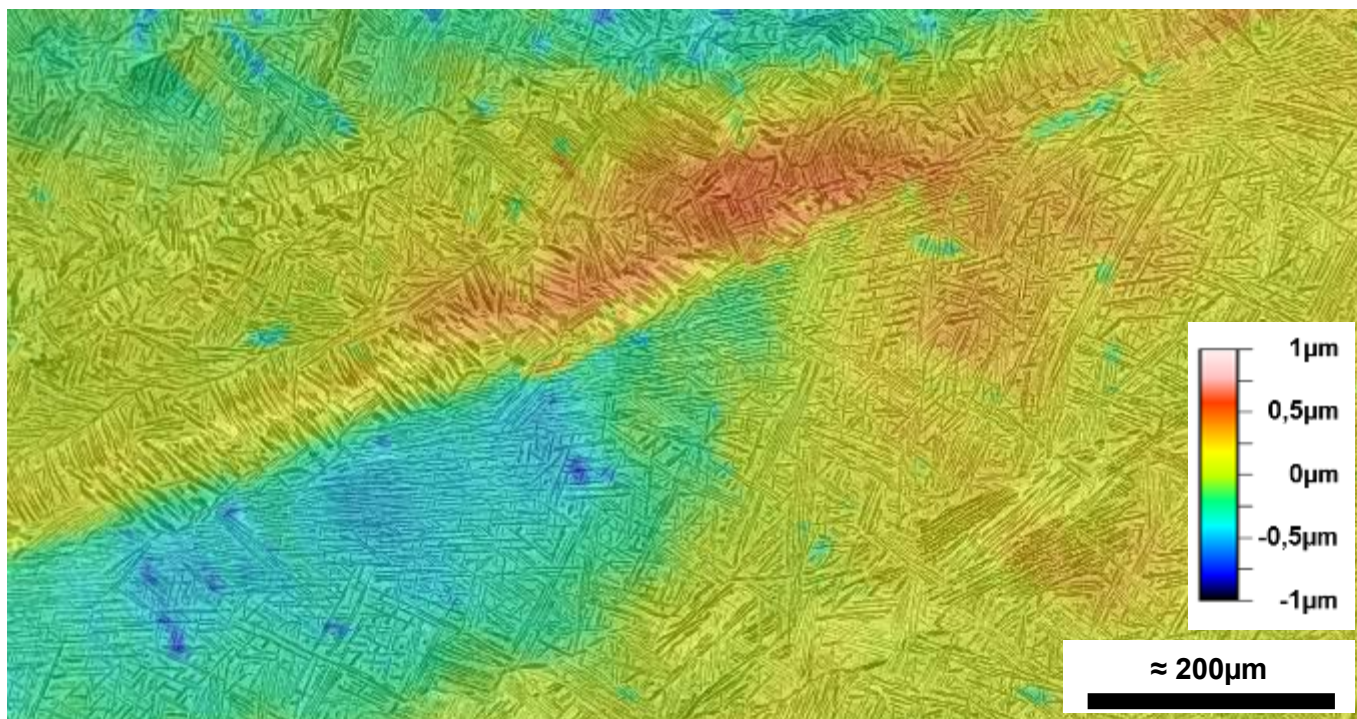


Figure 6-6 Carte du relief codée en couleur autour de la Zone 1 à x5 superposée à une image MEB

Afin d'établir le lien entre le relief induit par la déformation et la microstructure, la figure 6-6 montre la superposition des deux informations. Pour des raisons de compatibilité en taille des images, la carte du relief est celle obtenue à un grossissement de x5. Sa résolution latérale et en hauteur est moins grande que celle proposée auparavant sur la figure 6-4. Il apparaît clairement que la différence de relief apparaissant notamment le long de la « nervure » est liée à la microstructure : la région au-dessus de cette ligne est une longue colonie constituée de lamelles à 110° alors que la région en dessous est une colonie plus large, moins longue et constituée de lamelles à 0° . En dehors des grandes colonies, les variations de relief sont faibles autour d'une valeur proche de celle de départ. Les zones enchevêtrées se déforment ainsi clairement plastiquement de manière plus homogène que les colonies et les plumes.

1.3 Etude de la déformation à l'échelle des bandes de glissement

Cette microéprouvette prélevée dans la partie toile du disque présente des zones de type plume et des zones enchevêtrées. Une étude comparative de l'état de déformation de ces différentes microstructures a été réalisée.

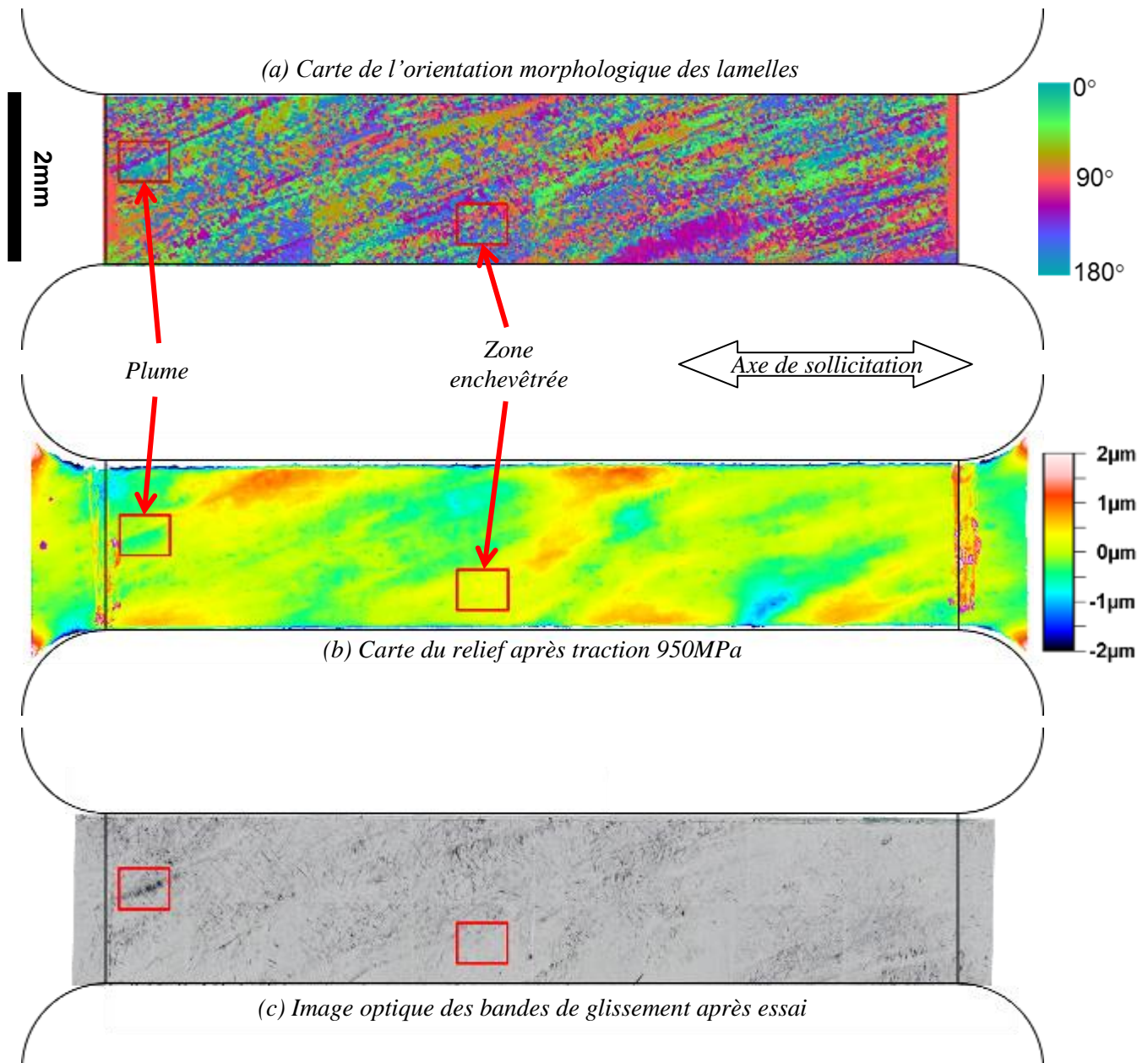


Figure 6-7 Comparaison morphologie – déformation

La figure 6-7 permet de situer les deux zones étudiées en détail dans ce paragraphe : une zone de type plume correspondant à la « Zone 1 » déjà présentée précédemment et une zone dans laquelle les lamelles sont enchevêtrées. Ceci est bien visible sur la carte d'orientation morphologique (figure 6-7 (a)). Les parties (b) et (c) de la figure 6-7 permettent ensuite de montrer que les deux zones étudiées

ont des comportements différents. La figure 6-7 (b) montre que la plume conduit à une grande déformation hors plan alors que dans la zone enchevêtrée le relief reste limité et homogène. La figure 6-7 (c) permet de faire le lien entre la déformation à l'échelle de l'éprouvette et celle à l'échelle des colonies et des lamelles. Elle montre un assemblage d'images acquises au microscope optique en champ sombre et traitées numériquement avec Visilog. Cette approche permet de mettre en évidence les bandes de glissement. Ces bandes, qui sont les marqueurs physiques de la déformation plastique au niveau microscopique, ne sont pas distribuées de façon homogène. En général, les zones qui présentent peu de relief (jaune-vert sur la carte du relief) présentent également peu de bandes de glissement. Au contraire, les zones s'étant déplacées par rapport au plan moyen (zones rouges et bleus du relief) présentent un grand nombre de bandes de glissement. La correspondance n'est pas parfaite puisque les bandes de glissement ne traduisent que la déformation des lamelles se trouvant à la surface de l'éprouvette alors que le relief correspond à la résultante d'une déformation plus volumique intégrant les déformations dans l'épaisseur de l'éprouvette. Néanmoins une grande différence est constatée pour ces deux types de zones.

Remarque : la figure 6-7 (a) montre l'orientation morphologique de toutes les lamelles et ne se limite pas aux plumes. Dans cet exemple, il n'était pas possible de calculer une « carte des plumes ». En effet les images MEB utilisées pour le traitement d'images manquaient de dynamique pour appliquer le traitement jusqu'au bout. Elles ont été prises à faible grandissement (x40) ce qui permet de cartographier la partie utile en seulement 4 images (à très faible vitesse de balayage) en un minimum de temps (54 min), étant donné que lors de l'étude de cette éprouvette, l'acquisition de grandes cartographies MEB n'était pas encore automatisée. L'inconvénient de cette méthode est que les images sont distordues et floues sur les bords. Les orientations morphologiques dans ces zones sont soit fausses, soit ne correspondent pas d'une image à une autre. On repère aisément les effets de ces distorsions sur la figure 6-7 (a) à la frontière de chacune des 4 images. Il n'est donc pas possible de reconstruire les plumes sur toute la partie utile. Il est par contre facile de repérer manuellement des zones intéressantes sur la carte de l'orientation morphologique et de vérifier la morphologie directement et manuellement sur les images MEB.

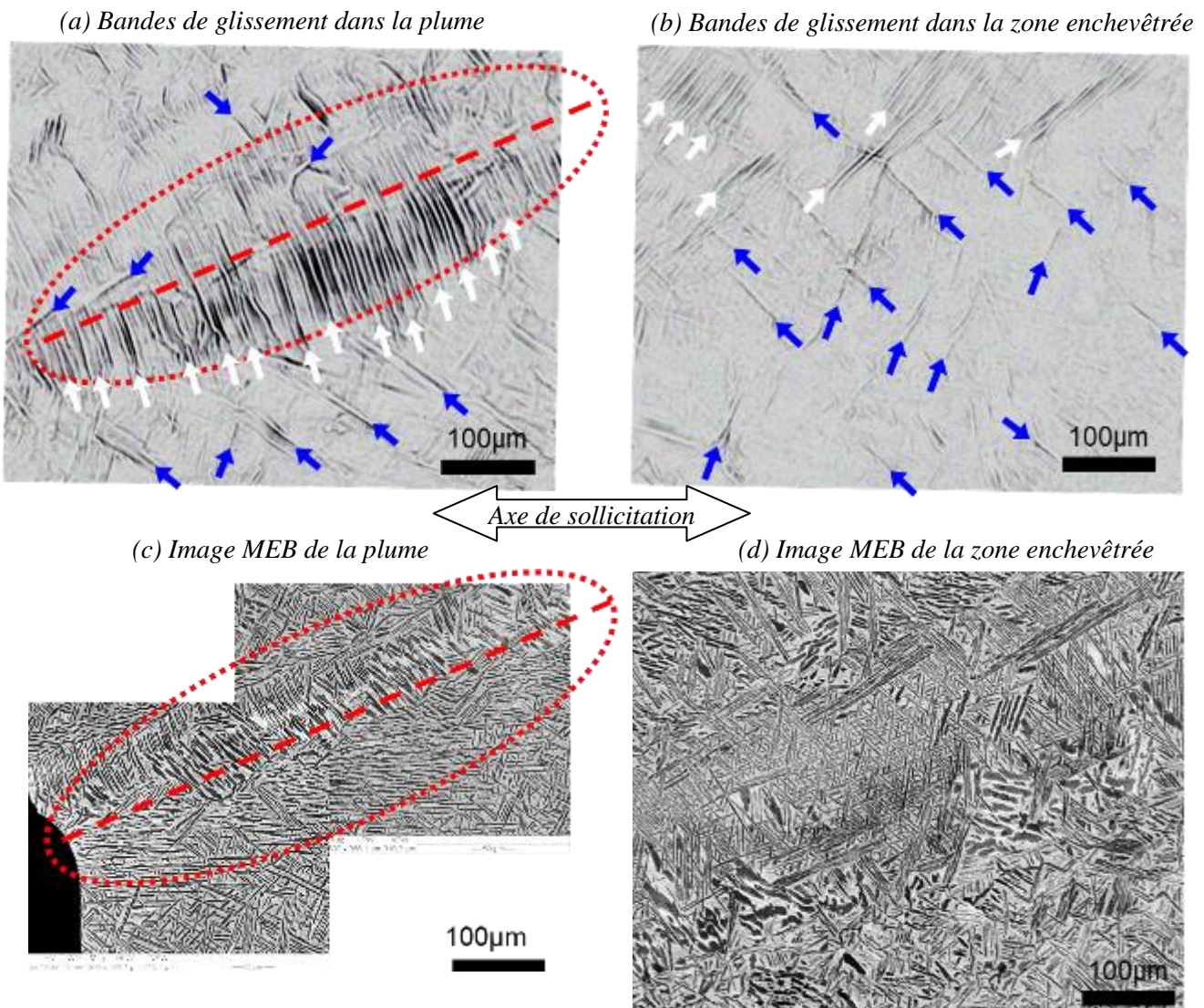


Figure 6-8 Bandes de glissement dans les plumes et les zones enchevêtrées

La figure 6-8 montre à même échelle une grande différence du nombre de bandes de glissement entre une plume (image (a)) et une zone enchevêtrée (image (b)). Les parties (c) et (d) de la figure 6-8 permettent de mettre en regard ce réseau de bandes de glissement avec la microstructure lamellaire des deux zones. La zone enchevêtrée, qui est typique de ce qui est observé, apparaît clairement moins déformée sur la carte du relief (figure 6-7 (b)). Au contraire le relief est important au niveau de la « nervure » de la plume (figure 6-4 et figure 6-9).

Par ailleurs, l'organisation spatiale des bandes de glissement est différente. Dans la zone enchevêtrée, elles sont plus courtes (inférieure à 100 μm), soit dans certains cas regroupées à des échelles représentatives des colonies individuelles (flèches blanches sur la figure 6-8 (b)), soit plus souvent isolées (flèches bleues).

La plume est au contraire traversée par tout un réseau de longues bandes (150 - 200 μm) parallèles, très proches les unes des autres, et orientées à environ -70° par rapport à l'axe de traction. L'ellipse

rouge permet de repérer les différents éléments d'une image à l'autre. Ces images permettent notamment de voir que les bandes de glissement traversent la plume dans toute sa largeur. Elles se propagent donc de colonie en colonie à travers la ligne rouge pointillée correspondant à la « nervure » de la plume. Cette nervure est particulièrement bien visible sur la carte du relief en vue 3D (figure 6-9). L'évolution du relief à travers la plume est tracée en figure 6-10. Ce profil de hauteur, relevé le long de la flèche en pointillés noirs sur la figure 6-9, fait apparaître un très fort gradient de déplacement hors plan le long de cette nervure.

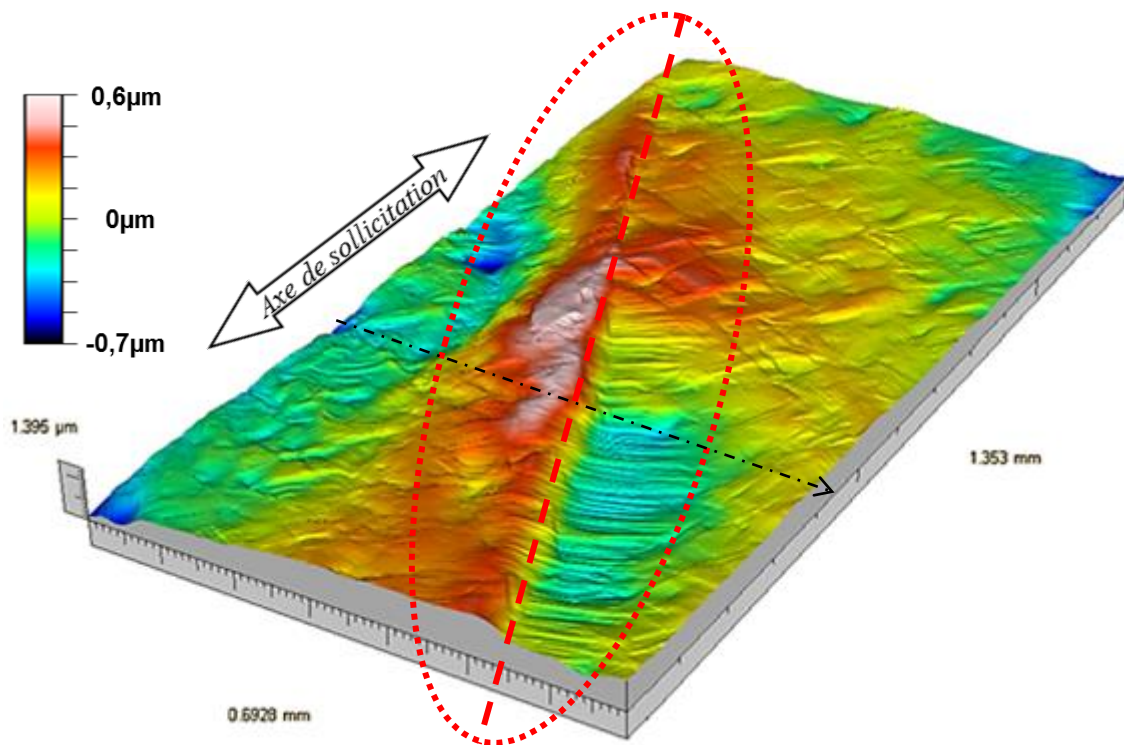


Figure 6-9 Vue 3D du relief de la plume

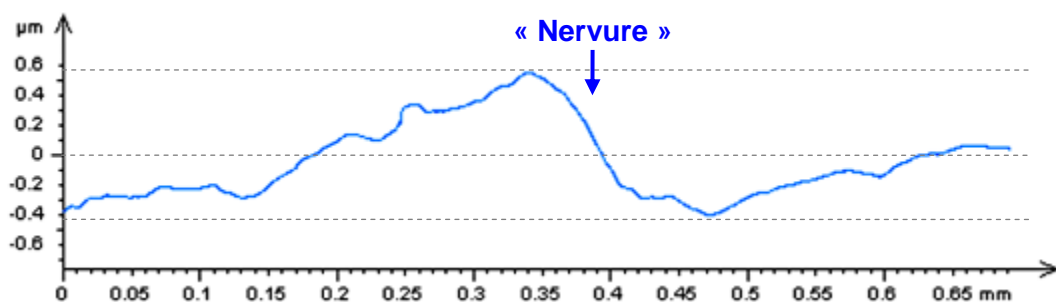


Figure 6-10 Profil de hauteur à travers la plume

Remarque : Bien qu'il ne s'agisse pas d'un essai dwell, cet essai « étape par étape » sollicite l'éprouvette en traction avec des temps de relaxation. Les effets de cette relaxation devraient s'apparenter du point de vue des mécanismes élémentaires de plasticité à ceux qui seraient associés à

des périodes de fluage. La composante manquante par rapport à une sollicitation dwell est uniquement l'aspect répétitif du chargement. Les mécanismes de déformation activés sont probablement directement comparables à ceux actifs pendant le premier cycle dwell.

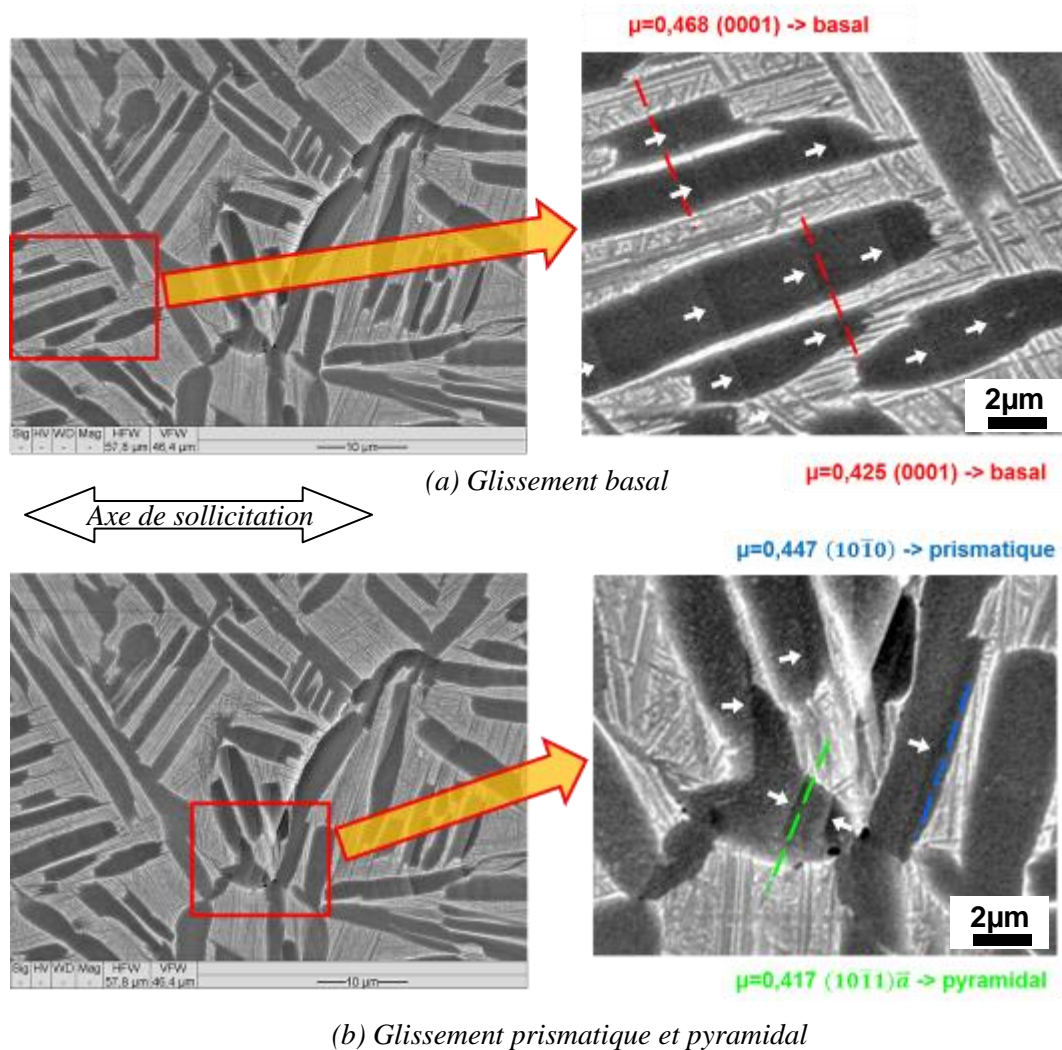


Figure 6-11 Transmission des bandes de glissement dans la microstructure enchevêtrée

Des observations MEB permettent de confirmer et compléter les commentaires précédents. Les figures 6-11 et 6-12 montrent la transmission typique des bandes de glissement pour les deux types de microstructure.

La figure 6-8 (b) présentait une première catégorie de bandes de glissement observables en microscopie optique. Ces bandes longues se forment dans les zones enchevêtrées le long ou au sein des lamelles α . La figure 6-11 permet de déceler au MEB des bandes plus courtes au sein des lamelles. Tous les systèmes de glissement produisent des bandes d'allure semblable. Dans l'exemple (a), des bandes de glissement basales sont orientées à -68° de l'axe de sollicitation et à environ 90° de l'axe long de la lamelle α . L'exemple (b) montre des bandes de glissement formées sur des plans prismatiques et pyramidaux. La bande prismatique est orientée à 71° de l'axe de sollicitation et

presque parallèle à l'axe long de la lamelle. Les bandes observées au MEB sont nombreuses mais peu intenses et surtout confinées dans les lamelles α . Au sein d'une microstructure enchevêtrée, il est ainsi très rare de voir une transmission de la bande de glissement à la phase β et ainsi une propagation de la déformation plastique de lamelle en lamelle.

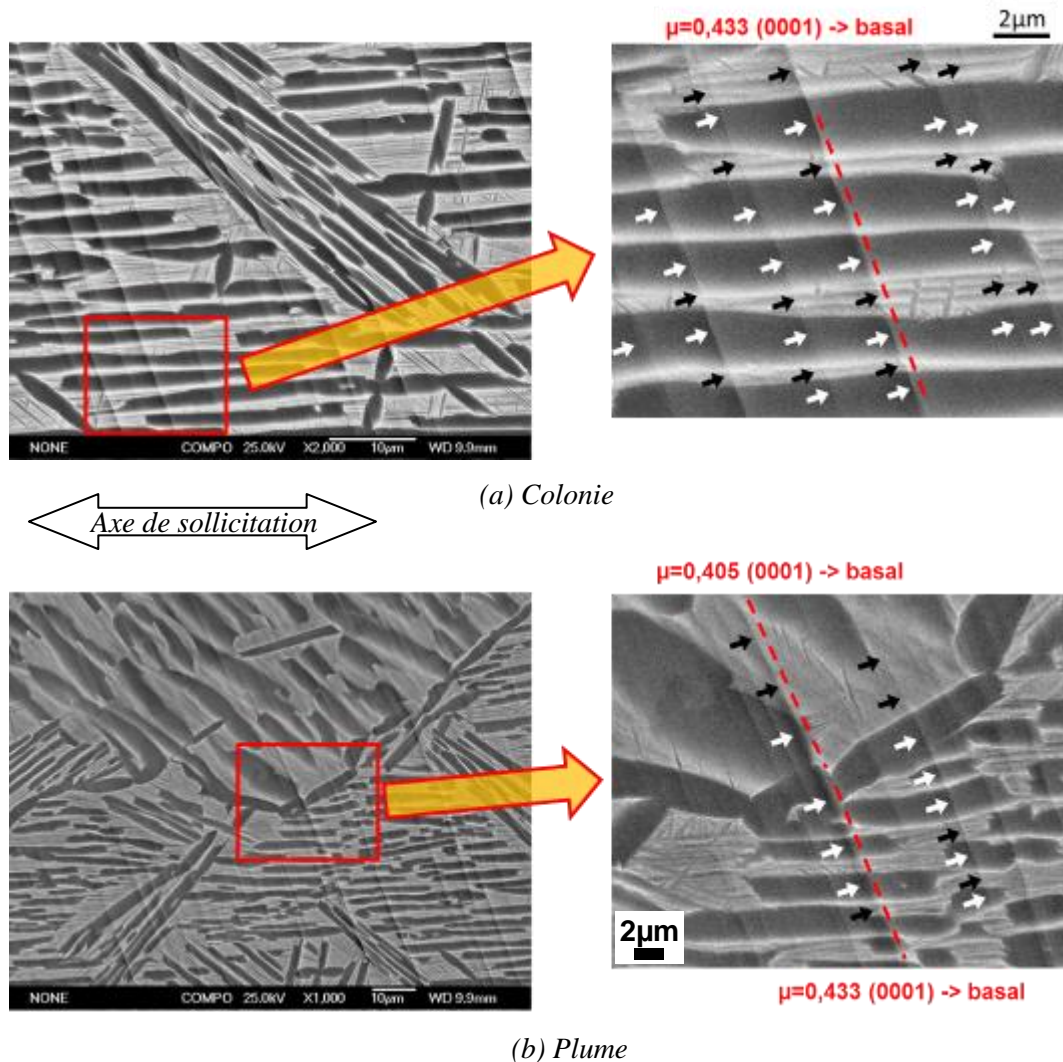


Figure 6-12 Transmission des bandes de glissement dans la microstructure « ordonnée »

Il en est autrement lorsque la microstructure est « organisée » en colonie ou en plume comme sur la figure 6-12. Dans ce cas, les observations MEB permettent une caractérisation plus fine des bandes par rapport à la microscopie optique (cf. exemple de la figure 6-8 (a)). Ces bandes de glissement très longues, nombreuses et intenses, traversent les lamelles α , se transmettent à la phase β et se propagent ainsi à travers toutes les lamelles constituant la colonie (figure 6-12 (a)). Par ailleurs, ces bandes de glissement arrivent à se propager d'une colonie à l'autre de la plume, en subissant une déviation de 3° dans l'exemple de la figure 6-12 (b). Les deux colonies constituant la plume ont des plans basaux presque parallèles et des directions $\langle a \rangle$ proches. Cette configuration cristallographique particulière rend possible la continuité de la déformation plastique au travers de la plume.

Dans les deux types de microstructures, la phase β ne semble pas constituer un obstacle identique. Malgré des épaisseurs équivalentes, entre 0,1 et 3 μm pour les deux microstructures, les bandes de glissement ne traversent pas ou difficilement les interfaces fines dans une microstructure enchevêtrée alors qu'elles se transmettent au travers d'interfaces parfois bien plus épaisses dans le cas d'une colonie.

Conclusion partielle :

Une analyse locale à l'échelle des colonies et des lamelles dévoile de fortes hétérogénéités de déformation entre la matrice lamellaire enchevêtrée et les structures morphologiques de type plume. Cette différence s'explique en partie par la grande taille des plumes et par des configurations cristallographiques autorisant une continuité de la déformation plastique sur des distances importantes.

2 Essai de traction in situ avec mouchetis

Un deuxième essai *in situ* a été réalisé en vue de déterminer le champ de déformation de manière plus complète. Plus précisément il s'agissait de coupler la mesure du relief précédemment décrite à une évaluation des champs de déformation dans le plan de la surface par une approche de type corrélation d'images.

2.1 Mesure du champ de déplacement hors-plan

Techniquement, il n'était pas possible avec les équipements et montages disponibles de réaliser simultanément les mesures dans le plan de la surface de l'éprouvette et hors-plan. La mesure du relief dans ce travail passe par l'usage du MOI. Or, réaliser un essai *in situ* sous MOI nécessiterait de positionner une micromachine sous l'optique de ce microscope, ce qui a déjà été réalisé. Cependant cela empêcherait tout autre accès direct à la surface pour réaliser, dans le même temps, des images conventionnelles utilisables pour analyser les champs mécaniques dans le plan de la surface par une approche de type corrélation (DIC). Le suivi d'un mouchetis qui serait à la base d'une approche DIC, s'appuie quant à lui sur l'utilisation d'une caméra haute définition installée autour du moyen d'essai de traction, qu'il s'agisse d'une micromachine ou d'un bâti plus conventionnel. La stratégie adoptée a dans ces conditions consistée à réaliser un suivi *in situ* de déformation dans le plan par DIC et à ajouter par MOI une information sur le relief après décharge mécanique et transfert de l'éprouvette. Ce relief correspond alors à la partie hors plan de la déformation plastique résiduelle.

(a) Avant essai

(b) Après traction 920MPa

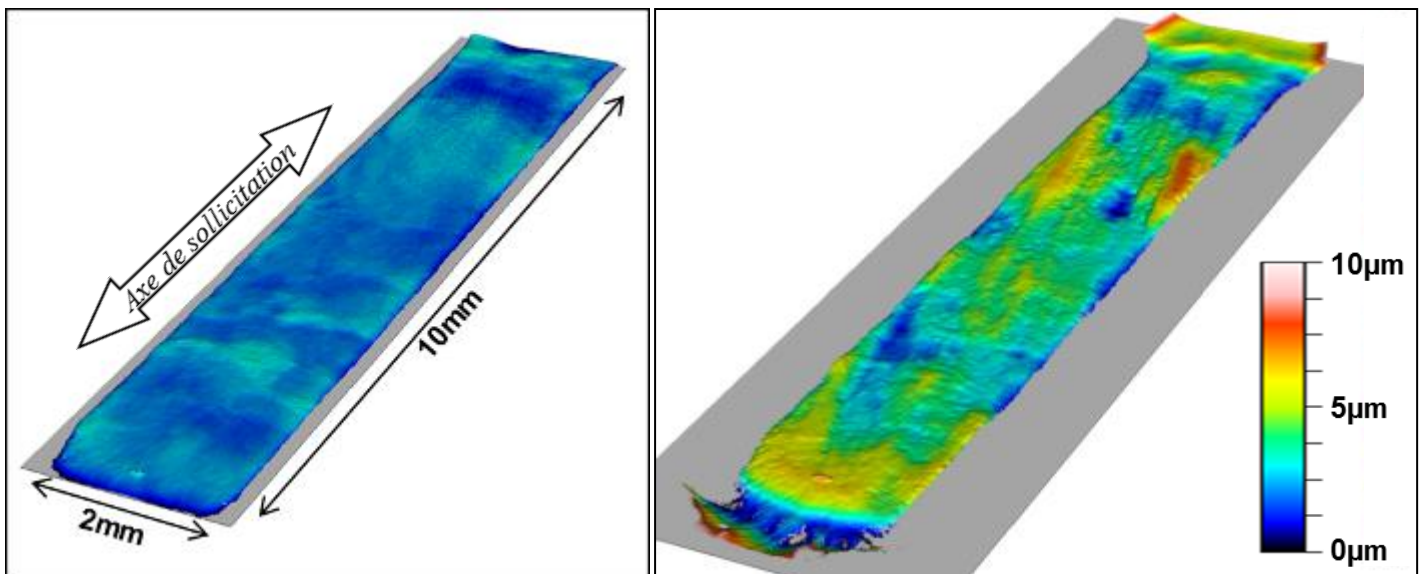


Figure 6-13 Comparaison du relief avant et après essai

La figure 6-13 présente les mesures de relief réalisées avant et après essai. Avant l'essai (figure 6-13 (a)), la hauteur des irrégularités liées au polissage est inférieure à $2\ \mu\text{m}$. La déformation hétérogène du matériau durant l'essai se traduit par un relief marqué dont l'amplitude est d'environ $8\ \mu\text{m}$ (figure 6-13 (b)). Sur cette figure, les hauteurs sont indiquées par rapport au point le plus bas de la surface. L'analyse de ces mesures de déplacement hors plan montre plusieurs zones particulièrement au-dessus ou en retrait de la surface moyenne. Ces zones sont allongées et de l'ordre d'un millimètre en longueur. Une analyse détaillée de cette déformation est faite ci-après en comparant les deux champs mesurés et la microstructure.

2.2 Analyse de la microstructure de l'éprouvette

La morphologie de la microstructure a été analysée par deux moyens :

- Une série de 5 images prises à faible grandissement sous éclairage latéral à l'aide d'une loupe binoculaire (temps d'acquisition d'environ 10 min). Le contraste entre les colonies et les lamelles enchevêtrées est augmenté par un traitement numérique des images avec le logiciel Visilog.
- Une cartographie MEB de 138 images traitées par la procédure « Visilog » mise au point précédemment pour repérer précisément les plumes (temps d'acquisition MEB d'environ 6 h).

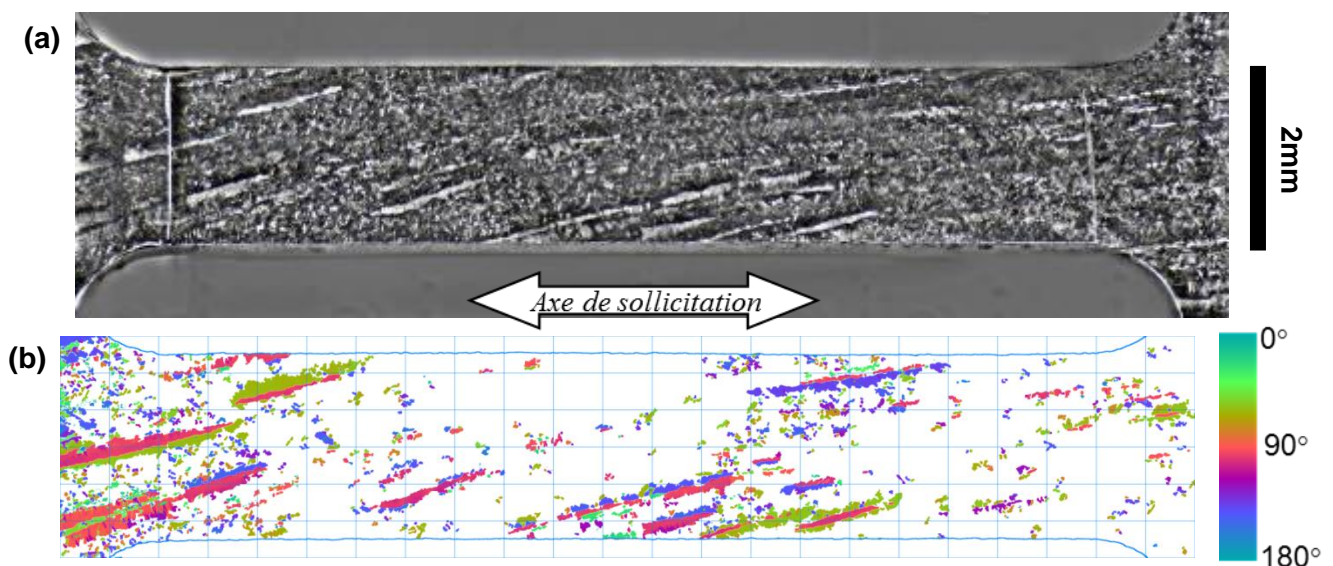


Figure 6-14 Morphologie de la microstructure de la microéprouvette : (a) par loupe binoculaire ; (b) par MEB

La méthode optique (figure 6-14 (a)) permet de faire ressortir en plus clair les colonies de lamelles de même orientation morphologique. Certaines grandes colonies restent peu visibles. L'utilisation d'images MEB et de l'algorithme de traitement d'images (figure 6-14 (b)) permet par contre de détecter toutes les grandes colonies et ainsi d'identifier les plumes. Cela permet également de

différentier les colonies et les plumes en fonction de l'orientation morphologique des lamelles les constituant. Il apparaît ainsi que les colonies visibles en optique sont les colonies plutôt « rouges », i.e. étant constituées de lamelles à environ 100° de l'axe de sollicitation de la microéprouvette. De plus, les plumes les plus grandes ici sont soit de type « vert et rouge », i.e. 55° et 100° ; soit « violet et rouge », i.e. 145° et 100° comme illustré sur la figure 6-15.

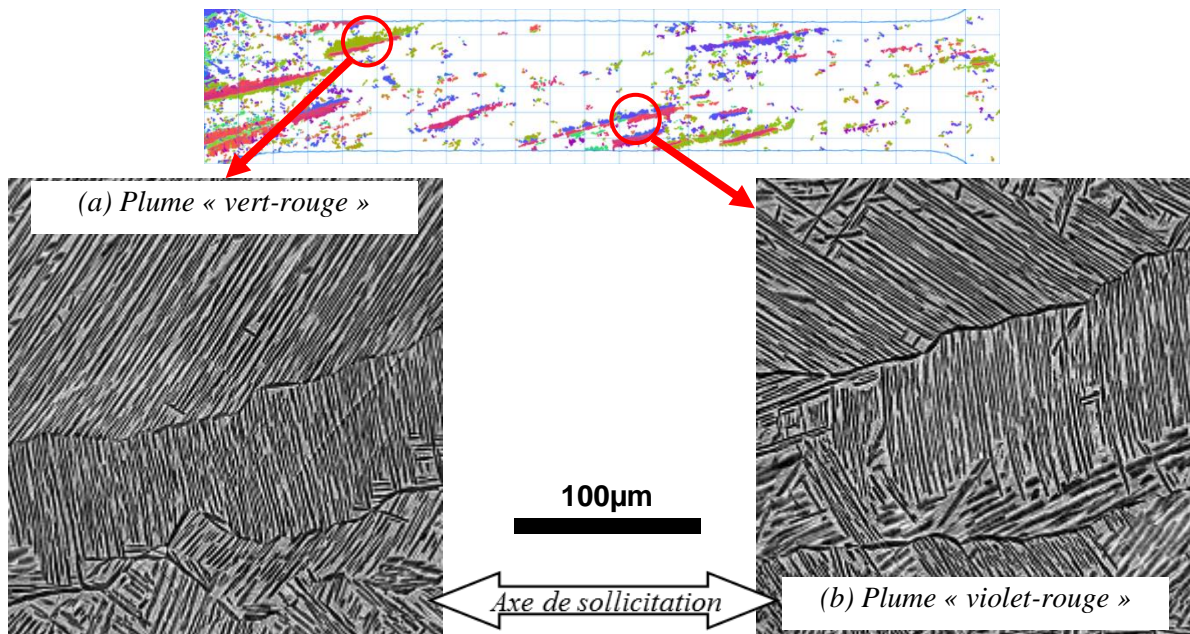


Figure 6-15 Type de plume détecté

Les deux méthodes optique et MEB ne mettent pas en évidence les mêmes éléments microstructuraux. Néanmoins, elles révèlent toutes les deux des plumes millimétriques en longueur et de quelques $100\ \mu\text{m}$ en largeur. Ces plumes ne sont pas réparties de façon homogène à l'échelle de la partie utile de l'éprouvette.

2.3 Mesure du champ de déplacement dans le plan

2.3.1 Essai de traction « étape par étape »

La mesure du champ de déplacement dans le plan est réalisée *in situ* durant un essai de traction « étape par étape ». La microéprouvette est instrumentée d'une jauge de déformation et testée sur une « macromachine » électromécanique Instron 8562. Contrairement à la micromachine, l'Instron 8562 permet un asservissement en contrainte. Ainsi la sollicitation durant les phases de prise de mesure est uniquement de type fluage. Au total quatorze images haute-définition du mouchetis ont été acquises : une avant essai, douze sous charge et une après décharge de l'éprouvette. Pour permettre la mise au point de la caméra ainsi que l'acquisition de l'image, la contrainte est maintenue constante pendant 60 s à la fin de chaque incrément de contrainte. Les niveaux de contrainte correspondant à chaque étape sont répertoriés dans le tableau 6-1 comme également la vitesse de montée en contrainte entre les étapes. On peut noter que cette vitesse est très différente d'un essai dwell (entre 600 et 900 MPa/s) mais proche d'un essai réalisé *in situ* sur micromachine (entre 0,5 et 1,5 MPa/s). L'essai est conduit jusqu'à une contrainte légèrement supérieure à la limite d'élasticité conventionnelle établie à 0,2 % de déformation plastique macroscopique. La déformation totale atteinte est de l'ordre de grandeur de la déformation obtenue lors des premiers cycles dwell.

Contrainte (MPa)	Vitesse (MPa/s)
10	
600	5,2
700	2,6
750	2,6
800	2,6
820	2,6
840	2,6
860	2,6
880	2,6
900	2,6
920	2,6
940	2,6
960	2,6

Tableau 6-1 Etapes de l'essai

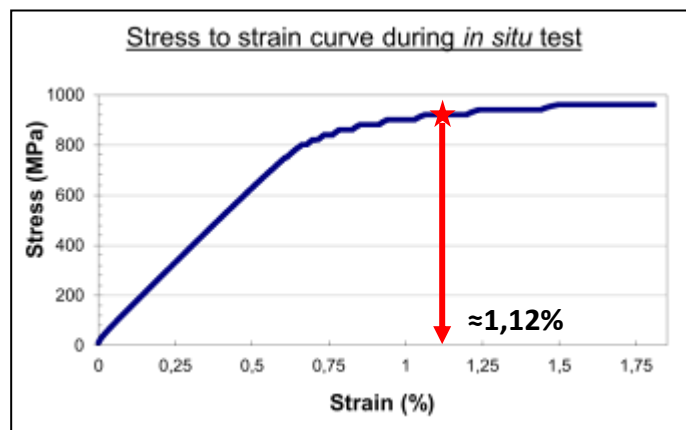


Figure 6-16 Courbe de traction

Une vitesse de traction lente combinée à un temps de maintien favorise une part de déformation induite par fluage. Ceci est mis en évidence sur la courbe de traction de la figure 6-16 : la déformation totale continue à augmenter pendant chaque maintien en charge et ceci d'autant plus que la contrainte est élevée. Par exemple, pendant le dernier palier à 960 MPa, la déformation totale augmente de 0,3 % par « pur fluage ».

Il faut également noter ici la valeur de déformation totale d'environ 1,12 % au milieu du palier « 920 MPa ». Cette valeur sert de référence à comparer à celle calculée par corrélation d'images de mouchetis.

2.3.2 Corrélation d'images

La détermination des champs de déformation se fait en plusieurs étapes :

- Augmentation du contraste des images brutes par un traitement numérique dans Visilog. Ceci permet d'améliorer la qualité de corrélation comme le montrent des essais d'auto-corrélation.
- Génération d'un maillage de calcul avec Abaqus : ce maillage définit l'ensemble des points à partir desquels sera réalisée la corrélation.
- Calcul du champ de déplacement par corrélation d'images : en chaque nœud du maillage, une fenêtre est extraite de l'image de départ et est recherchée dans la seconde image. Le décalage entre les positions des fenêtres sur les deux images définit le déplacement du point. Par interpolation des résultats de corrélation, un déplacement non entier de pixels peut être mesuré.
- Calcul des champs de déformation dans Abaqus CAE : l'ensemble des déplacements définit les champs de déplacement X et Y. Abaqus permet, par dérivation, de calculer les champs de déformation ϵ_{11} , ϵ_{22} et ϵ_{12} .

Les corrélations d'images sont calculées via Granu, logiciel de corrélation d'images développé au sein de l'ex-LMPM par Brillaud et al. [125]. Pour éviter l'accumulation d'erreurs de calcul, pour chaque image, i.e. pour chaque niveau de contrainte, la corrélation est réalisée par référence à l'image initiale acquise à 10 MPa.

Les résultats suivants ont été obtenus en corrélant des fenêtres de taille 125 μm . Le maillage de calcul a un pas de 75 μm , i.e. les points de calcul du déplacement sont distants de 75 μm . Les grandes colonies constituant les plumes contiennent donc 1 à 3 points de calcul en largeur.

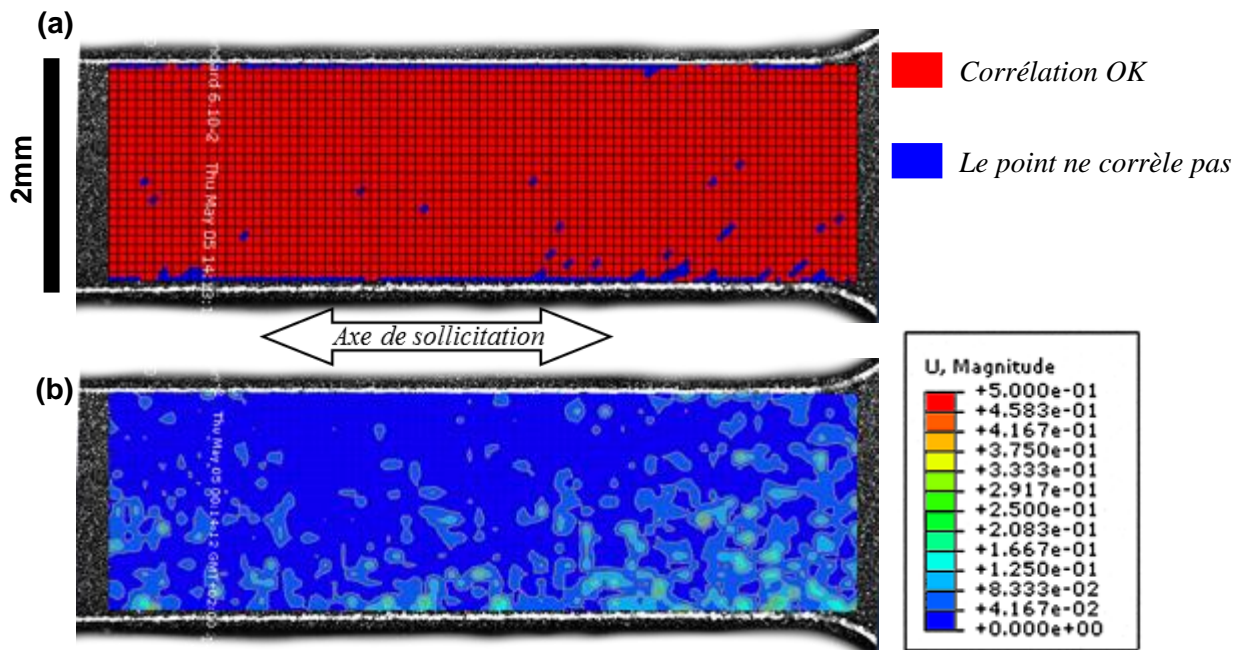


Figure 6-17 Résultats en auto-corrélation

Les premiers calculs servent à optimiser les paramètres de corrélation. Il s'agit de calculs d'auto-corrélation sur l'image initiale en ajustant les paramètres jusqu'à obtenir un nombre suffisant de points corrélant bien et un champ de déplacement quasi nul. Avec les paramètres retenus, la figure 6-17 (a) montre que la majorité des points ont corrélés, i.e. tous les points rouges ont pu être retrouvés sur les deux images. Près des bords de la partie utile, le mouchetis est noyé par une zone surexposée par la caméra optique. Les points correspondant ne corrèlent pas. Pour les points qui ne corrèlent pas, les résultats sont interpolés par Abaqus. Si leur nombre est trop important, l'interprétation des champs de déformation est critiquable.

La figure 6-17 (b) permet de mesurer la précision de la méthode. Il s'agit de l'amplitude du champ de déplacement calculé en auto-corrélation, i.e. entre l'image initiale à 10 MPa et une « seconde image initiale » à 10 MPa. Le maximum de déplacement en auto-corrélation est d'environ 0,3 pixel, i.e. 0,75 μm . Le déplacement de chaque point du maillage est donc calculé à 0,75 μm près par cette méthode de corrélation.

2.4 Résultats de corrélation et Confrontation des résultats

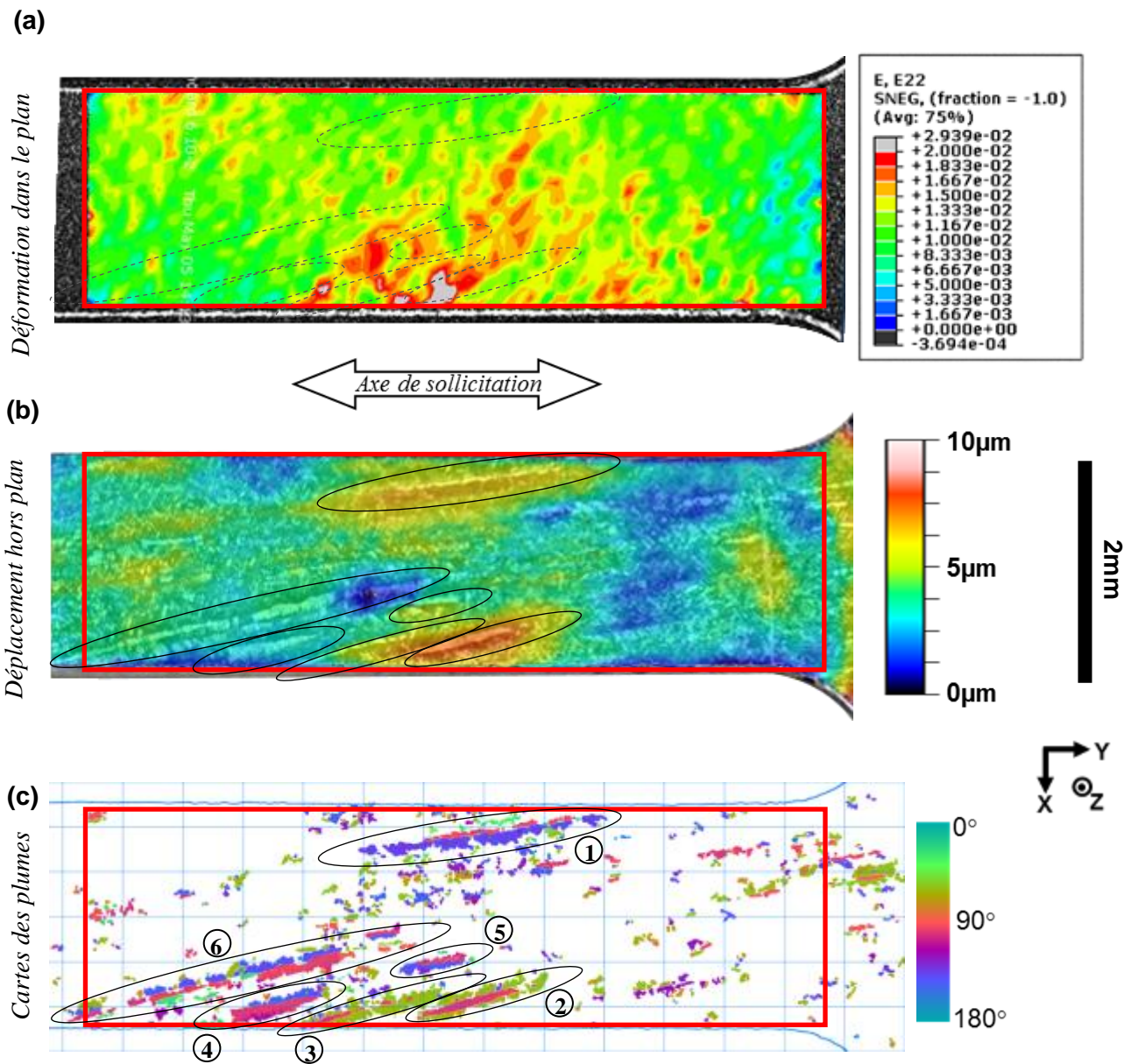


Figure 6-18 Comparaison champ de déformation ε_{22} et champ de déplacement Z avec la microstructure

La figure 6-18 permet de comparer les champs de déformation dans le plan (a), et hors plan (b) avec la microstructure (c) sur les deux tiers de la partie utile pour lesquels il a été possible d'acquérir les images. Le rectangle rouge délimite exactement la zone de l'éprouvette commune aux trois cartes. Des ellipses entourent sur les trois figures les six plus grandes plumes numérotées sur la figure (c). Sur ces figures, l'axe de sollicitation correspond à l'axe horizontal Y.

La figure 6-18 (a) illustre le champ déformation ε_{22} longitudinal calculé par corrélation d'images au niveau du palier « 920 MPa » de l'essai de traction. Ce champ présente des hétérogénéités. Dans la partie centrale inférieure de la zone observée, la déformation atteint 2 % (zones en rouge) alors que la majorité de la partie utile n'est déformée que de 1 % (zones en vert). Cette différence reste cependant faible en comparaison de celle relevée par la même méthode et le même équipement sur d'autres alliages de titane. Un facteur 10 sur la déformation à l'échelle des ex-grains β a notamment pu être observé sur le Ti5553 et le Ti17 [25]. La valeur moyenne de ce champ est de 1,23 %. Cette valeur est en bonne concordance avec la valeur de 1,12 %, valeur de déformation mesurée avec la jauge de déformation collée en face arrière (cf. courbe de traction en figure 6-16). La figure 6-18 (b) est la superposition de deux images : en niveau de gris, l'image optique de la microstructure prise à la loupe binoculaire correspondant à la figure 6-14 (a) ; en couleur, la carte du relief mesuré au WLI après l'essai de traction. L'état de déformation représenté correspond donc à la déformation hors-plan plastique résiduelle.

La figure 6-18 (c) est la carte de l'orientation morphologique des plumes obtenue par la procédure de traitement d'images élaborée en début de thèse. Le code de couleur indique l'orientation morphologique des lamelles au sein des colonies par rapport à l'axe horizontal. Cette figure montre toutes les plumes détectées, même celles de petite taille. Elle montre de plus quelques plumes de très grande taille près du milieu de la zone suivie (plumes n°1 à 6).

2.4.1 Interprétation du champ de déplacement hors-plan

Les figures 6-18 (b) et (c) montrent clairement que le déplacement hors-plan de la surface de l'éprouvette est fortement dépendant de la microstructure. Les deux zones s'étant les plus mises en relief, i.e. les zones jaune foncé et rouge sur la figure (b), correspondent exactement chacune à une plume de la carte des plumes (plumes 1 et 2, voire 3 de la figure (c)). Les parties enchevêtrées de l'éprouvette se sont clairement moins déformées. Ces zones forment la « surface moyenne de référence » de la mesure WLI. Il est de plus intéressant de noter que certaines plumes de grande taille ne se révèlent pas par une déformation plus importante. C'est l'exemple des plumes n°4 à 6 « en bas à gauche » de la zone suivie. Les dimensions et morphologies de ces plumes ne se différencient pas des plumes « déformées et produisant un fort relief » : elles ont toutes la même orientation morphologique de 10 à 15° par rapport à l'axe de traction horizontal et leur longueur et largeur sont du même ordre. Par contre, les configurations morphologiques au sein des plumes varient : le tableau 6-2 liste les orientations morphologiques moyennes des lamelles au sein des colonies composant les six plumes mentionnées. Le comptage du nombre de couches est manuel. L'ordre des orientations des couches est ici arbitraire de haut en bas par rapport à la disposition de la figure 6-18 (c).

<i>N° de plume</i>	<i>Nb. de couches</i>	<i>Orientation des couches</i>
<i>n°1</i>	<i>3</i>	<i>30/100/140</i>
<i>n°2</i>	<i>3</i>	<i>50/90/50</i>
<i>n°3</i>	<i>3</i>	<i>50/90/50</i>
<i>n°4</i>	<i>2</i>	<i>140/100</i>
<i>n°5</i>	<i>2</i>	<i>100/140</i>
<i>n°6</i>	<i>3</i>	<i>140/100/30</i>

Tableau 6-2 Configurations morphologiques des plumes

Les plumes n°1, 2 et 3 sont les plumes qui conduisent à la plus grande déformation hors-plan. La configuration morphologique de la plume n°1 est unique parmi les plumes présentes sur cette éprouvette. De même, il n'y a pas d'autre plume ayant la même configuration morphologique que les plumes n°2 et 3. Les deux configurations morphologiques 30/100/140 et 50/90/50 sont donc apparemment très favorables à la déformation. Au contraire, une plume constituée uniquement de deux colonies ou de configurations inverses ne semble pas se déformer de manière importante.

Il serait cependant intéressant d'étudier d'autres paramètres pouvant influencer sur la déformation comme par exemple les orientations cristallographiques des différentes plumes, leur profondeur en dessous de la surface, etc.

2.4.2 Interprétation du champ de déformation longitudinal

Les hétérogénéités présentes dans le champ de déplacement hors-plan peuvent donc être reliées relativement aisément aux éléments microstructuraux et en particulier aux plumes. Par contre, le champ de déformation dans le plan (figure 6-18 (a)) est très difficile à lier à la microstructure. On retrouve bien une zone de plus grande déformation proche des plumes n°2 et 3 mais la déformation de la plume n°1 n'est par exemple pas captée et la déformation ε_{22} importante entre les plumes n°4 et 5 ne se retrouve pas sur le champ hors-plan.

De la même manière, les autres champs de déformation dans le plan (déformation transversale (figure 6-19 (b)) et cisaillement (figure 6-19 (c))) ne semblent pas être en lien avec la microstructure. La majorité du champ de déformation transversale ε_{11} est en compression à environ -0,4 %, ce qui est en très bonne correspondance avec la déformation longitudinale moyenne de 1,23 % et un coefficient de Poisson de 0,32. Des valeurs locales de déformation de -1,1 % peuvent être observées dans les zones conduisant à une grande déformation longitudinale et à l'inverse, on peut trouver un peu de traction transversale à proximité des têtes d'éprouvette. Le champ de déformation transversal présente donc également des hétérogénéités mais sans lien évident avec la microstructure et notamment les plumes indiquées par des ellipses en pointillés.

Le champ de déformation en cisaillement ε_{12} est globalement homogène et difficile à interpréter vis-à-vis des plumes. Ceci est d'autant plus surprenant qu'en MOI, du cisaillement a pu être observé le long d'une nervure au sein d'une plume.

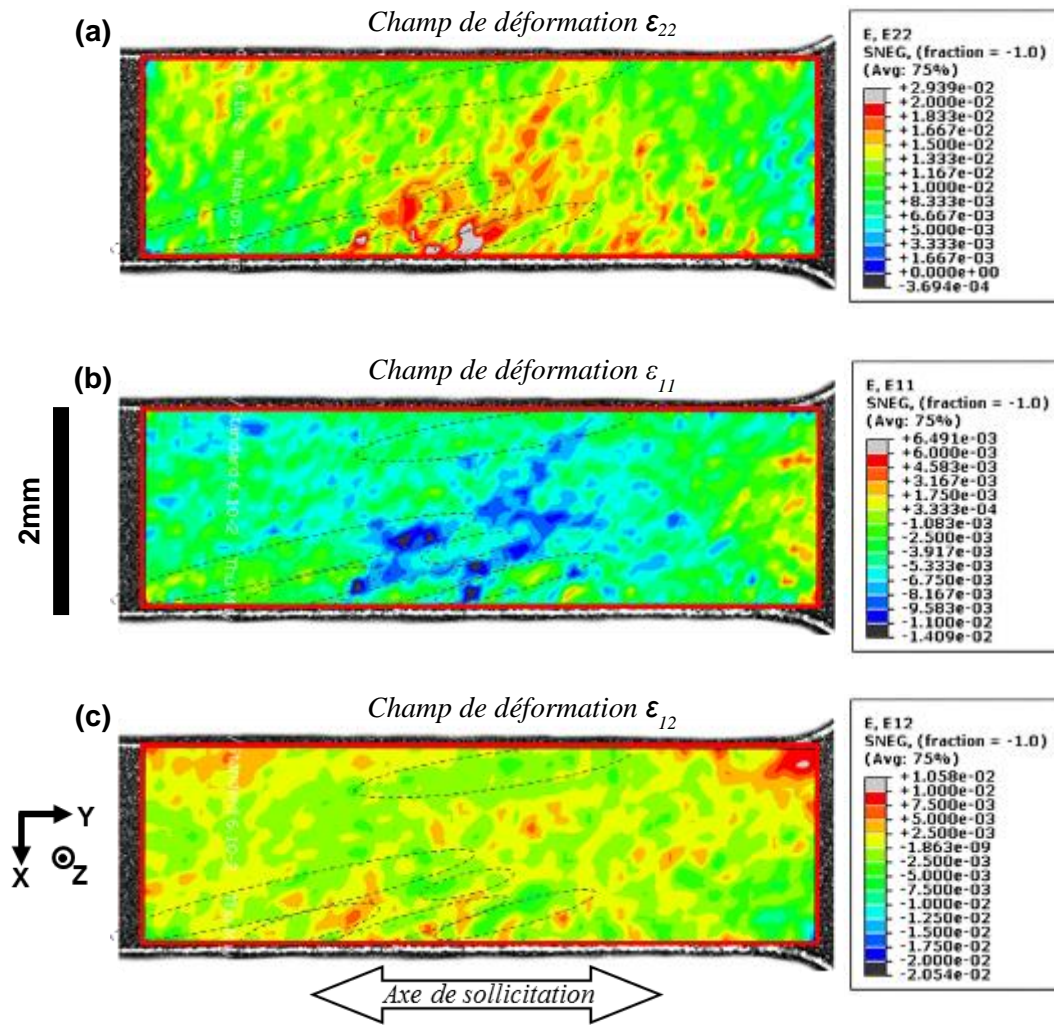


Figure 6-19 Champs de déformation longitudinale ϵ_{22} , transversale ϵ_{11} et de cisaillement ϵ_{12}

D'une manière générale, les champs de déformation ne sont pas à l'image du fibrage de la microstructure ce qui est troublant. Ce constat conduit à se poser des questions sur l'aptitude de cette approche à capter les déformations engendrées dans ce matériau alors qu'avec la même démarche, des résultats très utiles avaient été établis sur deux alliages β -métastable (Ti5553 et Ti17) [25]. Il faut avoir à l'esprit que pour ces derniers cas, l'information principale qui ressortait était directement liée à la taille millimétrique des ex-grains β qui, pour des raisons notamment de forte anisotropie élastique de la phase β , se déformaient très différemment les uns des autres. Dans le cas présent du Ti6242, la microstructure est dans son ensemble plus fine et nettement plus complexe sur le plan morphologique.

Une première explication pourrait être associée à des paramètres de calcul non optimisés dans le processus de corrélation d'images. La figure 6-20 ci-après montre en particulier que la taille de fenêtre de corrélation influence l'allure du champ de déformation ϵ_{22} , sans toutefois pouvoir faire un lien avec la microstructure.

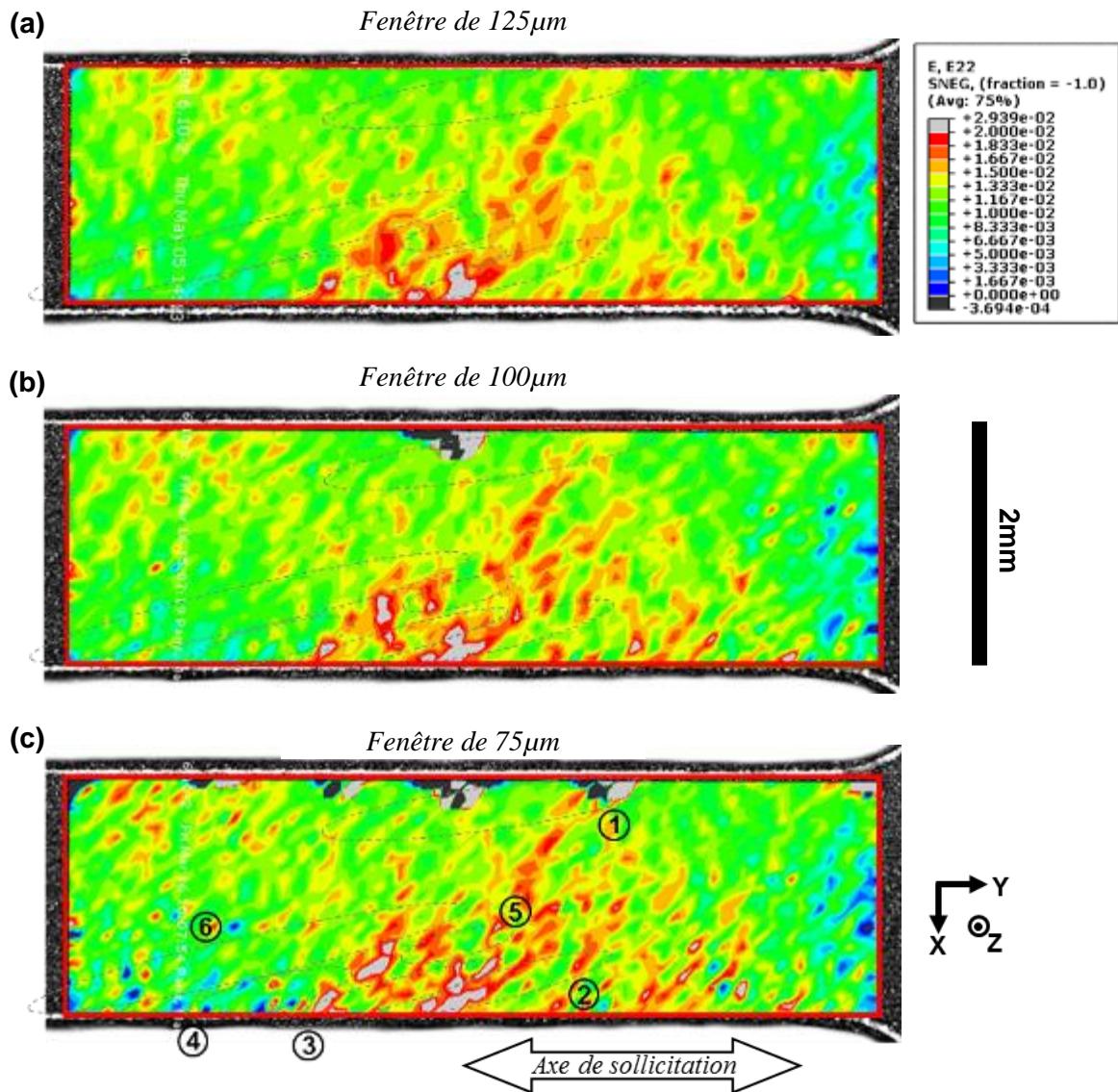


Figure 6-20 Influence de la taille de fenêtre sur le champ de déformation ϵ_{22}
Taille de fenêtre décroissante : (a), (b) puis (c)

Une autre explication pourrait être un mouchetis trop grossier. Le mouchetis utilisé ici a été développé pour étudier prioritairement des objets de 400 à 800 μm en diamètre. Les plumes sont certes des éléments millimétriques en longueur, mais ils sont également très fins. Le mouchetis choisi ne semble pas parfaitement adapté pour détecter la déformation de telles microstructures. Il ne permet notamment pas de détecter des variations entre les plumes et la matrice lamellaire enchevêtrée, et encore moins des hétérogénéités de déformation au sein des plumes, i.e. entre les différentes colonies constituant la plume. Pour permettre une mesure du champ de déformation dans le plan, à l'échelle des plumes et des colonies constituant les plumes, il serait donc nécessaire de réduire la taille de particules constituant le mouchetis. Cependant, un tel mouchetis n'était pas opérationnel pour cette étude et de plus diminuer la taille des particules conduirait à dépasser les limites en résolution de la caméra optique haute-résolution utilisée. Une alternative serait de concevoir un mouchetis adapté à la taille

des colonies et plumes et d'en suivre la déformation au MEB. Ceci constitue une ouverture intéressante pour l'avenir.

A l'heure actuelle, seul le MOI fournit des informations intéressantes et exploitables sur la déformation des plumes en surface. Cet essai a néanmoins permis d'étudier en détails les relations entre la déformation et la morphologie de la microstructure. Des déformations importantes sont mesurées autour des plumes. Cependant, toutes les plumes ne favorisent pas la déformation.

D'autres caractéristiques doivent donc être considérées pour mieux comprendre comment ces différentes microstructures se déforment. Les aspects cristallographiques sont abordés dans le paragraphe suivant.

3 Essai de traction in situ sous MEB

3.1 Présentation éprouvette et essai

Les essais précédents ont montré que les trois systèmes de glissement (basal, prismatique et pyramidal) peuvent être activés. Le présent paragraphe s'attache à quantifier cette activité à travers un essai de traction réalisé *in situ* sous MEB.

Les conditions d'essai sont comparables aux autres essais *in situ* : prélèvement radial de l'éprouvette et sollicitation jusqu'à une contrainte de 960 MPa.

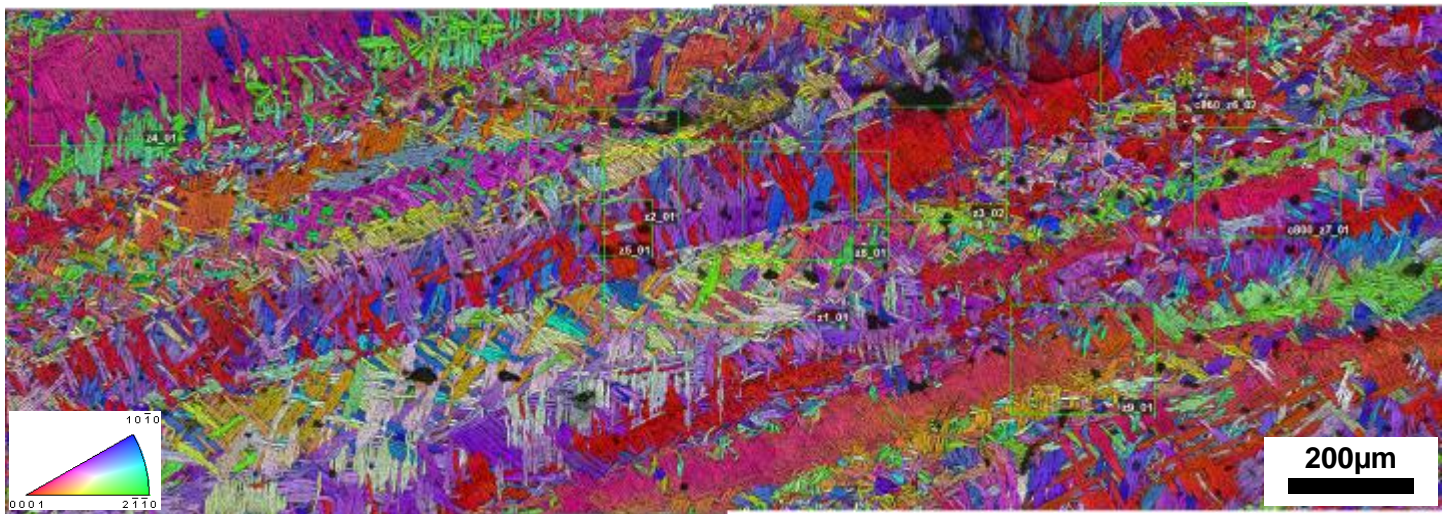


Figure 6-21 Cartographie EBSD de la zone analysée

La figure 6-21 montre la cartographie EBSD de la zone au sein de laquelle les bandes de glissement ont été observées et suivies. Bien que prélevée dans une zone équivalente aux autres éprouvettes, l'éprouvette 1D8 étudiée ici ne présente pas de très grande plume. Il apparaît par contre plusieurs grandes colonies et des lamelles enchevêtrées.

L'essai est à nouveau un essai de traction réalisé « étape par étape » avec des arrêts à 500, 600, 700, 800, 860, 926 et 960 MPa, comme cela est illustré sur la figure 6-22. Les phases d'acquisition d'images sont indiquées par des flèches (figure 6-22 (a)). De plus, les portions rouges de la courbe correspondent à une phase de chargement pendant laquelle le moteur de la micromachine est en fonctionnement. Durant les portions bleues, le moteur est à l'arrêt et l'éprouvette est alors sollicitée en fluage-relaxation. Pendant ces phases, la contrainte chute en même temps que la déformation augmente. Ce mode de déformation est de plus en plus marqué à forte contrainte.

(a) Courbe de traction

(b) Suivi temporel de la charge

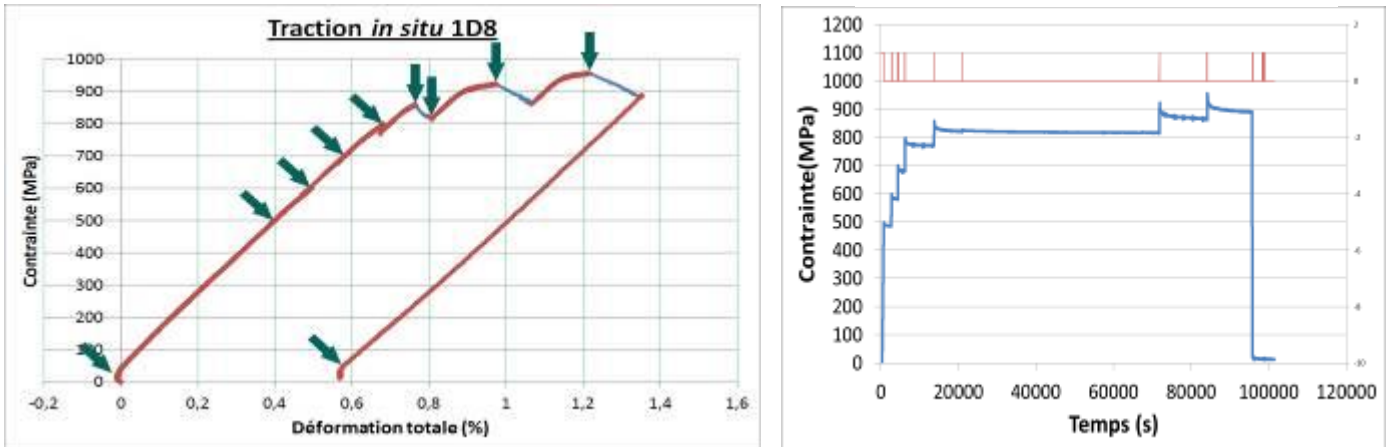


Figure 6-22 Courbe de traction in situ MEB

La figure 6-22 (b) présente le suivi de la contrainte en fonction du temps. La chute de contrainte durant les phases d'arrêt de la micromachine est ici bien visible. Etape après étape, de nouvelles zones présentant des bandes de glissement sont repérées et suivies jusqu'à la fin de l'essai. Le temps passé par étape augmente donc. La durée de ces phases est répertoriée dans le tableau 6-3. De plus, étant donné que cet essai *in situ* n'a pas pu être réalisé en une seule journée, une étape de fluage à 860 MPa durant toute une nuit a été imposée. Elle permet d'observer l'évolution des systèmes de glissement en fluage sur une période importante.

Contrainte (MPa)	Durée d'étape
500	30 min
600	20 min
700	30 min
800	2 h
860	16 h
926	3 h 30
960	3 h 15

Tableau 6-3 Etapes réalisées lors de l'essai in situ sous MEB

3.2 Suivi des bandes de glissement

L'arrêt de la micromachine permet d'une manière générale le suivi des systèmes de glissement à différents niveaux de chargement et de déformation. Un exemple est donné ci-après.

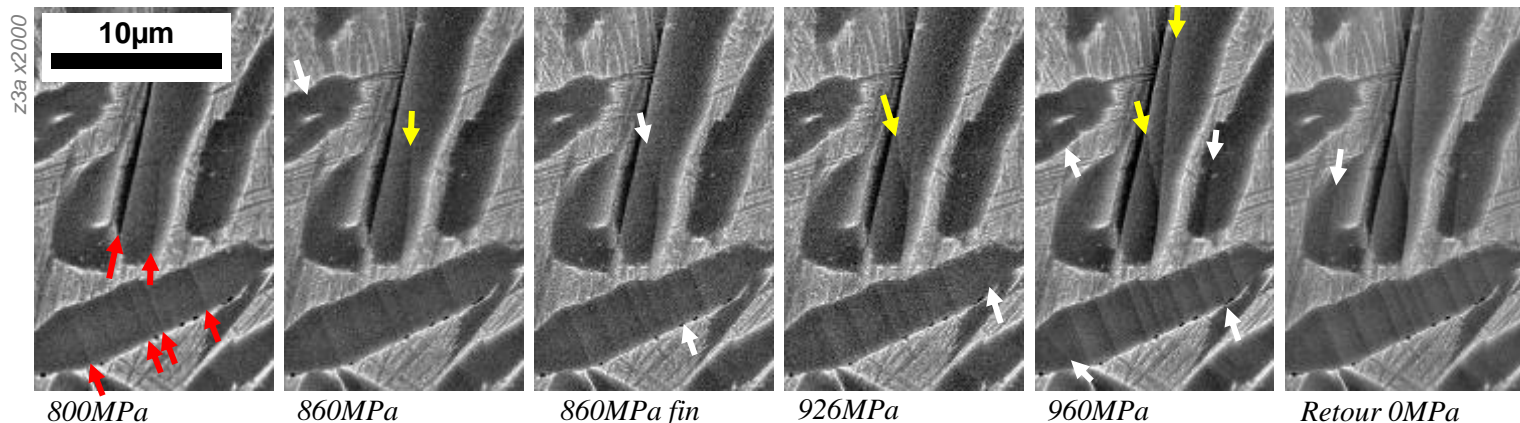


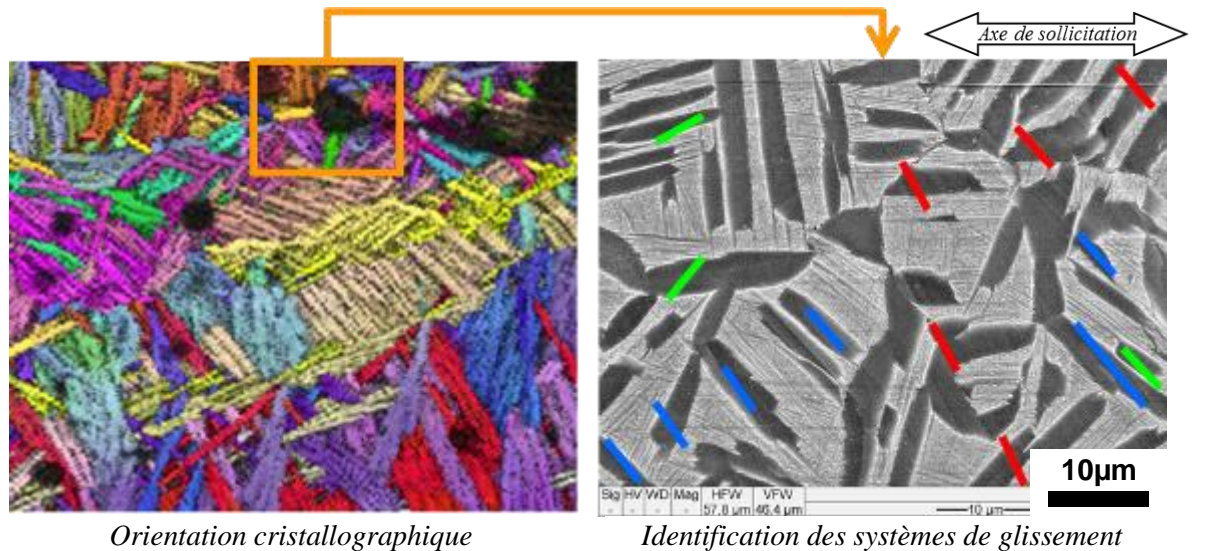
Figure 6-23 Systèmes de glissement identifiés – direction de traction horizontale

La figure 6-23 montre un exemple de suivi des bandes de glissement. Ces images MEB (toutes les étapes ne sont pas reportées) constituent un zoom sur une des 17 zones étudiées. Il est ainsi possible de repérer par des flèches blanches la création de nouvelles bandes de glissement et d'observer l'intensification et la propagation de ces bandes, indiquées ici par des flèches jaunes. Etant donné qu'il est très difficile de prévoir où précisément les bandes de glissement apparaissent, la première image MEB montre un état de déformation déjà prononcé indiquant un début de déformation plastique locale bien en-dessous de 800 MPa. Les bandes de glissement correspondantes sont indiquées par des flèches rouges. La suite du suivi montre la création et la propagation des bandes à chaque étape de l'essai et en particulier durant la phase de maintien très longue à 860 MPa. Ceci confirme la grande capacité à fluer à température ambiante de cet alliage. Il n'est pas possible de dire si les colonies se déforment de manière accentuée durant la phase de maintien par rapport à des zones enchevêtrées. L'exemple ci-dessus montre juste que les zones enchevêtrées participent à la déformation par fluage. Des images acquises après décharge complète de l'éprouvette montrent la création de bandes de glissement. Ceci provient très probablement d'une déformation par fluage à forte contrainte juste avant le déchargement de l'éprouvette sans exclure toutefois la possibilité d'une déformation induite par une redistribution des contraintes lors de la décharge.

3.3 Analyse des systèmes de glissement activés

En raison de la difficulté à identifier des zones particulièrement intéressantes durant l'essai, plusieurs zones ont été suivies à chaque étape de l'essai. C'est donc à l'étape finale que le nombre de zones observées et le nombre de bandes de glissement étudiées sont les plus grands. L'analyse quantitative des systèmes de glissement proposée ci-dessous correspond à cette dernière étape. Les systèmes identifiés sont de type basal, prismatique et pyramidal, comme illustré en figure 6-24. Ils sont activés au sein de colonies plus ou moins grandes, au sein de quelques très petites plumes et surtout au sein d'un grand nombre de lamelles enchevêtrées. Vu cette différence en population

analysée, il ne semble pas pertinent d'analyser séparément les données obtenues dans les plumes et celles obtenues dans les lamelles enchevêtrées. Une comparaison de l'activation du glissement est ainsi difficile. Les résultats présentés sont donc les résultats globaux regroupant toutes les bandes de glissement observées.



Code couleur en Figure de Pôles Inverse

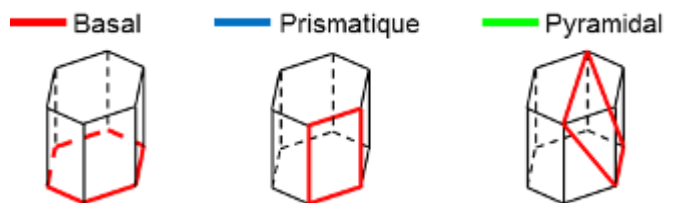
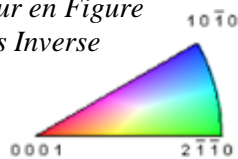


Figure 6-24 Systèmes de glissement étudiés

On peut noter qu'il arrive que le système de glissement activé ne soit pas clairement identifié. En effet, pour des orientations cristallographiques particulières, les traces en surface que laisseraient les différents systèmes de glissement sont géométriquement très proches. Si de plus les facteurs de Schmid correspondant sont du même ordre de grandeur, l'identification est impossible. Dans d'autres cas, en particulier si les bandes de glissement ont été repérées sur des images insuffisamment résolues spatialement, elles ne peuvent être identifiées car elles peuvent correspondre à un glissement combiné de deux systèmes. La bande de glissement se trouve alors entre les bandes de glissement théoriques de chacun des deux systèmes actifs tour à tour. Toutes ces bandes de glissement « anormales » n'ont pas été prises en compte dans les graphes suivants.

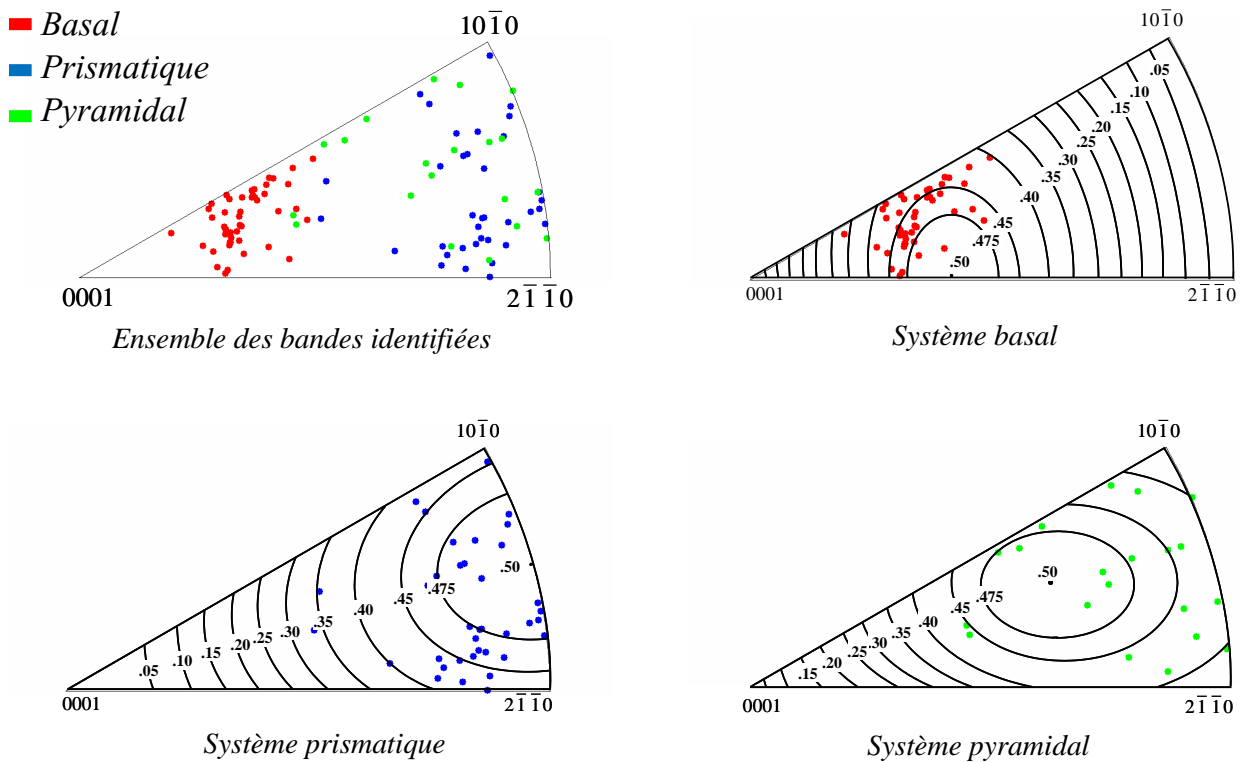


Figure 6-25 Figures de pôles inverses avec courbes d'iso-valeur du facteur de Schmid

La figure 6-25 regroupe l'ensemble des configurations pour lesquelles des bandes de glissement ont été clairement identifiées. Chaque point correspond à l'orientation cristallographique de la lamelle α dans laquelle se trouve la bande de glissement dans le cas de lamelles enchevêtrées. Dans le cas d'une colonie de lamelles, également un seul point est reporté pour représenter l'orientation cristallographique unique des lamelles constituant la colonie. Le nombre de bandes de glissement par lamelle ou par colonie n'est pas intégré dans cette analyse. Les orientations cristallographiques sont représentées sur des figures de pôles inverses selon la direction de traction, e.g. un point sur le pôle [0001] signifie que l'axe $\langle c \rangle$ de la maille cristalline est parallèle à l'axe de traction. Le code de couleur reprend en partie le code de couleur classique pour les orientations cristallographiques (rouge pour le basal, bleu pour le prismatique et arbitrairement vert pour le pyramidal).

De plus, les courbes d'iso-valeurs du facteur de Schmid calculé pour chaque système de glissement analysé sont reportées sur les figures de pôles inverses (b), (c) et (d).

La figure de pôles inverse (a) montre qu'il y a une activité plastique dans des lamelles ayant des orientations cristallographiques très diverses. Quelques orientations cristallographiques semblent cependant très peu favorables au glissement, comme par exemple les orientations pour lesquelles la direction de traction est proche de la direction basale [0001]. Cette figure montre de plus qu'il existe des domaines d'orientation cristallographique plus favorables pour chacun des systèmes de glissement.

En particulier les lamelles ayant glissé sur le système basal ont toutes une orientation cristallographique proche.

Les domaines d'orientation cristallographique favorables pour chaque système de glissement sont en accord avec les domaines de fort facteur de Schmid comme le montrent les figures (b) à (d). La grande majorité des glissements correspond à des configurations pour lesquelles le facteur de Schmid est supérieur à 0,4.

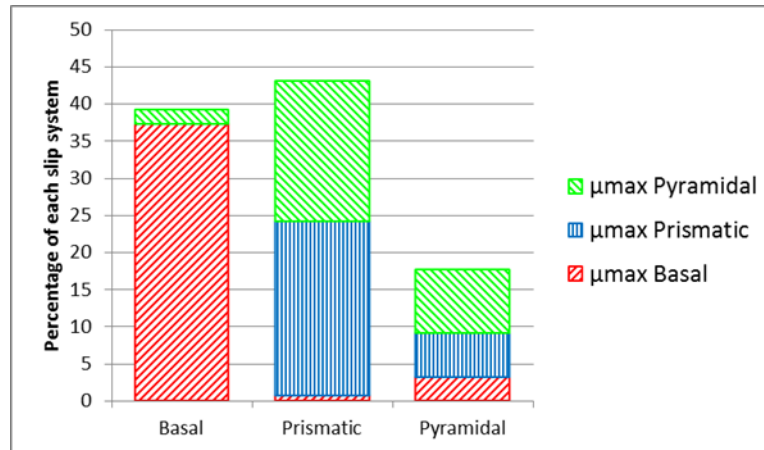


Figure 6-26 Distribution des systèmes de glissement

Une analyse statistique des bandes de glissement est proposée sur la figure 6-26. Avant d'analyser ce graphique, il convient de remarquer qu'avec 153 lamelles/colonies analysées, le nombre de bandes de glissement identifiées n'est peut-être pas suffisant pour que les commentaires suivants soient représentatifs de toute la zone « toile » du disque. Les proportions relatives des différents systèmes de glissement doivent être considérées avec précautions.

Parmi les bandes de glissement identifiées, environ 40 % ont été attribuées à un système basal, 40 % au prismatique et 20 % au pyramidal. Les systèmes basal et prismatique ont donc une activité équivalente. Le système pyramidal est environ moitié moins actif que les deux autres mais plus actif que pour un alliage plus classique comme le Ti64 (≈ 4 % de pyramidal).

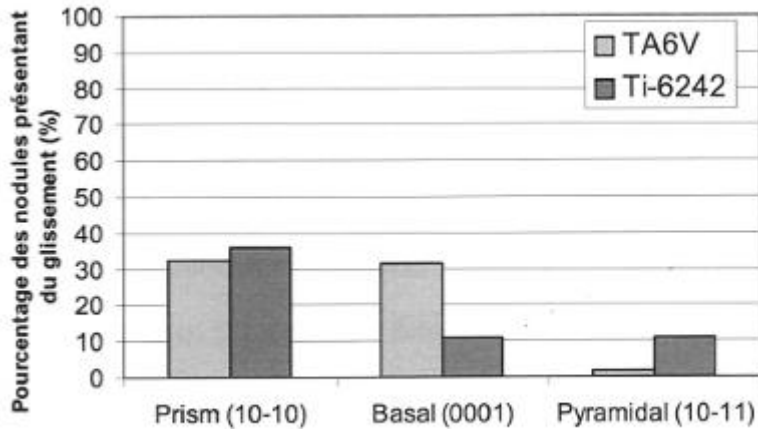


Figure 6-27 Pourcentages de glissement comparatifs entre le TA6V et le Ti6242 pour des microstructures bimodales sollicitées en traction [39]

Les résultats reportés sur la figure 6-27, obtenus par F. Bridier sur environ 330 nœuds analysés après un essai de traction, permettent de comparer la distribution des systèmes de glissement pour les alliages Ti64 et Ti6242 dans leur version bimodale. Dans cet exemple, le système pyramidal du Ti64 est très minoritaire par rapport aux deux autres. Pour le Ti6242 bimodal, le système prismatique est le système principal. Les systèmes basal et pyramidal sont équivalents. Le système pyramidal est environ 3 à 4 fois plus actif que pour le Ti64.

L'histogramme de la figure 6-26 montre de plus que le système de glissement activé n'est pas toujours celui ayant le facteur de Schmid maximal. Ce résultat, à première vue surprenant, peut s'expliquer par des domaines d'orientation cristallographique « à facteur de Schmid équivalent » (cf. figure 6-28).

Pour les bandes de glissement identifiées comme de type basal, quelques lamelles ont une orientation telle que le facteur de Schmid maximal correspond au système pyramidal. En effet, il existe un petit domaine d'orientation, vert sur la figure 6-28, pour lequel le facteur de Schmid est élevé à la fois pour le système basal et pyramidal.

Pour les bandes identifiées comme respectivement de type prismatique et de type pyramidal, 50 % des lamelles ont une orientation cristallographique théoriquement plus favorable pour l'autre système de glissement. En effet, il existe un domaine d'orientation relativement grand pour lequel ces deux systèmes ont des valeurs élevées du facteur de Schmid. Ce domaine est indiqué en jaune et orange sur la figure 6-28.

Au contraire, le domaine d'orientation cristallographique favorisant un système basal est très éloigné du domaine d'orientation cristallographique favorisant un système prismatique. Ces domaines sont respectivement rouge et bleu sur la figure 6-28. Ainsi aucune bande de glissement identifiée comme basal n'a un facteur de Schmid maximal pour le prismatique. De même, uniquement une très

faible proportion de bandes identifiées comme de type prismatique a un facteur de Schmid maximal sur le système de glissement de type basal.

Ainsi, même si une bande de glissement ne correspond pas au facteur de Schmid théorique maximal, la valeur expérimentale n'est pas beaucoup plus faible puisque, comme cela a déjà été montré auparavant, les systèmes de glissement ne sont activés que pour des valeurs élevées du facteur de Schmid.

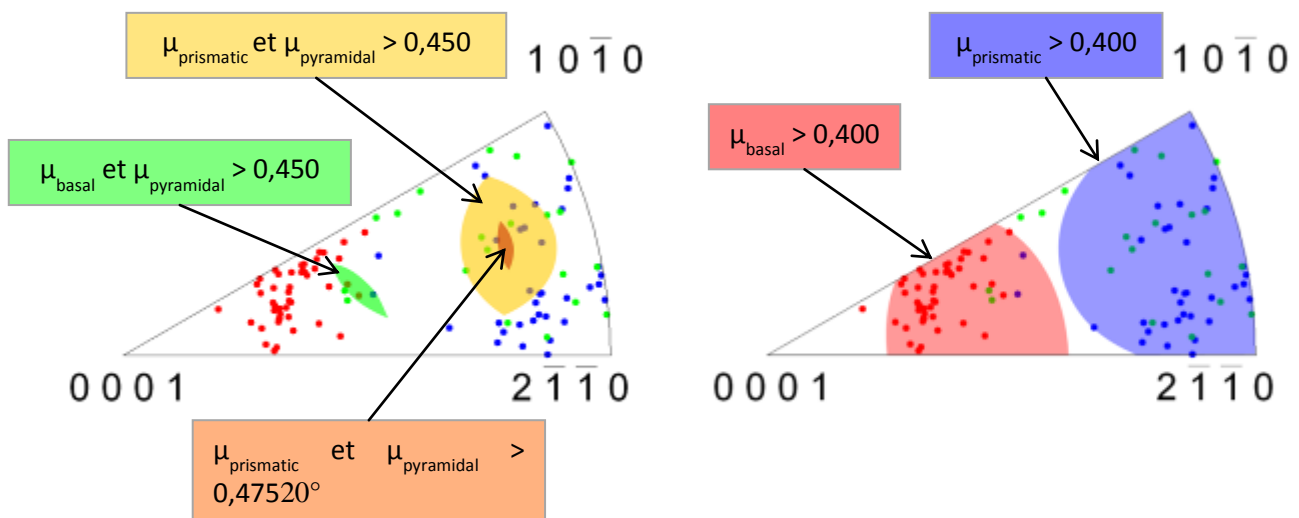


Figure 6-28 Domaines de facteurs de Schmid équivalents (figures de pôles inverses selon l'axe de traction)

Conclusion et perspectives :

Différents systèmes de glissement sont activés dans tous les types de morphologie. Les systèmes de glissement basal et prismatique semblent équivalents en termes de nombre d'occurrences. Le système pyramidal, activé de manière plus importante que dans d'autres alliages, participent de façon non négligeable à la déformation plastique.

Les zones suivies durant cet essai ne permettent cependant pas de différencier les colonies et plumes des zones enchevêtrées. Elles ne permettent pas non plus de différencier différentes plumes entre elles.

L'objectif de futurs travaux serait d'étudier d'autres plumes afin de répondre aux questions suivantes :

Est-ce que toutes les plumes favorisent la déformation ? Quelles sont alors les plumes les plus « dangereuses ». Y-a-t-il des différences aux niveaux des systèmes de glissement mis en jeu dans les différentes plumes ?

De plus, les cissions critiques n'ont pas pu être déterminées avec précision durant cet essai *in situ*. Des incréments plus faibles de la charge lors des essais seraient nécessaires pour approximer les cissions critiques des différents systèmes.

Par ailleurs les analyses portant sur l'aspect « compétitif » entre les différents types de systèmes de glissement ne tiennent pas compte ici de l'anisotropie de propriétés élastiques. Des travaux, notamment de simulations en cours actuellement, montrent par ailleurs que cette notion est de première importance (Thèse Van Truong Dang 2016 [133]).

3.4 Sur la morphologie du glissement

La microstructure de l'éprouvette utilisée pour cet essai *in situ* MEB ne comportant pas un grand nombre de plumes, l'analyse de leur déformation est impossible. Cependant, quelques remarques peuvent être faites sur les colonies suivies.

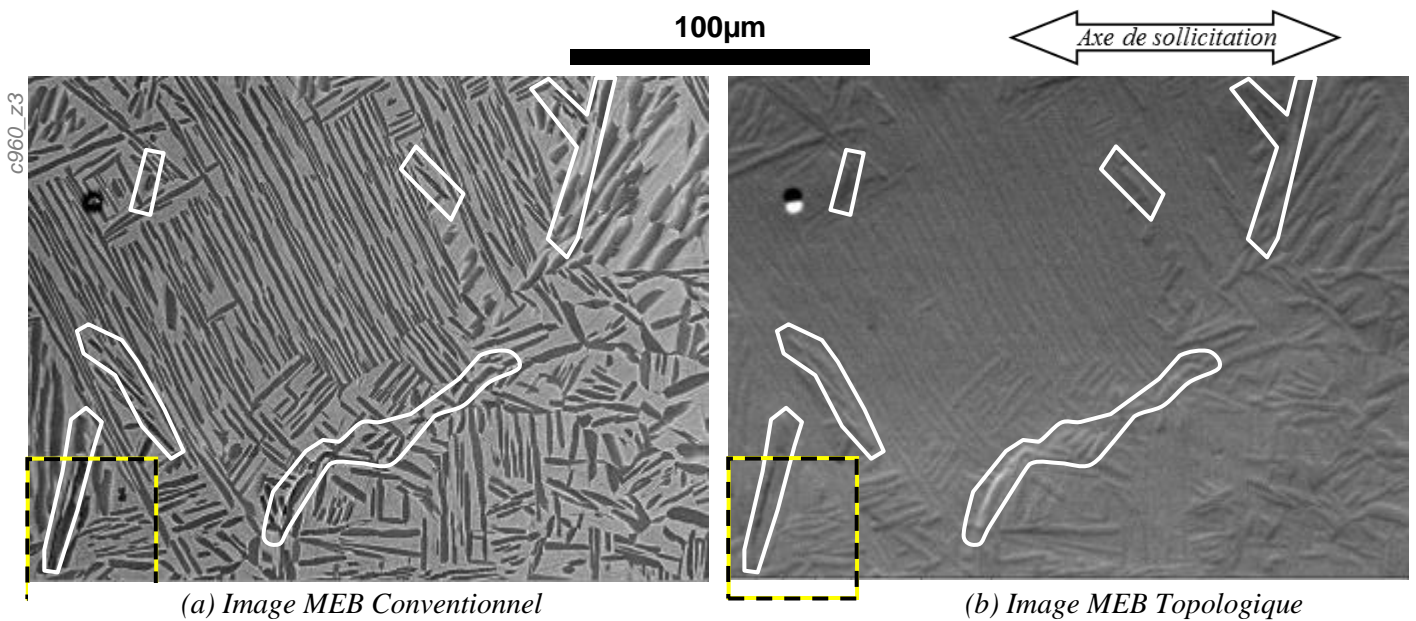


Figure 6-29 Bandes de glissement marquées autour d'une colonie : images MEB (en électrons rétrodiffusés)

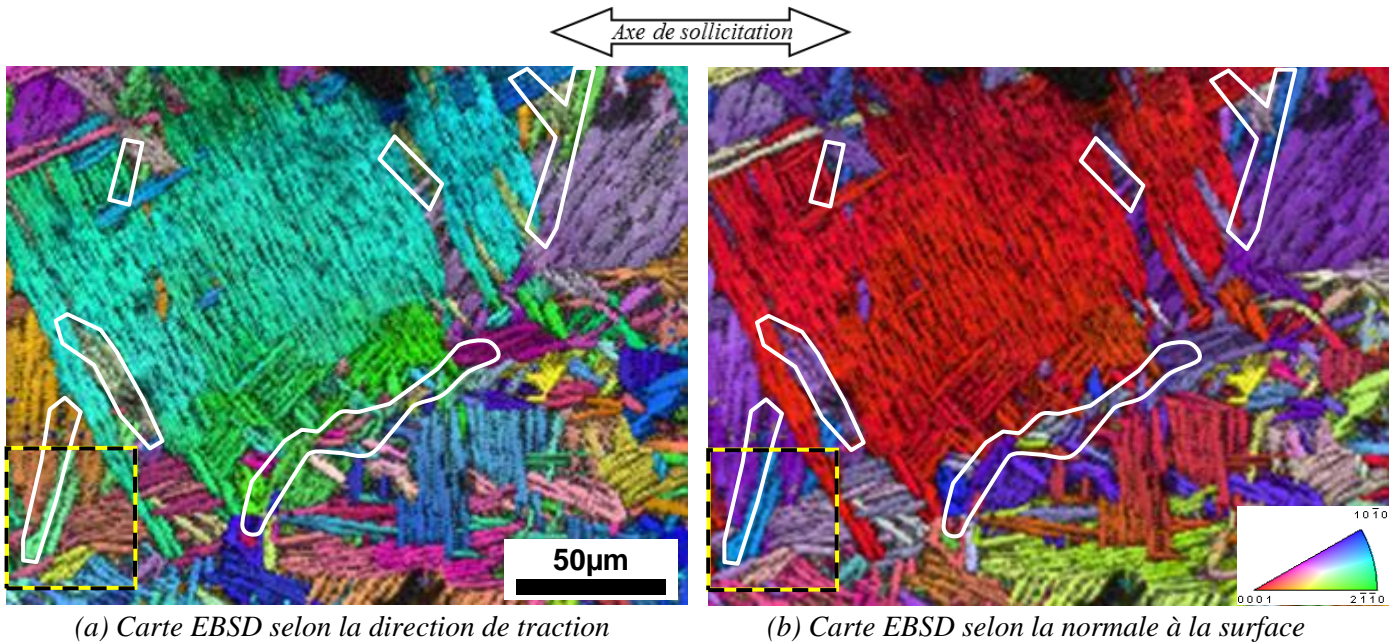


Figure 6-30 Bandes de glissement marquées autour d'une colonie : cartes EBSD

La figure 6-29 montre une colonie relativement grande, mesurant environ $100\ \mu\text{m} \times 80\ \mu\text{m}$. En raison de son orientation cristallographique défavorable, cette colonie ne s'est pas déformée pendant l'essai *in situ*. En effet, la figure 6-30 (b) montre que le plan de base de la phase α de la colonie est proche parallèle à la surface de l'éprouvette ce qui interdit le glissement basal et conduit à des facteurs de Schmid très faibles sur les systèmes prismatique et pyramidal. Autour de cette colonie, il est possible de trouver de nombreuses bandes de glissement. Un zoom, indiqué par un rectangle pointillé noir-jaune sur l'image figure 6-29 (a), est présenté en figure 6-31 (a). Parmi ces bandes de glissement, certaines sont très marquées et induisent un relief important. Pour ces bandes de glissement marquées, le relief est suffisant pour être visible sur les images acquises en mode topologique (détecteur d'électrons rétrodiffusés), comme le propose la figure 6-29 (b). Sur cette image, ces bandes sont repérées par des traits blancs. Les mêmes traits sont reproduits sur l'image en mode conventionnel en figure 6-29 (a) afin de mieux voir la microstructure. Il apparaît que les bandes de glissement marquées émergent toutes le long de lamelles isolées autour de la colonie non déformée. Ce sont ces bandes de glissement très marquées qui sont bien visibles en microscopie optique dans les zones enchevêtrées comme montré sur la figure 6-8 (b) page 242.

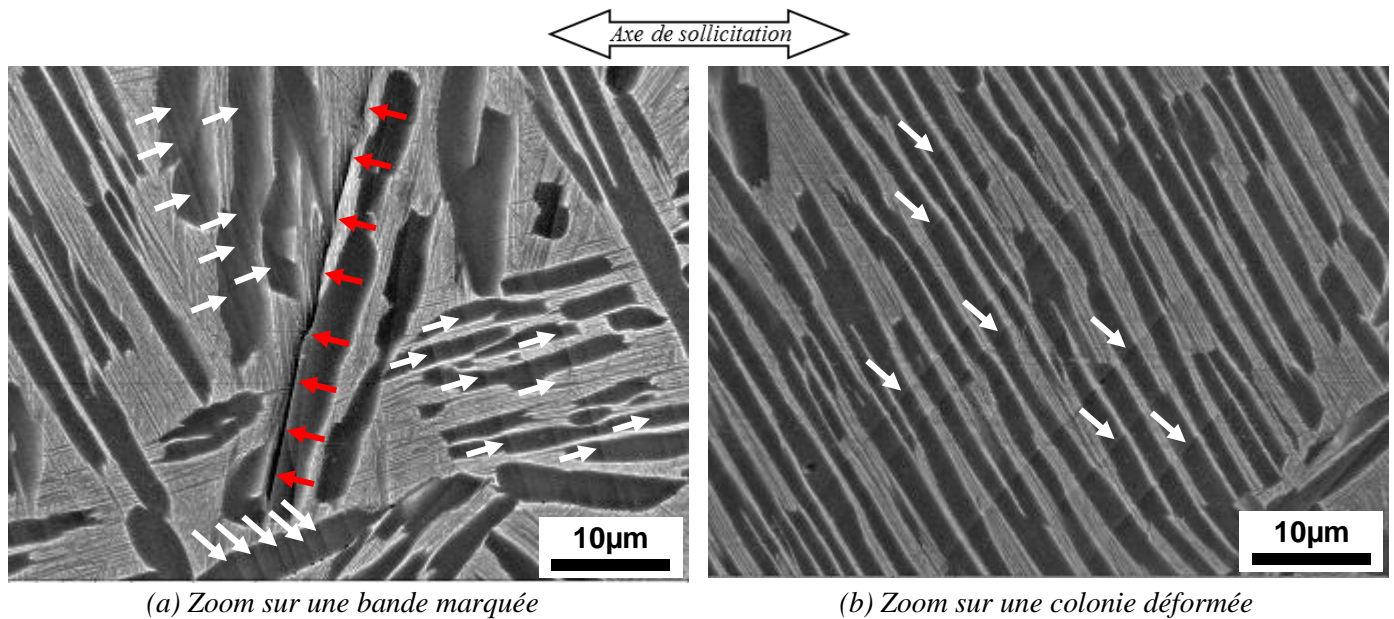


Figure 6-31 Zoom sur une bande de glissement marquée et une colonie

Il existe cependant un autre type de bandes de glissement beaucoup moins marquées mais plus nombreuses. Ces bandes, uniquement visibles en MEB, sont illustrées sur la figure 6-31 (a) et (b). Une bande de glissement marquée est indiquée par les flèches rouges alors que les nombreuses autres bandes de glissement sont signalées par des flèches blanches. La bande de glissement produisant un relief important suit l'interface α/β puis traverse la phase β . Au contraire, les bandes de glissement nombreuses forment un plus grand angle avec l'axe long des lamelles qu'elles traversent. Ceci est vrai pour des lamelles isolées ou de petites colonies (figure 6-31 (a)) mais aussi au sein de plus grandes colonies (figure 6-31 (b)).

Même si les bandes de glissement marquées produisent un relief local important, c'est l'autre type de bandes de glissement apparaissant dans les colonies et dans les plumes qui assure probablement la plus grande part de la déformation des colonies. Ce sont également probablement ces bandes qui contribuent à la formation d'un relief prononcé à l'échelle des plumes, observable par MOI et illustré en figure 6-9 page 243 ou encore en figure 6-13 page 247. C'est alors la multiplicité des bandes qui conduit à un fort niveau local de déformation plastique.

L'analyse des bandes de glissement connaissant les orientations cristallines locales a permis de quantifier l'activation des différents systèmes de glissement. La plasticité est principalement assurée par du glissement basal et prismatique. Cependant le système pyramidal est plus actif que dans d'autres alliages de titane tels que le TA6V. Dans l'ensemble, les systèmes de glissement sont activés en accord avec un fort niveau local du facteur de Schmid.

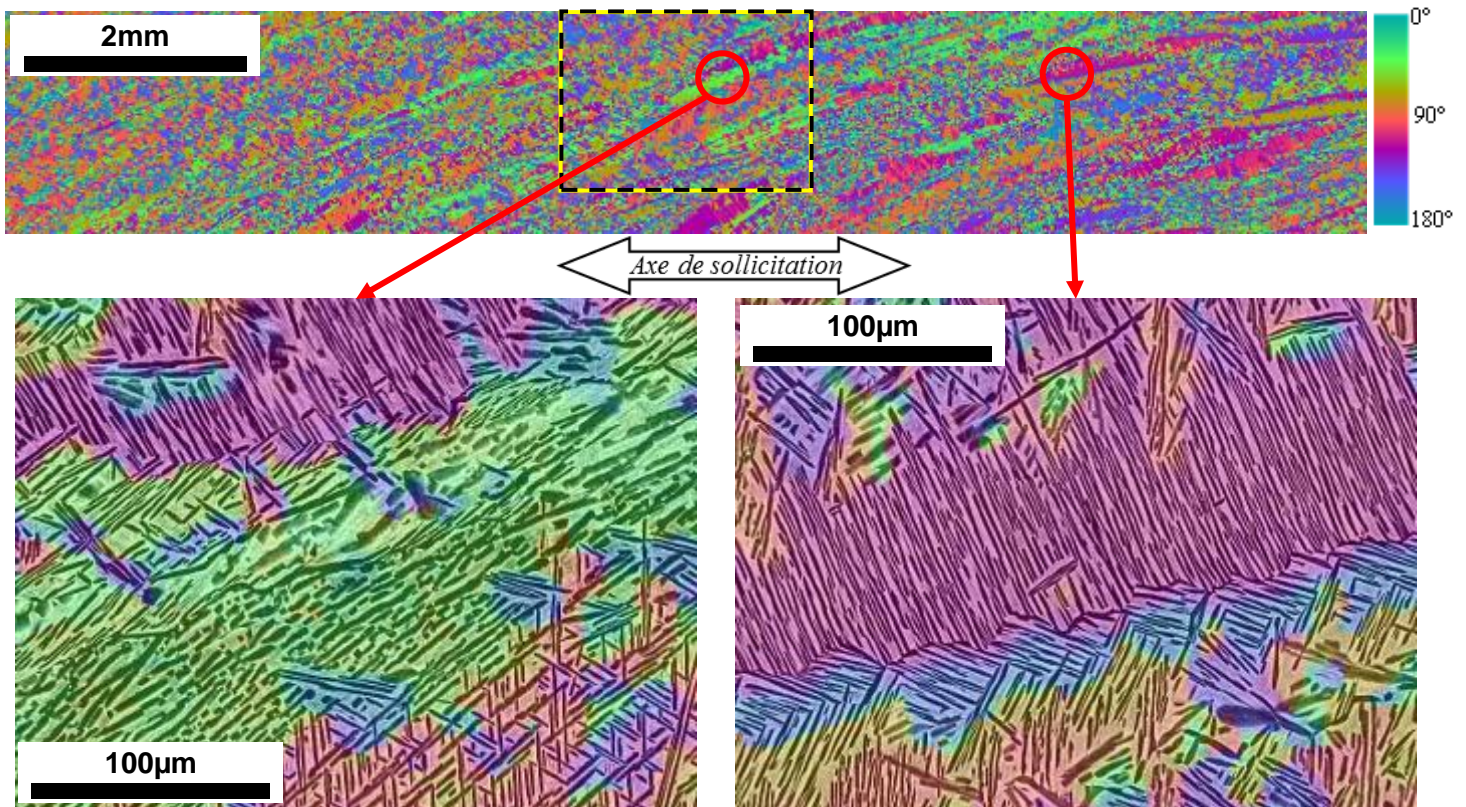
Une part importante, mais difficilement quantifiable, de la déformation est assurée par la création de réseaux de bandes de glissement parallèles traversant toutes les lamelles d'une même colonie. Cela concerne le glissement basal, prismatique comme pyramidal. A ces bandes viennent s'ajouter des bandes plus marquées localisées au niveau des interfaces lamelles / matrice. Si ces dernières n'assurent probablement qu'une part faible de la déformation d'ensemble, il est fort possible qu'elles jouent un rôle significatif vis à vis des processus d'endommagement.

4 Essai de fluage in situ

Un autre essai *in situ* a été réalisé en vue d'analyser plus spécifiquement la déformation durant les phases de maintien en charge des essais dwell. Il s'agit ici d'un essai de fluage *in situ* sous MEB. La microéprouvette 1D6 testée a été prélevée dans la même zone du disque que celles utilisées pour les essais de traction *in situ* MEB et MOI.

4.1 Présentation éprouvette et difficultés expérimentales

(a) Carte de l'orientation morphologique sur toute la partie utile



(b) Zoom sur une colonie et lamelles enchevêtrée

(c) Zoom sur une plume dissymétrique (zone n°4)

Figure 6-32 Carte de l'orientation morphologique de la partie utile de l'éprouvette de fluage *in situ*

La figure 6-32 présente la morphologie de la microstructure de la microéprouvette à l'échelle de toute la partie utile (figure 6-32 (a)) et en deux endroits particuliers (figure 6-32 (b) et (c)). Cette microstructure est très hétérogène. Dans la partie « gauche » de l'éprouvette se trouve une zone de microstructure enchevêtrée et de petites colonies. A « droite », au contraire, existe une zone de grandes colonies et de fibrage morphologique qui tend à s'aligner avec l'axe de traction horizontal de l'éprouvette.

Malgré ces grandes colonies, des plumes au sens « classique » n'ont pas pu être repérées. La seule colonie qui semble former une plume est montrée en figure 6-32 (c). A la grande colonie en violet sont accolées de petites colonies bleues toutes de même orientation cristallographique. Il est possible qu'il s'agisse bien d'une plume dans la profondeur de l'éprouvette que la surface de coupure ne permette pas de mettre en évidence. De la même manière le détail de la figure 6-32 (b) montre deux colonies juxtaposées, une verte et une violette. Celles-ci sont cependant séparées de petites colonies ou de lamelles isolées. Il est possible qu'en profondeur ces colonies se rejoignent pour former une plume.

La zone centrale de l'éprouvette, repérée par un rectangle en pointillés noirs-jaunes sur la figure 6-32 (a), correspond à la zone cartographiée en EBSD avant l'essai qui est présentée par la figure 6-33. Elle contient des portions de grandes colonies et des zones enchevêtrées.

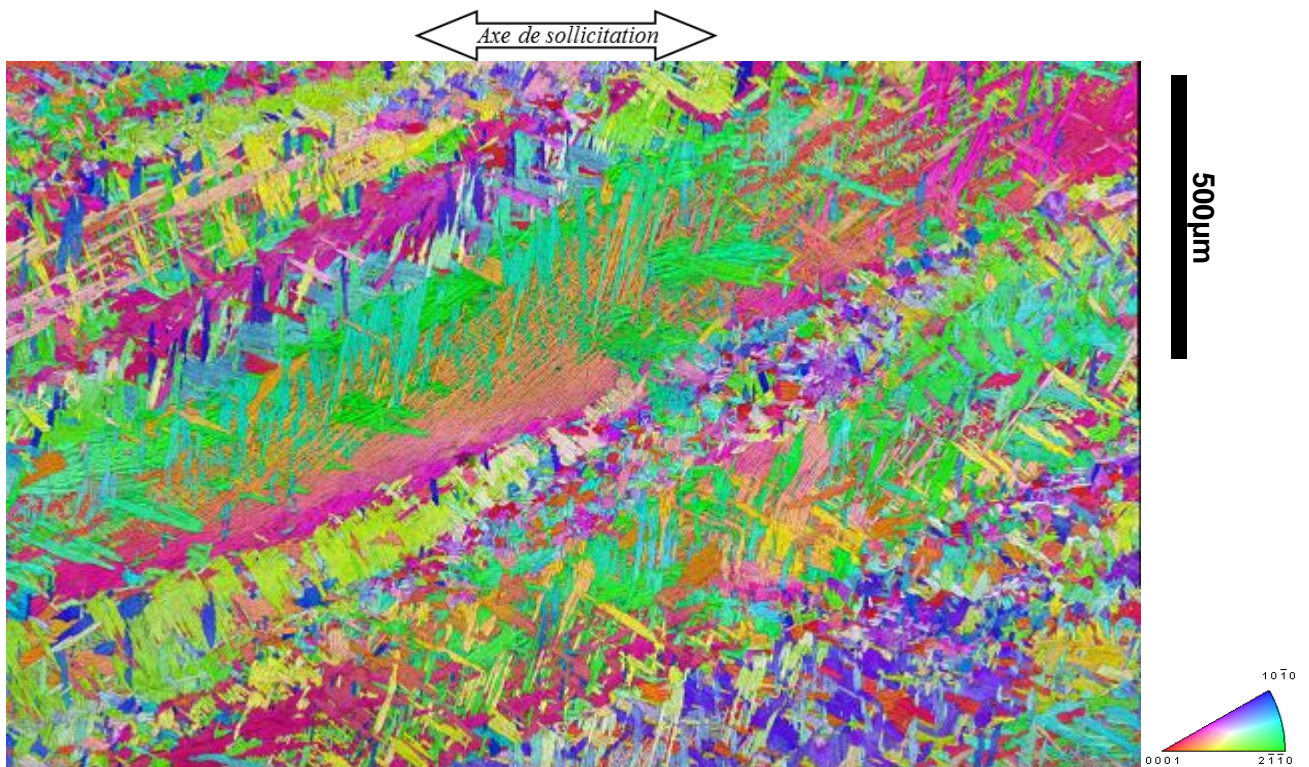


Figure 6-33 Cartographie EBSD de la phase α avant essai de fluage in situ, code couleur IPF selon la direction de traction

Les orientations cristallographiques sont très diverses. Ainsi, les trois systèmes de glissement ont de fortes chances d'être activés. De cette manière, une grande partie de la surface est favorablement orientée pour se déformer par glissement.

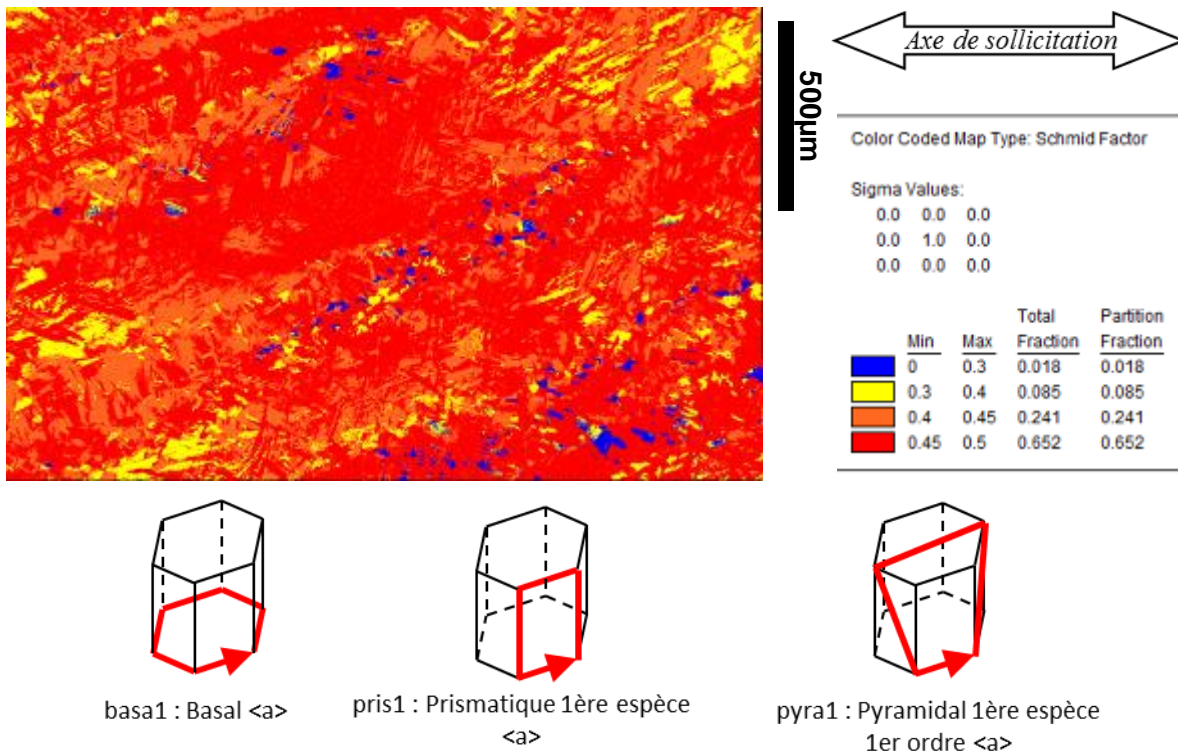


Figure 6-34 Facteur de Schmid maximal

Une façon de démontrer que cette zone est favorable à ce que de la plasticité se développe aisément est de représenter en code de couleur le facteur de Schmid maximal sur les trois systèmes de glissement envisagés, basal, prismatique et pyramidal. La figure 6-34 illustre cette représentation. Il apparaît qu'une grande partie de la surface, colorée en rouge, présente un facteur de Schmid supérieur à 0,45. Seule une très petite fraction surfacique conduit à un facteur de Schmid maximal inférieur à 0,35.

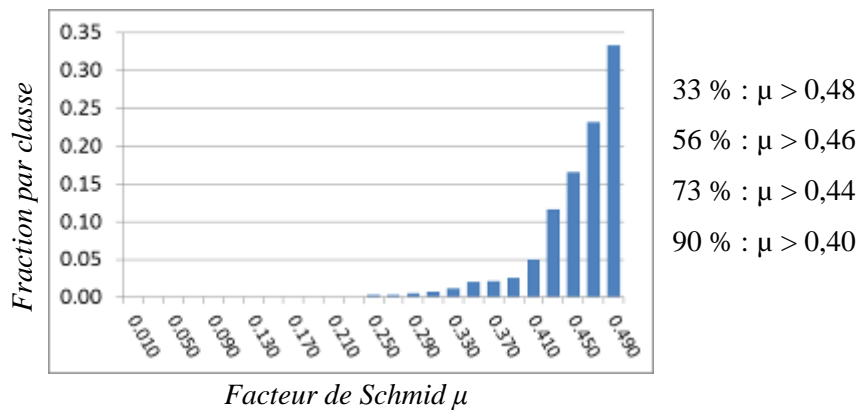


Figure 6-35 Distribution des facteurs de Schmid maximaux

La figure 6-35 confirme la remarque précédente. Un tiers de la surface correspond à un facteur de Schmid très élevé, supérieur à 0,48. D'une manière générale, 90 % de la surface présente un facteur de Schmid élevé supérieur à 0,4. Un grand nombre de bandes de glissement est donc à espérer au cours de l'essai *in situ*.

L'essai de traction *in situ* MEB a déjà montré que le facteur de Schmid permet d'expliquer les domaines d'orientation cristallographique favorisant chacun des systèmes de glissement. Dans la configuration étudiée ici pour l'essai de fluage *in situ*, tous les systèmes activés ont un facteur de Schmid élevé. Cependant, cette condition nécessaire au glissement n'est pas suffisante.

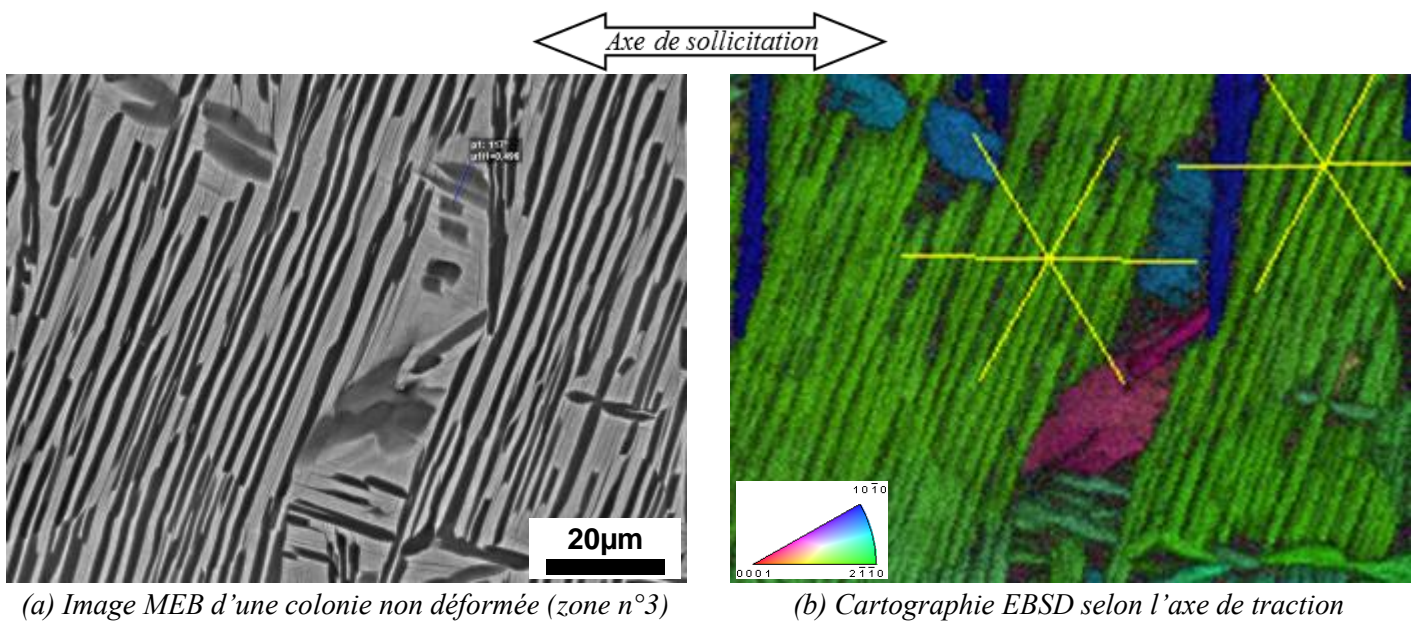


Figure 6-36 Exemple de colonie non déformée par glissement durant l'essai de fluage *in situ*

La figure 6-36 ci-dessus montre une colonie de lamelles favorablement orientées pour le glissement prismatique. En effet, le facteur de Schmid maximal sur le système prismatique est de 0,41. La cartographie EBSD présente les traces attendues des trois plans prismatiques. Malgré ce fort facteur de Schmid, aucune trace de glissement n'a été observée dans cette colonie durant l'essai.

Identifier assurément les premiers signes de plasticité à partir du suivi de plusieurs zones d'une éprouvette est donc quasi-impossible. Même en connaissant au préalable l'orientation cristallographique des lamelles α , la plasticité ne se développe pas forcément aux endroits du plus fort facteur de Schmid. Cette difficulté, bien connue pour des matériaux nettement plus simples sur le plan métallurgique tels que les polycristaux CFC à gros grains monophasés, peut être en partie surmontée par l'aide de calculs d'agrégats en plasticité cristalline. Dans le cas de structures aussi complexes que celles étudiées ici, ce type de simulations est clairement plus difficile à mettre en œuvre notamment pour accéder aux déformations locales à l'échelle des lamelles. Pour cette raison, l'analyse de l'activité de glissement doit prendre en compte les observations réalisées à différentes étapes de

contraintes de manière à mieux appréhender les tendances. L'essai de fluage *in situ* est réalisé à plusieurs niveaux de contrainte sur une durée totale d'environ 53 h. La durée de maintien à chaque contrainte est donnée dans le tableau 6-4.

Contrainte (MPa)	Durée du maintien
730	50 min
750	15 min
780	3 min
800	17 h
840	7 h
860	27 h

Tableau 6-4 Etapes de l'essai de fluage *in situ* MEB

Les premiers arrêts à faible contrainte permettent de repérer des zones allant se déformer durant l'essai. Ils sont donc de durée courte. Les maintiens longs à plus forte contrainte permettent de suivre l'évolution de la déformation une fois le fluage initié.

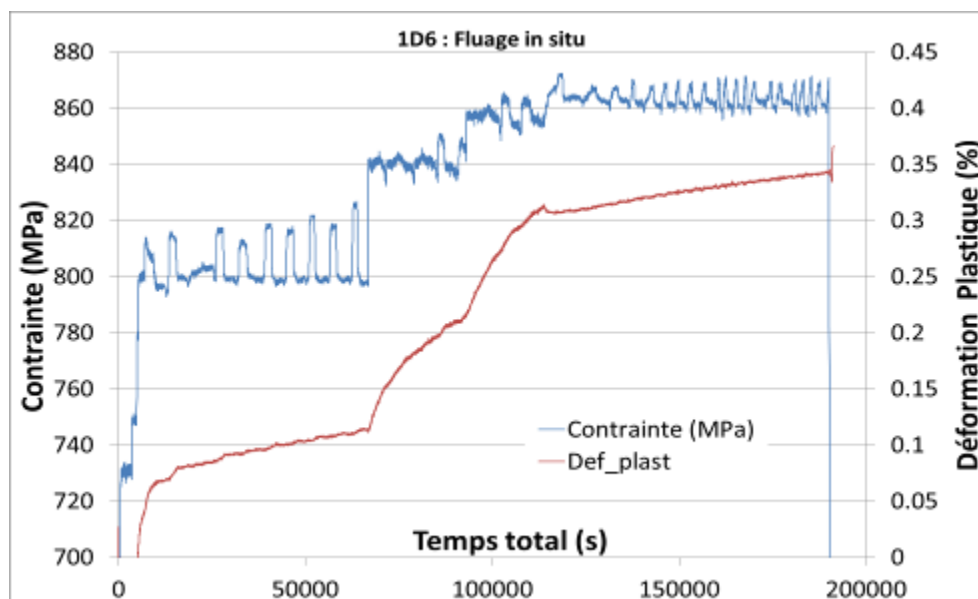


Figure 6-37 Suivi de la contrainte et de la déformation plastique durant l'essai de fluage *in situ*

La figure 6-37 ci-dessus représente l'évolution de la contrainte durant l'essai de fluage. Il apparaît que l'asservissement de la micromachine de traction est de mauvaise qualité. La contrainte, censée rester constante pendant chaque étape de fluage, peut fluctuer de plus de 2,5 % autour de la consigne. L'effet est le plus marqué pour le maintien à 800 MPa. La figure 6-37 présente également l'évolution de la déformation plastique. Elle montre que la vitesse de déformation augmente à chaque nouveau palier de contrainte. Cependant, durant le maintien à 860 MPa, la déformation plastique chute légèrement et son augmentation est ralentie. Ce comportement a été associé à une défaillance

électronique dans le circuit d'acquisition et/ou à un décollement partiel de la jauge de déformation. Néanmoins, avant cet évènement, la jauge fonctionne correctement. Elle montre en particulier que la déformation plastique macroscopique apparaît à partir d'une contrainte d'environ 800 MPa. Les deux figures 6-38 et 6-39 suivantes détaillent l'asservissement de la machine et le comportement du matériau associé pour ce palier de contrainte.

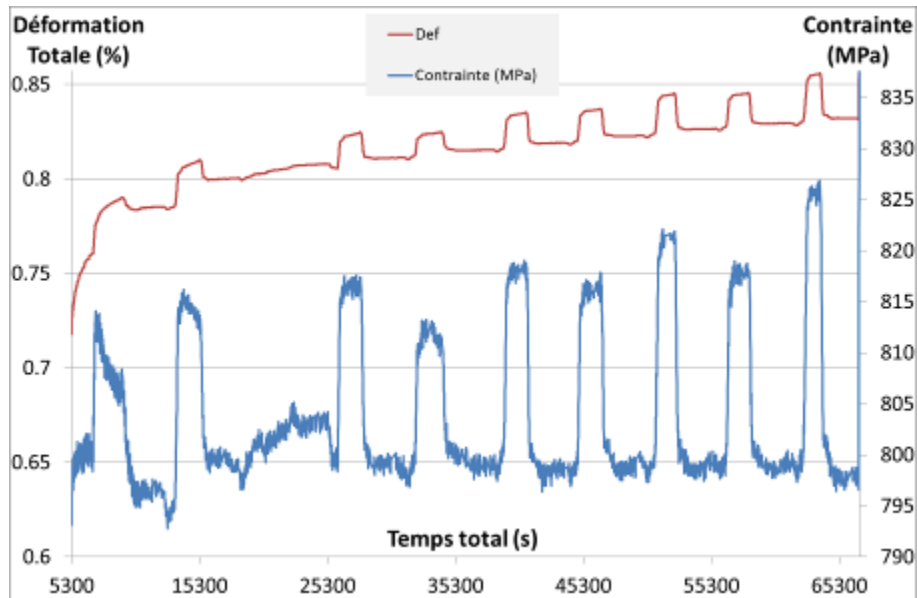


Figure 6-38 Evolution de la contrainte et de la déformation totale durant le palier de 800 MPa

La figure 6-38 présente l'évolution de la contrainte et de la déformation totale durant le palier à 800 MPa. Les fluctuations périodiques de la contrainte dépassent les 25 MPa en amplitude. Elles ont une période de 1 h 36 et une durée de la sur-contrainte d'environ 30 min. Elles proviennent en partie du jeu dans les engrenages de la micromachine, qui n'est pas conçue pour inverser rapidement le sens de sollicitation afin de maintenir une charge constante.

Ces fluctuations de la contrainte se répercutent directement sur la déformation totale. Chaque sur-contrainte induit une augmentation provisoire de la déformation totale.

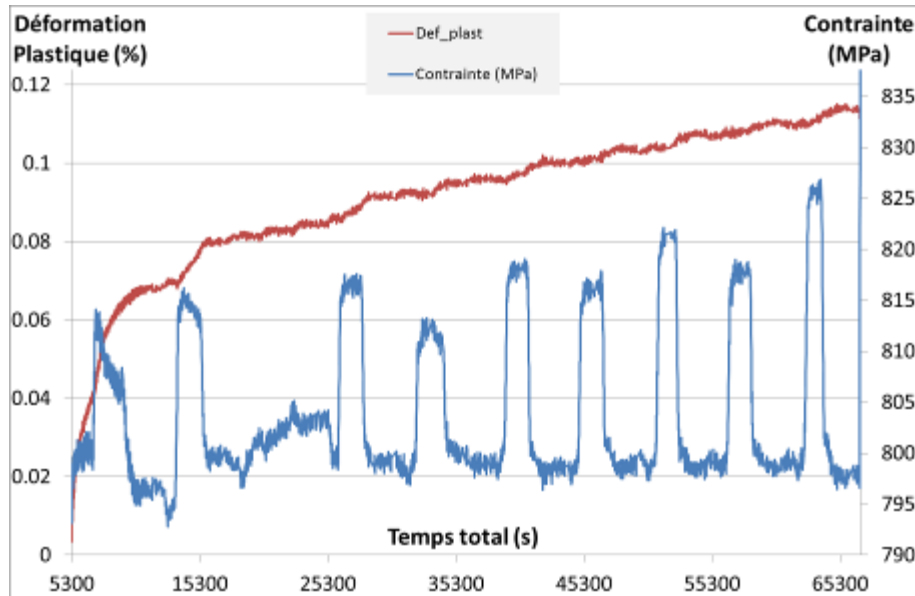


Figure 6-39 Evolution de la contrainte et de la déformation plastique durant le palier de 800 MPa

Si le niveau de déformation totale est ainsi significativement perturbé par les fluctuations de contrainte, la déformation plastique reste peu sensible comme le montre la figure 6-39. Uniquement les deux premières fluctuations de contrainte ont pour conséquence une augmentation significative de la déformation plastique. A partir de ce stade, les sur-contraintes, qui restent tout de même très modérées, ne semblent plus avoir d'effet important sur la déformation plastique. Globalement on considérera que la déformation plastique macroscopique évolue comme si la contrainte était effectivement constante.

4.2 Suivi des bandes de glissement

4.2.1 Morphologie des bandes de glissement

Pour cet essai de fluage *in situ*, uniquement sept zones ont été suivies. Ce nombre est plus faible comparé à l'essai de traction *in situ*. La déformation induite par la sollicitation de fluage évoluant plus rapidement, une observation régulière des zones est nécessaire ce qui limite effectivement le nombre de zones possibles à étudier. Néanmoins, un grand nombre de bandes de glissement ont pu être repérées et suivies. Le système de glissement activé pour chaque bande a été identifié. De manière similaire à l'essai de traction, les systèmes de glissement de types prismatique, basal et pyramidal ont été activés. Cependant, vu le faible nombre de bandes suivies, les statistiques de répartition des systèmes ne sont probablement pas représentatives et ne sont donc pas présentées ici.

Les remarques pouvant être faites sur la morphologie du glissement dans les différents types de microstructure sont similaires à celles faites pour l'essai de traction.

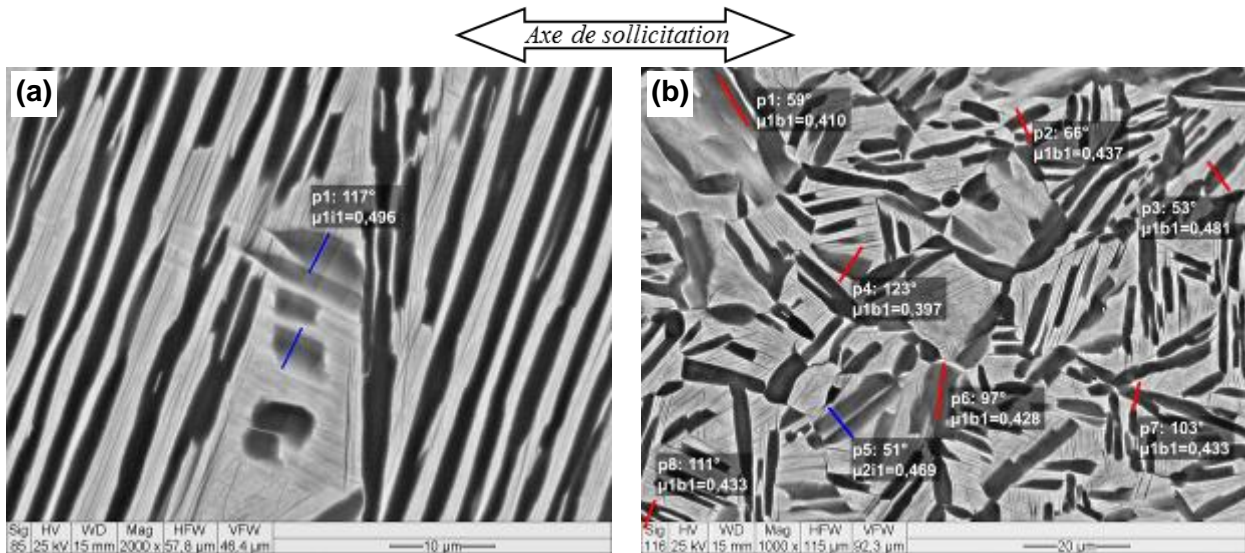


Figure 6-40 Bandes de glissement dans les lamelles enchevêtrées

La figure 6-40 (a) correspond à une image à plus fort grandissement de l'image figure 6-36 (a). Des bandes de glissement se développent dans quelques lamelles enchevêtrées à côté d'une colonie elle-même non déformée. De la même manière, des bandes de glissement apparaissent dans les lamelles d'une microstructure enchevêtrée présentée en figure 6-40 (b). Les systèmes de glissement identifiés ici sont indiqués par des traits rouges pour le système basal et des traits bleus pour le prismatique. Les bandes de glissement sont relativement courtes, confinées dans les lamelles α .

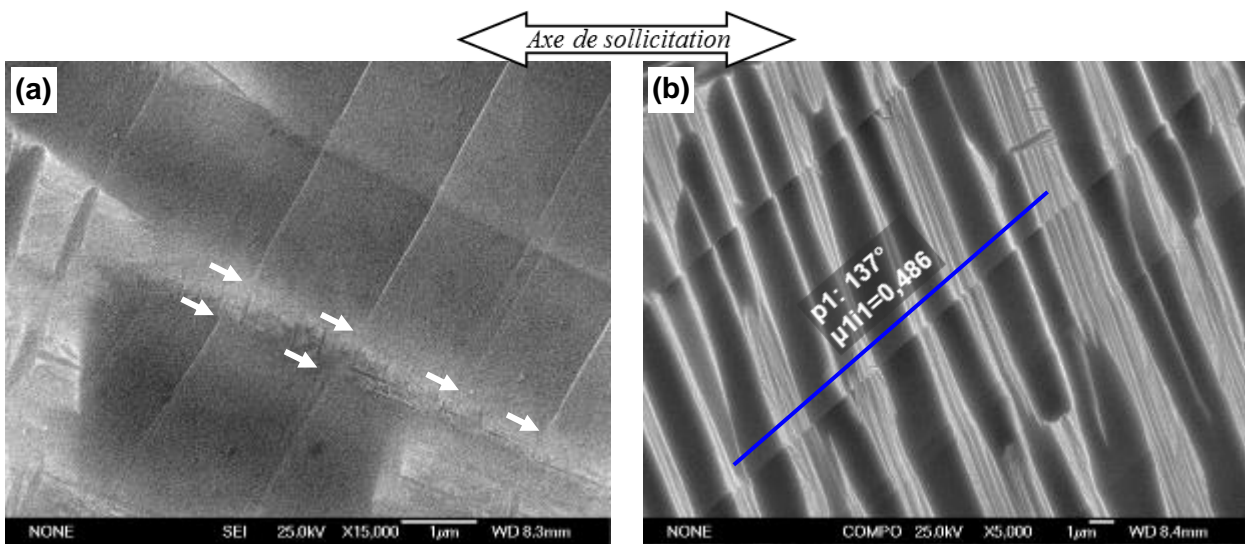


Figure 6-41 Cisaillement de la phase β

La figure 6-41 confirme bien cette observation. Dans le cas de lamelles isolées ou enchevêtrées, cas illustré par la figure 6-41 (a), les bandes de glissement ne traversent pas aisément l'interface α/β . Il n'y a pas de transmission directe de la déformation plastique à la phase β , les zones d'interfaces pointées par des flèches sur la figure 6-41 (a) jouent un rôle partiel de barrière microstructurale à la

transmission des bandes de glissement. Par contre, dans le cas de grandes colonies ou de plumes comme sur la figure 6-41 (b), il y a continuité des bandes de glissement à travers la phase β . La déformation plastique peut ainsi se propager sous la forme de bandes de glissement sur des distances bien supérieures, notamment durant un palier de fluage. L'analyse détaillée de ces bandes montre en outre un cisaillement non négligeable de l'interface complexe β + fines lamelles α secondaires (figure 6-41 (b)). Cette observation régulière ne permet cependant pas d'évaluer quantitativement localement le niveau de déformation assuré par l'activité de ces bandes.

4.2.2 Nombre de bandes de glissement

Les zones enchevêtrées se distinguent également des colonies et des plumes par le nombre d'apparition des bandes de glissement, comme cela est illustré par les figure suivantes.

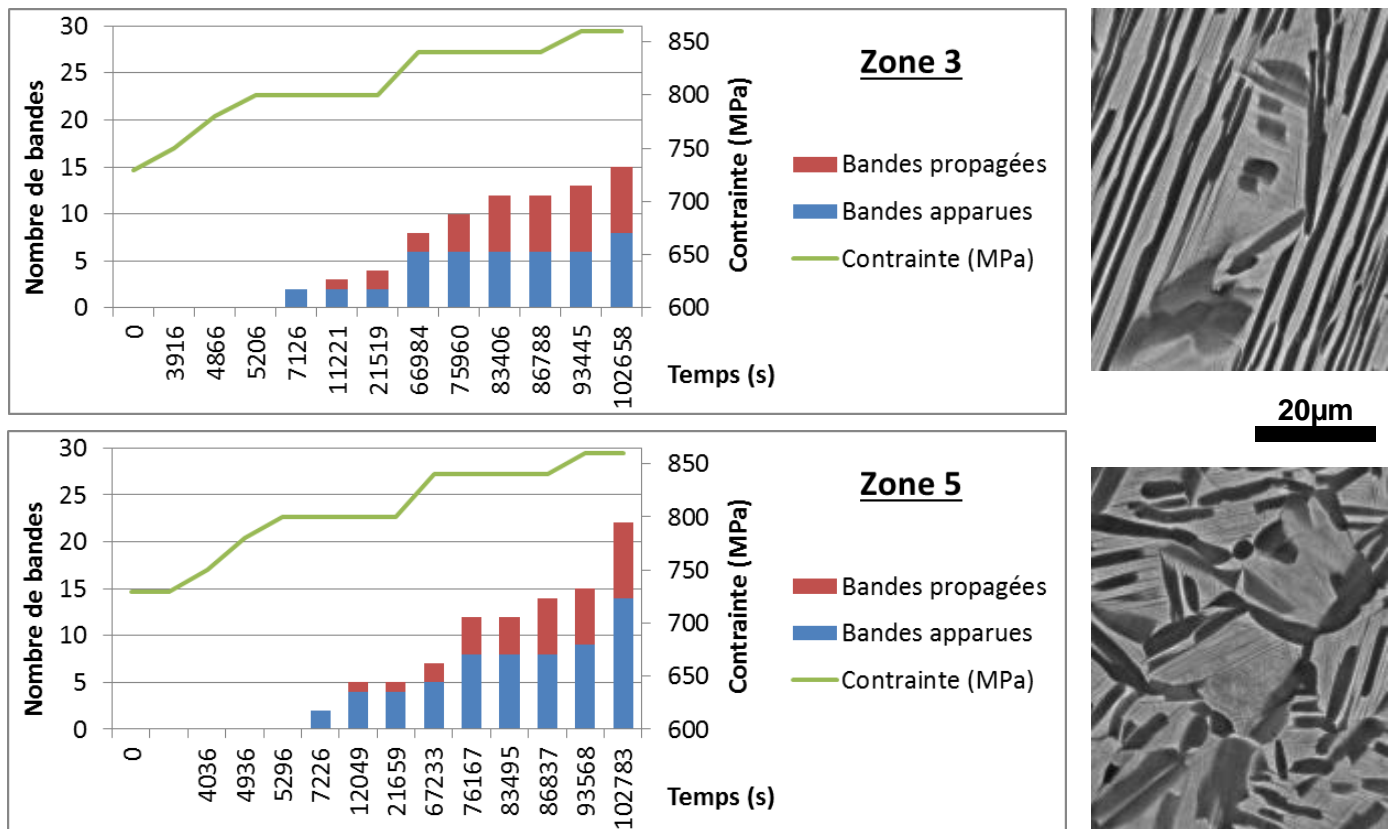


Figure 6-42 Comptage des bandes de glissement dans les lamelles enchevêtrées

La figure 6-42 présente les résultats d'analyse des images MEB correspondant au suivi de deux zones. La zone 3, déjà étudiée précédemment correspond à une colonie ne se déformant pas ou peu malgré un fort facteur de Schmid. Cependant, au sein de cette colonie se trouve des lamelles enchevêtrées plus petites qui se déforment. La zone 5 correspond à une zone entièrement enchevêtrée de petites et grandes lamelles. Un extrait de l'image MEB est ajouté à côté du graphique correspondant à chaque zone. Ce graphique présente le comptage des bandes de glissement apparaissant et se

propageant à chaque étape. Une barre du graphique correspond à une image MEB et la hauteur de la barre indique en bleu le nombre de bandes de glissement présentes sur l'image. Les barres rouges empilées recensent les activités plastiques cumulées par propagation de bandes de glissement. Ces propagations correspondent essentiellement à la prolongation d'une bande de glissement, soit au sein d'une même lamelle de phase α , soit au travers des interfaces dans les lamelles parallèles de la même colonie. L'intensification des bandes a été comptabilisée lorsqu'elle est évidente. Cependant, ce type de propagation est parfois difficile à évaluer une fois la bande de glissement bien établie. L'appréciation de l'activité dépendant significativement des variations de niveaux de gris et de contraste d'une image MEB à l'autre. L'empilement des deux barres pourrait correspondre à une activité plastique totale constituée de la création des nouvelles bandes et de la propagation d'anciennes. Afin de mieux décrire cette activité, chaque graphique reporte en abscisse le temps total de l'essai et une courbe verte indique le niveau de contrainte.

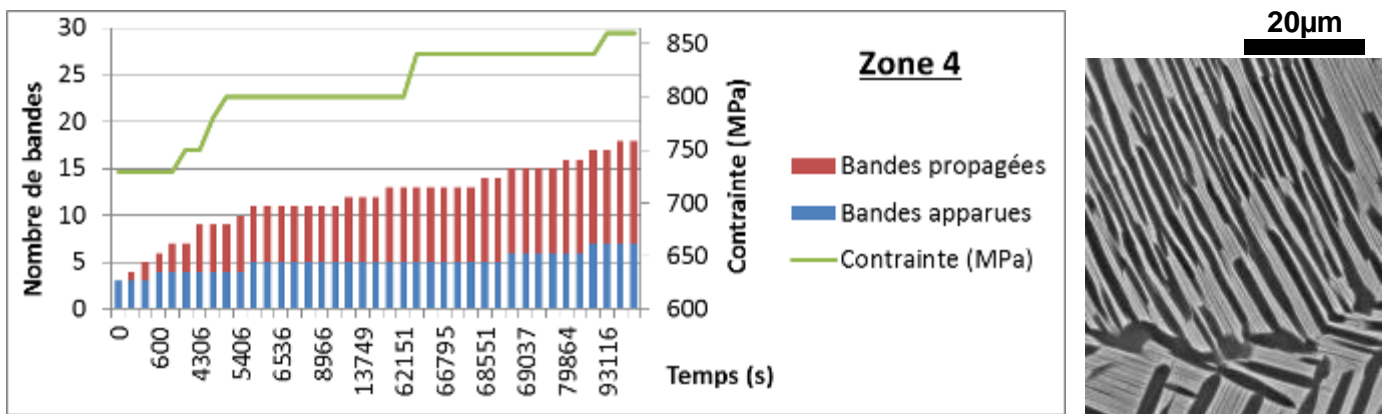


Figure 6-43 Comptage des bandes de glissement dans la plume

La figure 6-43 présente l'évolution du nombre de bandes de glissement au sein de la grande colonie constituant la petite plume en zone n°4. Cette zone a été intensivement imagée comme en témoignent les nombreuses barres du graphique. Pour précision, les trois zones ont été suivies au même grandissement. Le comptage des bandes de glissement s'effectue donc toujours sur la même aire et le nombre de bandes de glissement peut être assimilé à une densité surfacique.

La comparaison des deux figures précédentes permet de dire qu'un nombre plus important de bandes de glissement se développent dans les zones enchevêtrées que dans la plume. La zone n°3 contient, en cinq lamelles, tout autant de bandes de glissement que toutes les lamelles de la colonie de la plume. Dans le cas de la zone n°5 enchevêtrée, encore plus de bandes de glissement ont été trouvées à la fin de l'essai. En effet, la zone enchevêtrée contenant plus de lamelles d'orientations cristallographiques diverses, de nombreux systèmes de glissement différents peuvent y être activés. A

l'inverse, dans une colonie, l'orientation cristallographique étant la même pour toutes les lamelles α , un seul système de glissement sera activé.

Au niveau de la propagation, les trois zones sont plus équivalentes, même si l'activité plastique dans la plume semble être en plus grande proportion due à la propagation qu'à la création de bandes de glissement. En effet, une bande de glissement apparaissant dans une lamelle d'une zone enchevêtrée est rapidement stoppée par la phase β environnante dans laquelle elle ne peut pas aisément se transmettre. Dans la colonie au contraire, une bande de glissement peut se propager sans difficulté à travers toute la colonie et même plus loin dans le cas d'une plume contenant une deuxième colonie favorablement orientée.

Le point le plus remarquable ressortant des graphiques précédents est la cinétique d'activation. Alors que les premières bandes de glissement n'apparaissent dans les lamelles enchevêtrées qu'à partir du maintien à 800 MPa, la plume en contient dès le premier palier et même avant, puisque la première bande de glissement observée, uniquement à l'écran du MEB (difficulté de mise en évidence sur une image numérisée), est apparue à 710 MPa. L'activité plastique dans la plume augmente ainsi très rapidement dès le début de l'essai. A partir du palier à 800 MPa, la plume continue à se déformer plastiquement mais à une vitesse inférieure. Pour les lamelles enchevêtrées, après s'être initiée plus tardivement, l'activité plastique augmente également rapidement, voire plus rapidement pour la zone n°5. Ainsi, dans cette zone, le niveau final atteint est le plus important. Cependant, la plume est probablement l'élément le plus déformé. En effet, la déformation plastique n'est ici quantifiée qu'en nombre de bandes. Il faudrait « pondérer » cette activité par la distance sur laquelle elle agit pour retrouver un équivalent de la déformation macroscopique. Dans une plume, la longueur des bandes de glissement est de l'ordre de 100 μm . Dans les zones 3 et 5, les bandes de glissement les plus longues mesurent seulement environ 10 μm . Un autre paramètre important à prendre en compte mais difficile à déterminer par ce type d'analyse serait le nombre de dislocations ayant réussi à se propager.

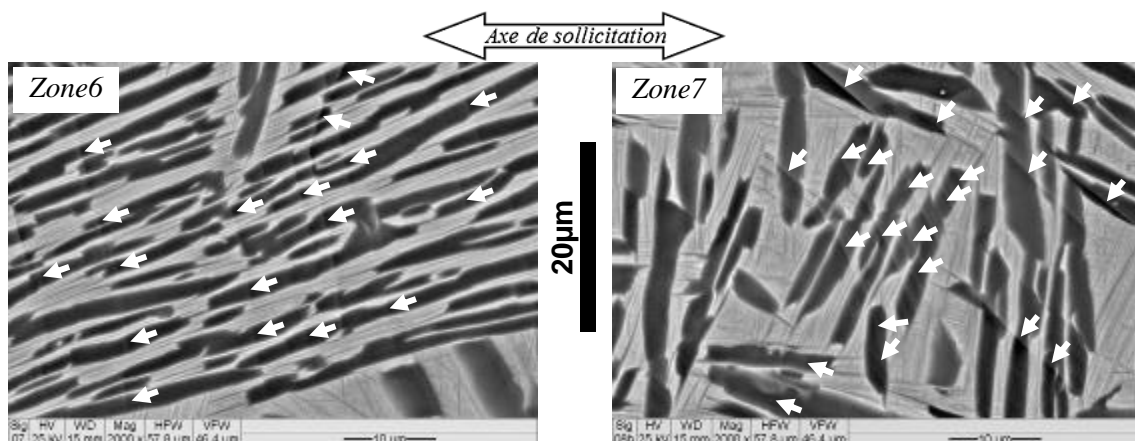


Figure 6-44 Autres zones suivies tard dans l'essai

Le même comptage des bandes de glissement a été réalisé pour deux autres zones (cf. figure 6-44). Cependant, ces zones n'ont été suivies qu'à partir du palier de 800 MPa et les données acquises ne permettent pas la construction de graphiques aussi complets que les précédents.

4.3 Transmission du glissement entre les phases α et β



Figure 6-45 Détail de la cartographie EBSD au-dessus de la plume, code couleur IPF selon la normale à la surface

La figure 6-45 montre un extrait de la cartographie EBSD réalisée après l'essai autour de la plume suivie en zone n°4. Le rectangle noirci sur cette cartographie correspond aux traces de contamination laissées durant les multiples balayages et indique ainsi la zone suivie durant l'essai. Les traits jaunes représentent les traces des plans prismatiques. L'une de ces traces coïncide avec les bandes de glissement apparues et confirme ainsi l'identification du système de glissement indiqué en figure 6-41 (b). Cette zone de la cartographie a servi à l'identification de l'orientation cristallographique de la phase β . En effet, la colonie supérieure de la plume ainsi que les colonies et lamelles se trouvant juste à côté ont crû au sein du même ex-grain β . Il est ainsi possible grâce à la relation d'orientation de Burgers de remonter dans ce cas à l'orientation cristallographique de la phase β en connaissant uniquement celle de la phase α .

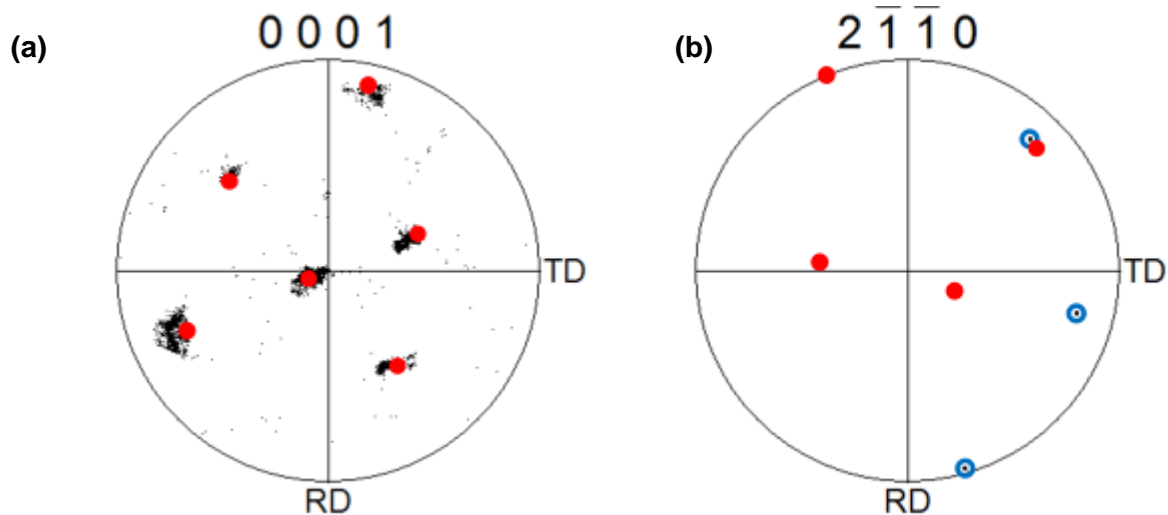


Figure 6-46 Identification de l'orientation cristallographique de l'ex-grain β

La figure 6-46 (a) montre l'identification de l'orientation β à partir de l'orientation de six variants α . Les points noirs sur cette figure de pôles correspondent aux plans $\{0001\}$ de la phase α . Superposés se trouve en rouge les pôles $\{110\}$ de l'orientation cristallographique β identifiée : $\varphi_1 = 268^\circ$, $\Phi = 39^\circ$ et $\varphi_2 = 276^\circ$.

La figure 6-46 (b) montre la superposition de deux figures de pôles. En rouge les pôles $\langle 111 \rangle$ de l'orientation β identifiée et en bleu les pôles $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ de la colonie supérieure de la plume dans laquelle les bandes de glissement ont été observées. La direction $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ dans le quadrant supérieur droit est la direction de glissement active. Cette direction est très proche d'un des pôles $\langle 111 \rangle$. Il apparaît ainsi que cette configuration est favorable à une transmission aisée de la déformation d'une phase à l'autre. Ceci pourrait expliquer l'activité plastique précoce et importante dans cette plume.

Un des principaux résultats de cet essai de fluage *in situ* a été de montrer que les plumes sont sensibles au maintien de la charge, i.e. à une sollicitation de type fluage. Elles se déforment plus tôt, plus vite et donc davantage.

5 Essai dwell in situ sous MEB

5.1 Présentation de l'essai

Un dernier essai *in situ* a été réalisé. Il s'agit d'un essai dwell sous MEB. L'utilisation de la micromachine de traction pour cet essai impose quelques limitations dans la réalisation de l'essai.

Le mode cyclique permet des cycles trapézoïdaux symétriques. Il y a donc également une phase de maintien à charge minimale comme cela est schématisé en figure 6-47. Durant ces phases, le moteur de la micromachine est arrêté. Il est important que le niveau de contrainte lors de ce maintien soit assez faible pour éviter tout effet de relaxation. La contrainte minimale choisie est de 300 MPa ce qui permet de stopper toute déformation plastique et en même temps de raccourcir les durées des phases de chargement et de déchargement. En effet, la micromachine de traction *in situ* ne permet pas l'asservissement en vitesse de chargement mais uniquement en vitesse de déplacement des traverses. La contrainte maximale appliquée durant cet essai est de 800 MPa. Compte-tenu des résultats de l'essai de fluage *in situ*, ce niveau de chargement suffit pour activer la plasticité dans les plumes et les zones enchevêtrées.

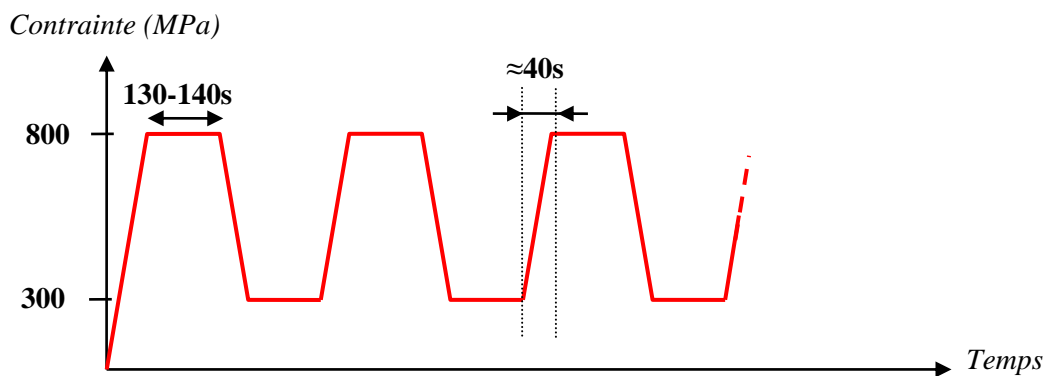


Figure 6-47 Chargement schématisé de l'essai dwell

La faible réactivité de la micromachine provoque un temps de maintien plus long que celui réellement demandé. En moyenne, ce dernier est de 140 s. Les durées de la montée et de la descente en charge d'environ 40 s sont également plus longues que pour les essais dwell classiques réalisés dans ce travail sur une « macro »-machine électromécanique. Ainsi, il n'est possible d'effectuer que 10 cycles par heure sous MEB, contre presque 30 sur « macro »-machine.

Par ailleurs, des dépassements de la consigne sont observés. Comme pour l'essai de fluage *in situ*, une sur-contrainte de 30 MPa est régulièrement relevée au début de la phase de maintien à 800 MPa.

Malgré ces difficultés expérimentales, il a été possible de réaliser plusieurs dizaines de cycles dwell *in situ*. Des arrêts pour observations entre les cycles ont été marqués. La liste de cycles, après lesquels des images MEB dans les huit zones suivies ont été acquises, est donnée en tableau 6-5.

<i>N° de cycle</i>
<i>1</i>
<i>2</i>
<i>3</i>
<i>5</i>
<i>10</i>
<i>30</i>
<i>41*</i>

Tableau 6-5 Etapes de l'essai *in situ* dwell

La dernière étape de l'essai ne correspond pas exactement à des observations réalisées au 41^{ième} cycle dwell. En effet, après l'étape du 30^{ième} cycle, la micromachine a correctement effectué dix cycles supplémentaires. Au 41^{ième} cycle le moteur s'est bloqué et la charge a été maintenue à 837 MPa pendant environ 13 h 45. Le 41^{ième} cycle est donc un cycle dwell extrêmement long.

5.2 Suivi de différentes zones

Huit zones de la microéprouvette 1D7 ont été suivies, la plupart à faible grandissement de x400 ou x800. Afin de mieux compter et suivre l'évolution des bandes de glissement, des images de détail au sein des zones sont acquises à x1 000, x2 000 et x3 000.

Ainsi, deux zones de type plume, une zone de grande colonie et quatre zones de lamelles enchevêtrées ont été observées et suivies. La figure 6-48 permet de positionner approximativement les zones suivies sur la cartographie EBSD, codée en IPF selon l'axe de sollicitation.

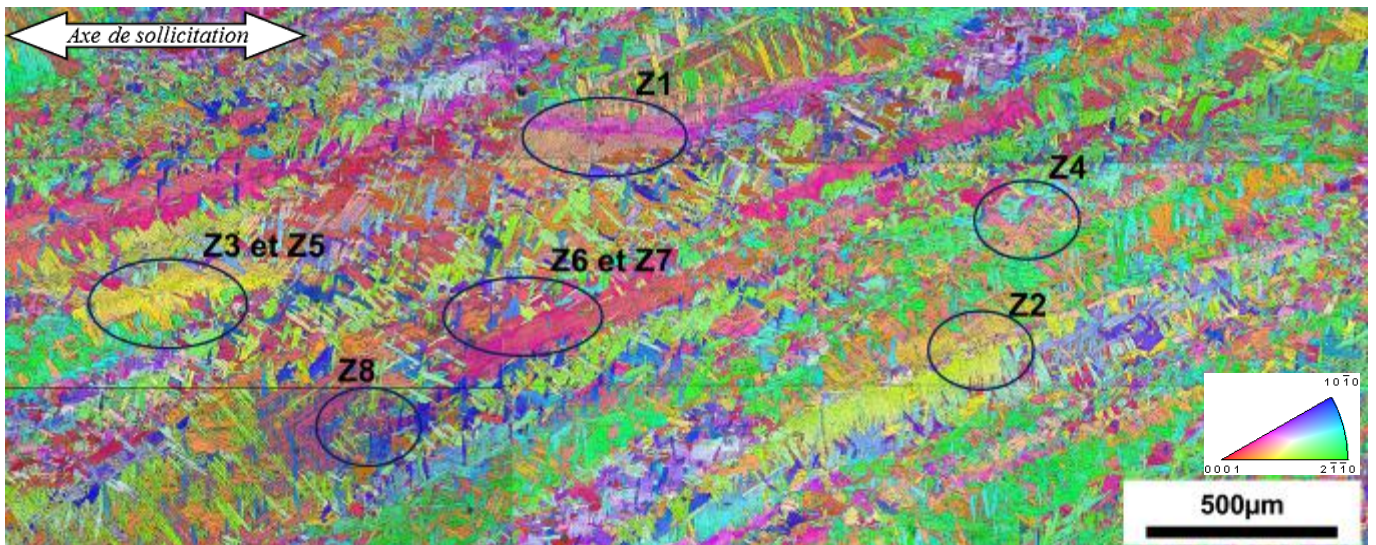


Figure 6-48 Cartographie EBSD d'ensemble avec indication des zones suivies in situ en dwell, code couleur IPF selon l'axe de sollicitation

Le comptage des bandes de glissement dans chacune des zones est présenté sur les quatre figures suivantes. Ces figures montrent une image MEB de chaque zone et un graphique. De la même manière que précédemment, l'activité plastique est estimée par un comptage des bandes apparaissant et des bandes se propageant à chaque étape de l'essai. Ces nombres sont représentés dans un histogramme cumulé. Les barres bleues, correspondant au nombre de bandes de glissement apparues, sont empilées avec les barres rouges indiquant une propagation des bandes. Afin de pouvoir comparer les différentes zones imagées à différents grandissements, le nombre de bandes est corrigé par la surface d'observation, i.e. l'aire de l'image.

Certaines zones ne sont suivies qu'à partir du cycle n°2. Ceci est alors indiqué sur les graphiques concernés par une croix dans la colonne du cycle n°1.

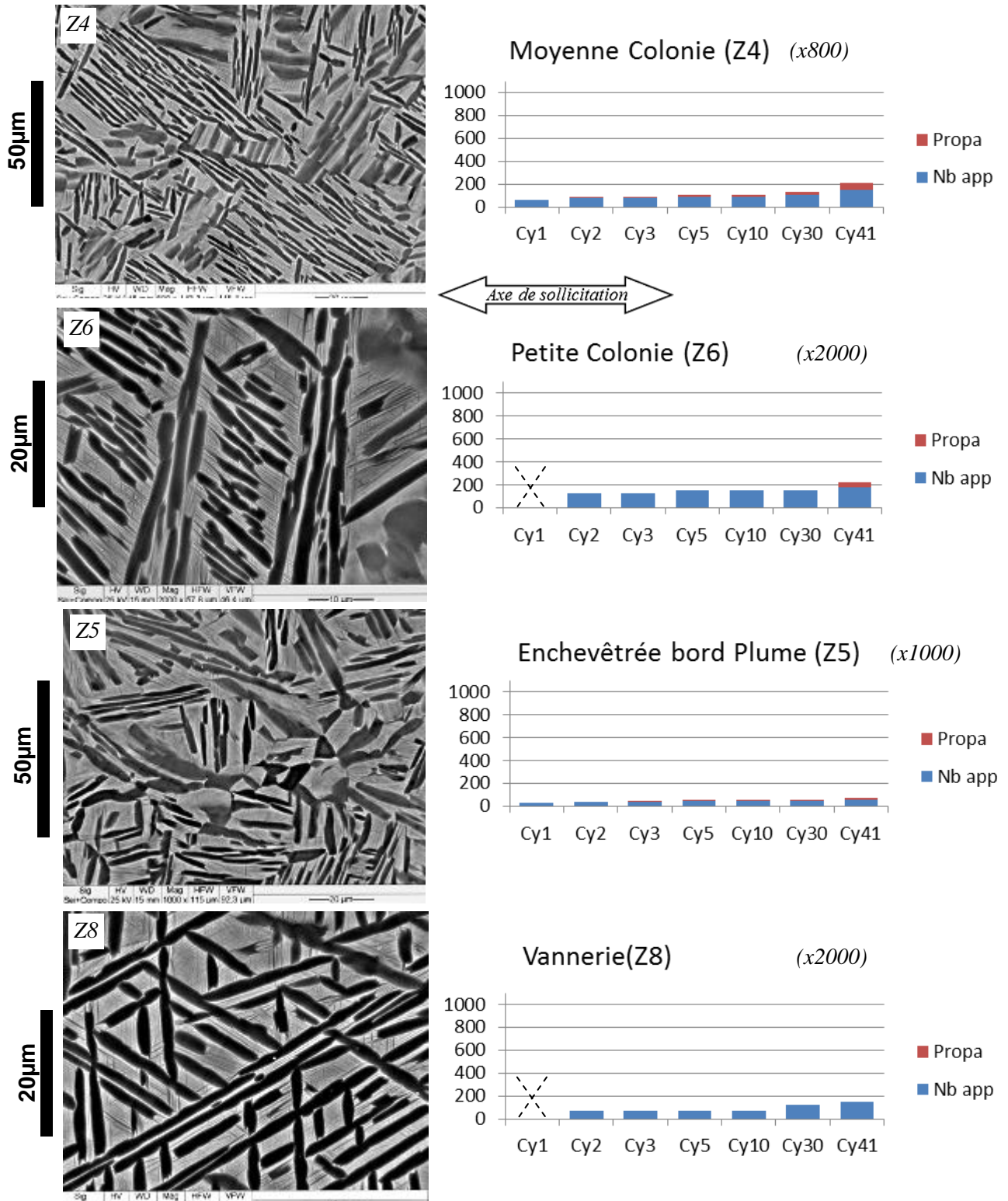


Figure 6-49 Activité plastique en dwell en dehors des grandes colonies et plumes

La figure 6-49 ci-dessus regroupe les résultats établis pour quatre zones, enchevêtrées ou de petites colonies. La zone n°4 est une colonie de moyenne taille, de moins de 50 µm en diamètre. Cette colonie est entourée de lamelles isolées enchevêtrées ou regroupées en colonies de quelques lamelles. La zone n°6 est une colonie encore plus petite et pareillement entourée de lamelles enchevêtrées. Les zones n°5

et n°8 ne contiennent que des lamelles enchevêtrées. Pour la zone n°8, ces lamelles sont cependant organisées en vannerie. La zone n°5 se trouve à proximité de la plume décrite plus loin en zone n°3.

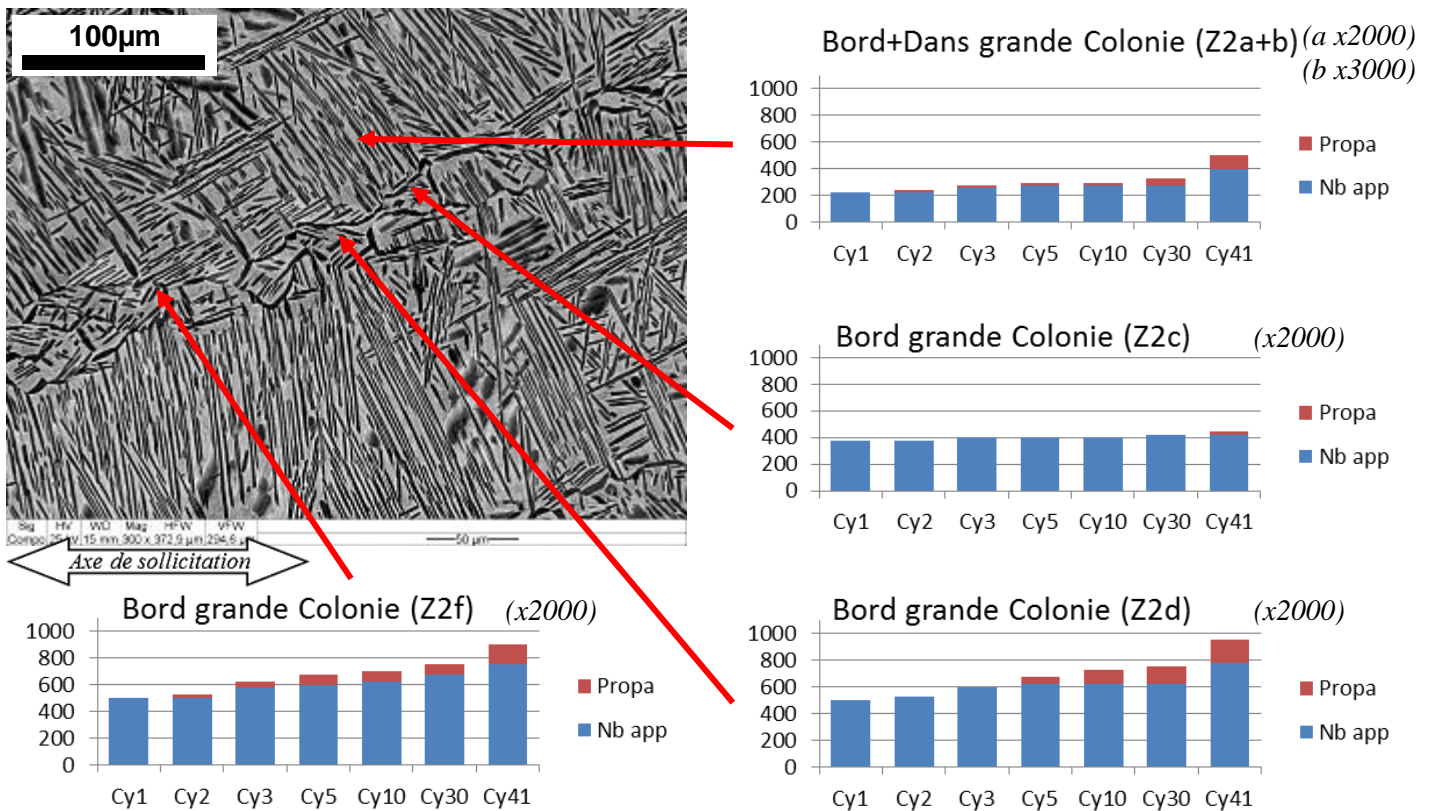


Figure 6-50 *Activité plastique en dwell au sein et autour de grandes colonies en zone suivie n°2*

La figure 6-50 présente quant à elle le suivi de la zone n°2 contenant plusieurs grandes colonies. Les images sont acquises à plus fort grandissement. En particulier, une colonie (zone Z2a+b), le bord de cette colonie (zones Z2c et Z2d) et le bord de l'autre grande colonie présente (zone Z2f) sont suivis.

Les deux figures 6-51 et 6-52 suivantes permettent d'estimer l'activité plastique au centre et autour de deux plumes.

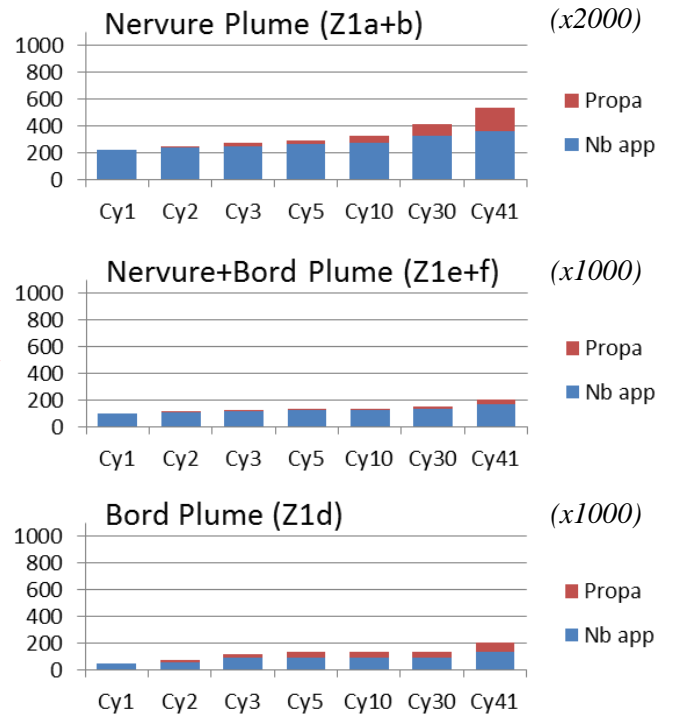
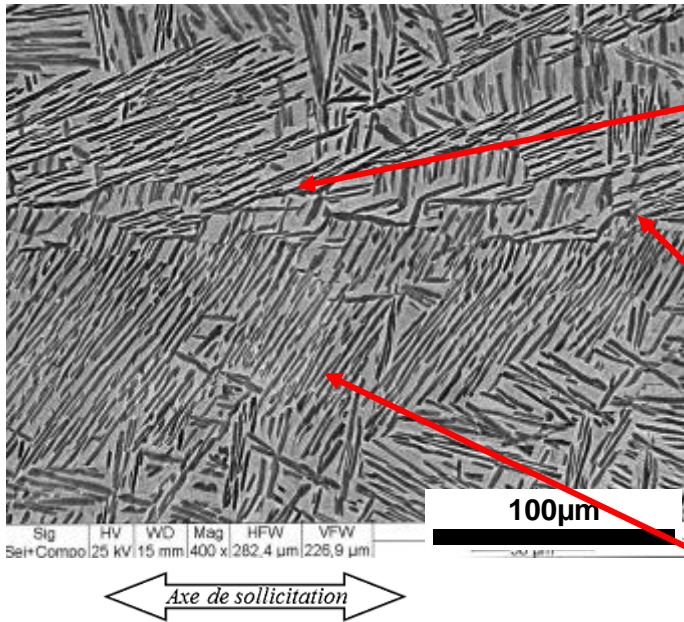


Figure 6-51 Activité plastique en dwell au sein et autour de la plume en zone n°1

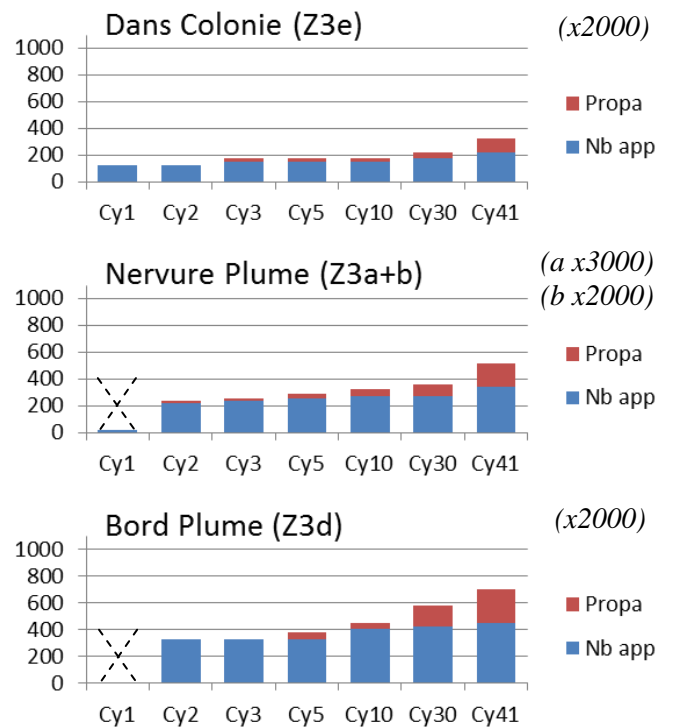
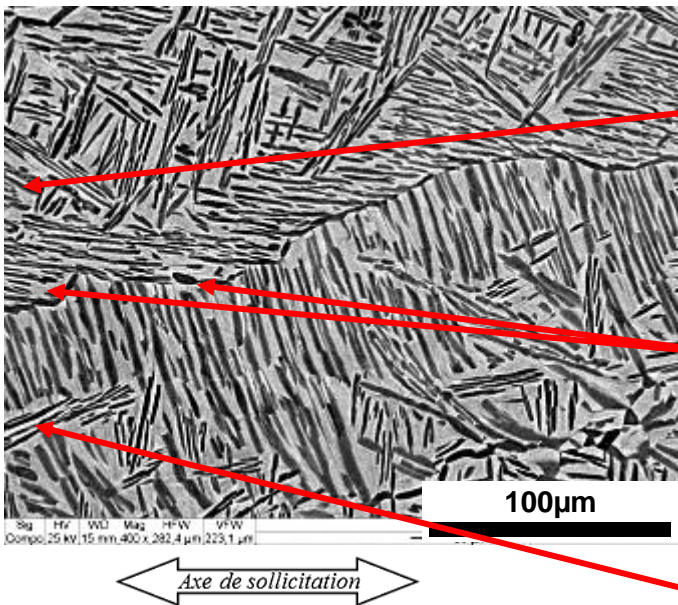


Figure 6-52 Activité plastique en dwell au sein et autour de la plume en zone n°3

5.3 Analyse des activités plastiques en fonction de la microstructure

Les graphiques précédents mettent en évidence que le nombre de bandes de glissement est significativement moins grand dans les zones enchevêtrées, et ceci à chaque étape de l'essai. Il est particulièrement faible dans les zones très enchevêtrées, comme les zones n°5 et 8. Lorsque les lamelles sont plus regroupées, le nombre de bandes de glissement augmente légèrement.

Lorsque les lamelles forment des colonies de taille importante, comme en zone n°2, le nombre de bandes de glissement est très grand, en particulier dans les colonies et en bord de certaines colonies. La déformation aux bords d'une colonie pourrait correspondre à une zone d'accommodation entre la colonie et les lamelles enchevêtrées environnantes.

Dans le cas des plumes, le nombre de bandes de glissement est également élevé. Cependant, l'activité plastique diminue vers les bords de la plume en zone n°1. Pour les deux plumes suivies, l'activité plastique est importante au centre des plumes, sur la nervure entre les colonies constituant la plume. Lorsqu'une petite colonie est adjacente à la plume comme dans l'exemple de la plume en zone n°3, cette colonie peut également développer un grand nombre de bandes de glissement.

D'une manière générale, la déformation dans les colonies est très grande dès le premier cycle. De plus, l'activité plastique y augmente plus vite durant l'essai. Dans les zones enchevêtrées, la majorité de l'activité plastique se fait par création de nouvelles bandes de glissement. Dans les colonies et encore un peu plus dans les plumes, la propagation joue un rôle important.

De plus, pour les colonies et les nervures de plumes, la dernière étape de l'essai semble être un peu plus marquée que pour les zones enchevêtrées. Etant donné que cette étape correspond pour une part importante à du fluage, cela pourrait indiquer que la structure en colonies favorise la déformation plastique durant le fluage.

6 Conclusions

Les différences de déformation locale qui sont observées dans ces expériences développées *in situ* peuvent être attribuées à la microstructure lamellaire du matériau. En particulier les hétérogénéités de type colonies et de façon plus marquée de type plumes sont au centre des zones les plus déformées. Ceci tient d'une part à la structure morphologique associée à ces configurations mais également aux aspects cristallographiques. Ces deux formes d'hétérogénéités favorisent une amplification de la déformation microscopique à travers une propagation de la déformation plastique de lamelle en lamelle et de colonie en colonie au sein des plumes. Les expériences réalisées ont montré que ces microstructures spécifiques sont plus sensibles au fluage que les zones enchevêtrées.

7 Perspectives : essais sur des éprouvettes précyclées déjà existantes

Les essais réalisés *in situ* sont arrêtés à un taux de déformation relativement faible. Certes les observations du chapitre 3 sur les essais macroscopiques ont montré que les premiers cycles dwell sont déterminants en termes de comportement ultérieur et de durée de vie. Il est cependant difficile de juger du degré de représentativité des essais qui ont été réalisés *in situ*.

Des études « en milieu de durée de vie » pourraient être réalisées. Pour cela, il serait nécessaire de poursuivre un certain nombre d'essais. Par exemple, reprendre la microéprouvette sollicitée en dwell *in situ*, la solliciter *ex situ* en dwell sur une « macro »-machine et observer l'évolution des traces de plasticité à plus grand nombre de cycles.

Synthèse et perspectives

Les alliages de titane présentent une métallurgie plus complexe que les alliages d'aluminium, de nickel ou encore les aciers classiques. L'étude bibliographique menée permet de décrire les différentes microstructures typiques des alliages de titane, leur mode d'obtention et les modes de déformation associés. Ces aspects sont au cœur de la problématique dwell. Depuis la découverte de ce phénomène il y a plus de 40 ans, de nombreuses études ont examiné l'influence de la composition chimique, de la teneur en hydrogène, du type de microstructure, des paramètres d'essai et les mécanismes de rupture. L'origine fondamentale de l'effet dwell reste incertaine et n'est pas l'objet central de la présente étude.

Ce travail de thèse a permis de caractériser à différentes échelles les liens entre la déformation et/ou l'endommagement, et la microstructure dans le cas de l'alliage de titane Ti6242 purement lamellaire. Pour cela, des essais spécifiques utilisant des éprouvettes de différentes tailles, en partie instrumentées par des jauges de déformation, ont été mis en place.

A l'échelle macroscopique, les durées de vie obtenues en fatigue et en fatigue-dwell confirment la présence d'un effet dwell marqué sur le matériau testé. Un abattement d'un facteur d'environ 10 peut être observé, surtout à contrainte élevée. Les évolutions de la déformation sont souvent caractéristiques des paramètres d'essai (type d'essai, temps de maintien, niveau de contrainte...) et des résultats (durée de vie à rupture). Il apparaît ainsi que les premiers cycles de sollicitation permettent de donner des indications sur l'évolution ultérieure de la déformation. Par ailleurs, un changement du mode de sollicitation après les premiers cycles semble conduire à une augmentation de la durée de vie.

L'observation des faciès de rupture révèle bien des plumes dans la zone d'amorçage des fissures. Les orientations spatiale et cristallographique des facettes de quasi-clivage, légèrement désalignées par rapport à la direction de sollicitation, permettent probablement une activité plastique par glissement de dislocations. Ceci est confirmé par des mesures de relief formé en présence de plumes en surface du fût d'éprouvette.

La microstructure apparaissant comme un élément clé de la problématique devait être quantifiée. A cette fin, un outil de traitement d'images basé sur la transformée de Fourier rapide a été développé. Contrairement aux précédents algorithmes, il permet d'identifier et de caractériser quantitativement les éléments microstructuraux particuliers que sont les plumes. Les analyses montrent alors la présence de plumes pouvant atteindre plus de 6 mm en longueur. Les orientations morphologiques et cristallographiques des lamelles α au sein des plumes ne sont pas aléatoires et ne peuvent prendre que certaines valeurs. La répartition des plumes n'est d'ailleurs pas homogène. Dans certaines zones, les plumes sont plus nombreuses et rapprochées les unes des autres.

Les analyses réalisées à l'échelle des microéprouvettes démontrent bien le lien entre les zones présentant des plumes et les zones fortement déformées. Ceci apparaît de manière claire à travers les mesures de relief. Les observations réalisées à l'échelle microscopique des lamelles α permettent d'en identifier l'origine. En effet, à cette échelle, l'orientation cristallographique locale joue un rôle primordial. Les systèmes de glissement observés font intervenir les plans de type basal, prismatique et pyramidal. Le glissement pyramidal, plus fréquent que pour d'autres alliages, participe de manière non négligeable à la déformation. Dans tous les cas, l'activation d'un système de glissement est cohérente avec un fort facteur de Schmid. Les occurrences du glissement sont cependant fortement dépendantes du type de microstructure. En particulier, les zones enchevêtrées conduisent certes à un grand nombre de bandes de glissement mais celles-ci restent très souvent confinées au sein des lamelles α . La transmission de lamelle en lamelle à travers les interfaces de phase β ne se produit que rarement. Les microstructures de type colonie permettent au contraire une propagation des bandes de glissement à travers toutes les lamelles constituant la colonie. Dans le cas des plumes, les configurations cristallographiques particulières autorisent même une continuité de la déformation à travers toutes les colonies constituant la plume. L'activité plastique peut ainsi se développer sur de grandes distances. Par ailleurs, en conditions de fluage, l'activité plastique se produit plus tôt et plus vite dans les plumes. Il en est de même en conditions dwell. Ce type de microstructure favorise donc clairement la déformation dès lors que le chargement contient une composante de type fluage.

Une réduction de l'effet dwell pourrait sans doute être obtenue en évitant la présence des plumes. Il s'agirait de modifier les paramètres du procédé de forgeage et de traitement thermique. Ce travail s'annonce cependant difficile étant donné que « le titane n'oublie rien ». Les structures telles que les plumes sont probablement héritées des différentes étapes de transformation du lingot initial visant à « casser » la structure de solidification, à réduire la taille de grain β et à obtenir une microstructure finale la plus homogène possible. L'outil de traitement et d'analyse d'images mis en place serait alors d'une grande utilité afin de quantifier l'effet des différents paramètres procédé sur les microstructures de type plume. Au sein d'une seule pièce, les taux de déformation, les directions de déformation, les températures, etc. varient fortement et conduisent à des microstructures très diverses dont certaines ne présentent pas de plumes.

D'autres études à envisager concerneraient l'influence de la phase β . En effet, les travaux réalisés par Timothée Duval [25] ont montré que la phase β avait un effet très important sur le comportement mécanique en traction et en fatigue des alliages β -métastables. L'anisotropie élastique de la phase β , directement liée à son orientation cristallographique, influe directement sur la redistribution locale des contraintes et des déformations. Pour les alliages α ou α/β , la fraction volumique de phase β étant très faible, l'hypothèse généralement admise est que la phase β n'a pas d'effet sur les propriétés mécaniques globales. Cependant, à une échelle locale, elle intervient lors de la transmission du

glissement entre les phases. L'effet précis de la phase β en conditions dwell serait à investiguer par des observations MET par exemple. A noter également que d'autres alliages « plus β » tel que le Ti6246 sont considérés moins sensible à l'effet dwell. Des analyses mécaniques et microstructurales comparatives entre alliages permettraient peut être de mieux cerner ce qui gouverne l'aptitude plus ou moins prononcée de cette classe de matériaux à fluer aussi facilement dès la température ambiante.

Annexes

1 Effet des éléments d'alliage

Les éléments d'alliage peuvent être classés en fonction de leur effet stabilisant sur l'une ou l'autre des deux phases. Ils augmentent ou diminuent la température de transformation. Alors qu'il n'existe qu'une seule température de transformation pour le titane pur, les alliages de titane possèdent deux températures caractéristiques : la température de transus α au-dessus de laquelle la phase α commence à se transformer en phase β et la température de transus β au-dessus de laquelle toute la matière est sous forme β [13].

Les éléments dits α -gènes se retrouvent préférentiellement dans la phase α et augmentent la température de transus β . L'élément α -gène principal est l'aluminium. Il permet d'augmenter la résistance en traction et en fluage par durcissement en solution solide de substitution. Cependant une quantité d'aluminium supérieure à 6 % en masse provoque la précipitation de phase α_2 , composé défini Ti_3Al fragilisant l'alliage.

L'oxygène, le carbone et l'azote sont des éléments α -gènes interstitiels présents en faible quantité. Ils permettent d'augmenter la résistance en traction mais diminuent la ductilité (cf. figure 8-1). L'oxygène réduit de plus la solubilité de l'aluminium et favorise donc la précipitation de Ti_3Al [134], [135]. Une forte concentration en oxygène peut réduire la résistance à l'amorçage de fissures en fatigue due à l'effet sur l'activité de glissement [16]. La concentration en oxygène peut être localement augmentée par une exposition à une haute température [113]. Les alliages ELI (« Extra Low Interstitial ») pauvres en oxygène permettent d'augmenter la ténacité sans grande perte de résistance en traction et en fatigue. Ils sont particulièrement adaptés pour des applications cryogéniques [13].

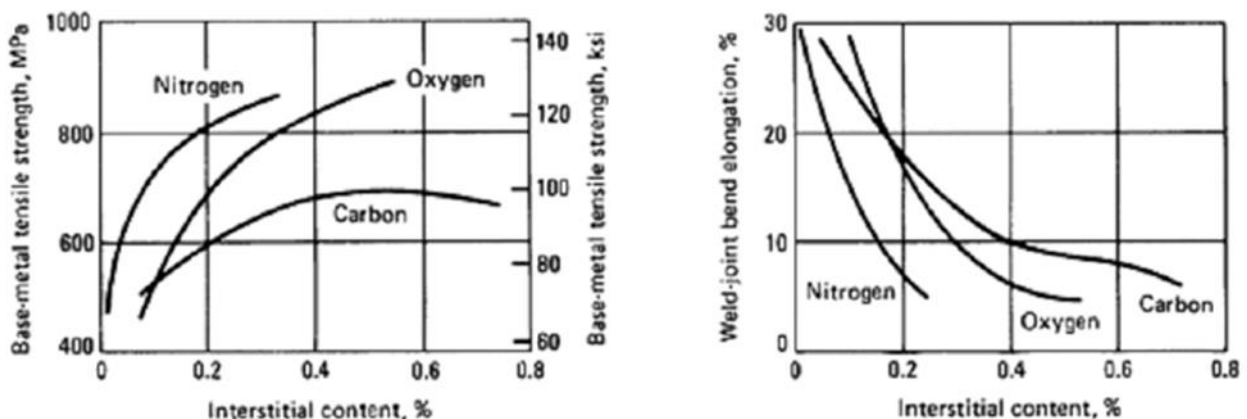


Figure 8-1 Effet d'éléments interstitiels sur la résistance mécanique et la ductilité du titane non-allié [13]

D'autres éléments comme le bore, le gallium, le germanium et certaines terres rares sont également α -gènes mais ne trouvent pas ou peu d'applications industrielles [1].

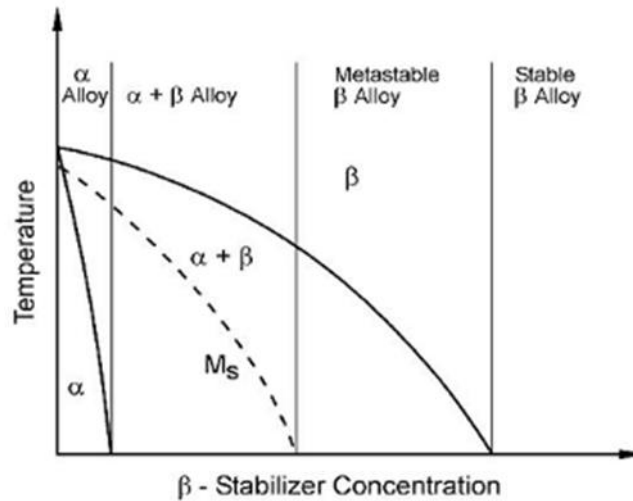


Figure 8-3 Diagramme de phase schématique (cas d'éléments β -gènes isomorphes) [1]

Weiss [136] propose le calcul d'une teneur équivalente en aluminium et molybdène selon les formules suivantes (cf. équation 8-1) :

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

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

Équation 8-1 Calcul de l'aluminium et du molybdène équivalents

A partir de ces teneurs équivalentes, il est possible de distinguer 5 types d'alliages :

Les alliages α : $[Al]_{eq} < 8$ et $[Mo]_{eq} < 1$. La teneur en éléments β -gènes est trop faible pour retenir de la phase β à température ambiante et la teneur en éléments α -gène doit rester limitée pour éviter la formation de précipités Ti_3Al fragilisant l'alliage. La faible teneur globale en éléments d'alliages rend cette classe d'alliage insensible aux traitements thermiques. Les propriétés mécaniques sont inférieures à celles des autres types d'alliages. Cependant, les alliages α ont une excellente soudabilité [1].

Les alliages quasi- α : $8 < [Al]_{eq} < 10$ et $[Mo]_{eq} < 2$. En plus des éléments α -gènes, une faible quantité d'éléments β -gènes permet de retenir quelques pourcents de phase β à température ambiante. Les propriétés mécaniques restent semblables à celles des alliages α . La ductilité est légèrement améliorée.

Les alliages α et quasi- α ont une température de transformation allotropique supérieure ou égale à celle du titane pure. Ils ont la meilleure résistance en fluage parmi toutes les classes d'alliages de titane. Par exemple des alliages comme l'IMI 829, le Ti1100 et le Ti6242 sont utilisables pour des applications « haute-température », jusqu'à 580 °C. De plus les alliages α peuvent être utilisés à des températures cryogéniques en raison de l'absence de transition ductile-fragile contrairement aux alliages β . Ils ont cependant une forgeabilité moindre comparée aux alliages β ce qui favorise

l'apparition de défauts durant les différentes phases de mise en forme. Ils sont également moins sensibles à un durcissement par traitements thermiques que les alliages β [13], [69].

Les alliages α/β : $5 < [Al]_{eq} < 10$ et $2 < [Mo]_{eq} < 8$. Les éléments α -gènes et β -gènes sont présents en quantité suffisante pour obtenir un large domaine $\alpha+\beta$. Ceci permet de retenir entre 5 et 20 % de phase β à température ambiante. Parmi ces alliages on trouve le Ti64, l'alliage commercial le plus répandu. Ils ont des caractéristiques mécaniques élevées et une assez bonne ductilité. Ils sont plus sensibles à l'oxydation que les alliages α . Ils sont en général relativement faciles à mettre en forme. Les propriétés des alliages α/β peuvent être ajustées à travers des traitements thermiques. Ceci permet de contrôler le taux de phase β et la microstructure métallurgique qui peut prendre des formes très diverses [69].

Les alliages quasi- β : $[Al]_{eq} < 8$ et $10 < [Mo]_{eq} < 15$. La teneur en éléments β -gènes est suffisante pour abaisser la température de transformation de phase et ralentir la croissance de la phase α . Il est ainsi possible de retenir une quantité importante de phase β à l'ambiante sous forme métastable.

Les alliages β : $[Al]_{eq} < 6$ et $15 < [Mo]_{eq}$. La teneur élevée en éléments β -gènes permet de retenir une majorité de phase β thermodynamiquement stable ou faiblement métastable à température ambiante. Des traitements ultérieurs n'entraînent plus sa décomposition. Les alliages β et quasi- β ont une excellente ductilité à température ambiante. Ils ont une grande forgeabilité et trempabilité [69]. Ils sont en revanche peu résistants à l'oxydation et difficilement utilisables au-delà de 350 °C du fait de leur mauvaise résistance au fluage.

La figure 8-4 positionne schématiquement les différents types d'alliages en fonction des teneurs en éléments α - et β -gènes. Les principales propriétés associées à ces alliages sont reportées sur la figure 8-5.

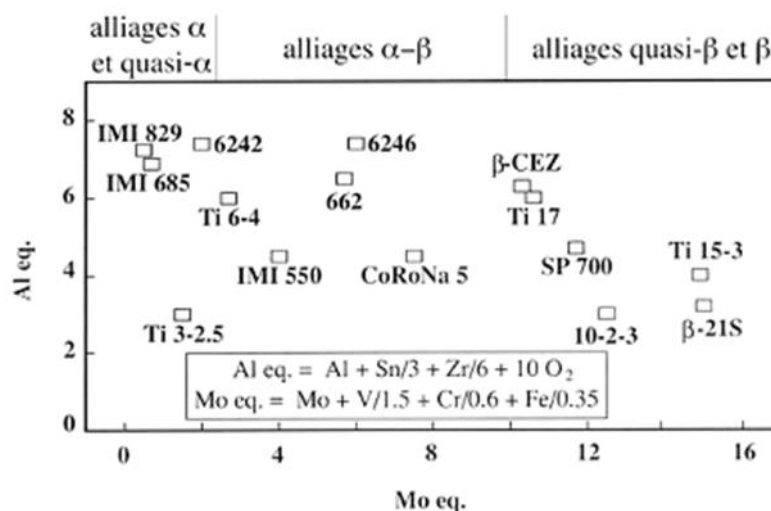


Figure 8-4 Classement des alliages courants suivant leur teneur en éléments α - et β -gènes [4]

← Eléments α -gènes				
Eléments β -gènes →				
← températures croissantes				
transus $\alpha+\beta \leftrightarrow \beta$				
← densité				
← module d'Young				
forgeabilité et déformabilité à froid →				
réponse aux traitements thermiques-trempabilité →				
résistance à la traction →				
sensibilité à la vitesse de déformation →				
← tenue au fluage				
facilité de la mise en œuvre →				
← facilité de soudage				
← résistance à l'oxydation à chaud				
← emplois cryogéniques				
Alliages α	Alliages quasi- α	Alliages α/β	Alliages quasi- β	Alliages β
T40 (Ti 0.2Fe) TA5E(Ti5Al2.5Sn)	Ti 6242 TA8DV IMI685 IMI 834	TA6V(Ti6Al4V) Ti6246 Ti662	Ti17 β cez	betaIII Ti38644

Figure 8-5 Synthèse des propriétés des différents types d'alliages de titane [3]

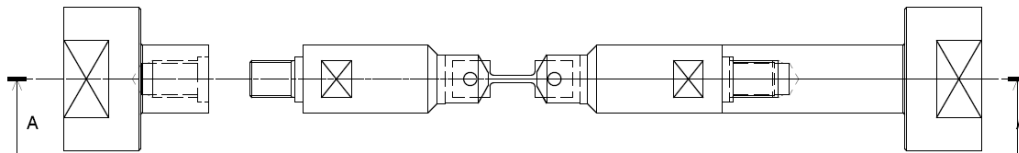
2 Adaptation / Conception de montages

Durant ces travaux de thèse, certains moyens expérimentaux existants ont été adaptés aux besoins spécifiques des essais et d'autres ont été conçus et réalisés.

Par exemple, des mors spéciaux ont été fabriqués pour permettre de solliciter les microéprouvettes sur une machine de fatigue « classique », i.e. l'Instron 8562 (cf. figure 8-6).

Ces mors pour microéprouvettes permettent de réaliser divers essais, dont entre autres :

- des essais de traction classiques pour déterminer les caractéristiques standards du matériau ;
- des essais *in situ* pour déterminer les champs mécaniques (X,Y) à l'échelle des plumes ;
- des essais de validation de nouvelles techniques (voir chapitre 2 paragraphe 7 « Instrumentation des éprouvettes ») ;
- des essais de fatigue interrompus avec alternance entre quelques cycles réalisés *in situ* sous MEB et plusieurs centaines de cycles réalisés *ex situ*.



Echelle 1 : 2

Figure 8-6 Mors pour microéprouvettes

Les mors ont été conçus pour également permettre une utilisation dans le cadre d'autres études. Les têtes de ces mors ont été fabriquées en superalliage NPY pour permettre une utilisation éventuelle à haute température. Elles sont de plus interchangeables en fonction de l'épaisseur des microéprouvettes utilisées.

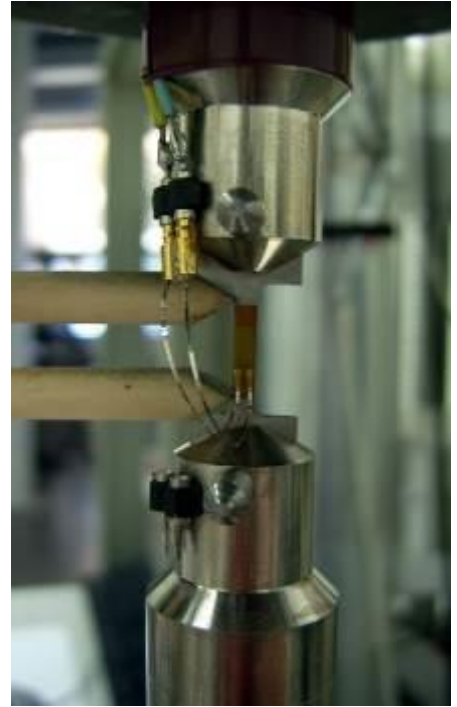
Des points de connexion électrique ont été collés sur les mors (cf. figure 8-7). Ils permettent l'utilisation de microéprouvettes instrumentées comme décrite au paragraphe 7.



(a)



(b)



(c)

Figure 8-7 (a) Machine de fatigue électromécanique Instron 8562, capacité 10 kN ; (b) Mors inférieure ; (c) Exemple de microéprouvette instrumentée mise en place sur la machine de fatigue

Références bibliographiques

- [1] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium*, 2nd editio. Springer Boston, 2007.
- [2] P. Lefranc, “Endommagement sous chargement cyclique avec temps de maintien de l’alliage de titane Ti-6242 - Rôle de l’hydrogène interne,” Université de Poitiers, 2008.
- [3] E. Uta, “Etude des hétérogénéités de texture et de microstructure au sein de disques forgés en IMI834 Influence sur les propriétés en fatigue-dwell,” Univesité de Metz, 2009.
- [4] H. Jousset, “Viscoplasticité et microstructures d’un alliage de titane: effets de la température et de la vitesse de sollicitation,” Ecole des Mines de Paris, 2008.
- [5] P. Castany, “Etude des Micromécanismes de Déformation d’un Alliage Ti-6Al-4V par Déformation MET in situ : Influence d’un Traitement de Surface,” INSA de Toulouse, 2007.
- [6] X. Feaugas, “Microstructure et modélisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d’un alliage de titane biphasé,” Université de Compiègne, 1994.
- [7] J. DA COSTA TEIXEIRA, “Etude expérimentale et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l’alliage de titane Ti17,” Institut National Polytechnique de Lorraine, 2005.
- [8] W. G. Burgers, “The process of transition of the cubic body-centered modification into the hexagonal close-packed modification of zirconium,” *Metallwirtschaft*, no. 13, p. 785, 1934.
- [9] T. Furuhashi and T. Maki, “Variant selection in heterogeneous nucleation on defects in diffusional phase transformation and precipitation,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 312, pp. 145–154, 2001.
- [10] D. Bhattacharyya, G. B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer, and H. L. Fraser, “The role of crystallographic and geometrical relationships between alpha and beta phases in an alpha/beta titanium alloy,” *Acta Mater.*, vol. 51, pp. 4679–4691, 2003.
- [11] L. Germain, “Contribution à l’étude des hétérogénéités de texture des billettes d’IMI 834,” Université Paul Verlaine - Metz, 2005.
- [12] D. Bhattacharyya, G. B. Viswanathan, and H. L. Fraser, “Crystallographic and morphological relationships between beta phase and the Widmanstätten and allotriomorphic alpha phase at special beta grain boundaries in an alpha/beta titanium alloy,” *Acta Mater.*, vol. 55, pp. 6765–6778, 2007.
- [13] S. Lampman, “Wrought Titanium and Titanium Alloys,” in *ASM Handbook, Volume 02 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International, 1990, pp. 1782–1886.
- [14] N. E. Paton and M. W. Mahoney, “Creep of titanium-silicon alloys,” *Metall. Trans. A*, vol. 5, p. 1685, 1976.
- [15] M. F. Savage, J. Tatalovich, and M. J. Mills, “Anisotropy in the room-temperature deformation of alpha-beta colonies in titanium alloys: role of the alpha-beta interface,” *Philos. Mag.*, vol. 84, no. 11, pp. 1127–1154, Apr. 2004.
- [16] G. T. Gray, G. Lütjering, and J. C. Williams, “The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behaviour of Ti-8.6 wt.% Al,” *Int. J. Fatigue*, vol. 12, no. 4, p. 301, Jul. 1990.
- [17] F. Sansoz and H. Ghonem, “Effects of loading frequency on fatigue crack growth mechanisms in alpha/beta Ti microstructure with large colony size,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 356, pp. 81–92, 2003.
- [18] C. Angelier, S. Bein, and J. Béchet, “Building a continuous cooling transformation diagram of β -CEZ alloy by metallography and electrical resistivity measurements,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 28, no. 12, pp. 2467–2475, Dec. 1997.
- [19] G. Venkatramani, S. Ghosh, and M. J. Mills, “A size-dependent crystal plasticity finite-element model for creep and load shedding in polycrystalline titanium alloys,” *Acta Mater.*, vol. 55, pp. 3971–3986, 2007.

- [20] G. Lütjering, "Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp. 32–45, 1998.
- [21] T. Furuhashi, S. Takagi, H. Watanabe, and T. Maki, "Crystallography of Grain Boundary in a β Titanium Alloy," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 27, no. June, pp. 1635–1646, 1996.
- [22] E. S. Fisher and C. J. Renken, "Single-Crystal Elastic Moduli and the hcp \rightarrow bcc Transformation in Ti, Zr, and Hf," *Phys. Rev.*, vol. 135, p. 482, 1964.
- [23] S. Ankem and H. Margolin, "The role of elastic interaction stresses on the onset of plastic flow for oriented two ductile phase structures," *Metall. Trans. A*, vol. 11, no. 6, pp. 963–972, 1980.
- [24] H. Ledbetter, H. Ogi, S. Kai, S. Kim, and M. Hirao, "Elastic Constants of Body-Centered-Cubic Titanium Monocrystals," *J. Appl. Phys.*, vol. 95, no. 9, pp. 4642–4644, 2004.
- [25] T. Duval, "Analyse multi-échelles des relations microstructure/propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane beta-métastable," Université de Poitiers, 2013.
- [26] G. Martin, L. Nazé, and G. Cailletaud, "Numerical multi-scale simulations of the mechanical behavior of β -metastable titanium alloys Ti5553 and Ti17," *Procedia Eng.*, vol. 10, no. 0, pp. 1803–1808, 2011.
- [27] G. Martin, "Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane bêta-métastable Ti5553 et Ti17," ParisTech, 2012.
- [28] T. Duval, P. Villechaise, and S. Andrieu, "Mechanical Properties and Strain Mechanisms Analysis in Ti-5553 Titanium Alloy," in *The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, 2011, pp. 471–478.
- [29] J. C. Williams, R. G. Baggerly, and N. E. Paton, "Deformation behavior of HCP Ti-Al alloy single crystals," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33, no. 3, p. 837, 2002.
- [30] S. Zaefferer, "A study of active deformation systems in titanium alloys: dependence on alloy composition and correlation with deformation texture," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 344, pp. 20–30, 2003.
- [31] K. S. Chan, "A Micromechanical Analysis of the Yielding Behavior of Individual Widmanstätten Colonies of an $\alpha + \beta$ Titanium Alloy," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35, no. 11, pp. 3409–3422, 2004.
- [32] F. Bridier, P. Villechaise, and J. Mendez, "Analysis of the different slip systems activated by tension in a α / β titanium alloy in relation with local crystallographic orientation," vol. 53, pp. 555–567, 2005.
- [33] S. Naka, A. Lasalmonie, P. COSTA, and L. P. Kubin, "The low-temperature plastic deformation of α -titanium and the core structure of a-type screw dislocations," *Philos. Mag. A*, vol. 57, no. 5, pp. 717–740, 1988.
- [34] H. Conrad, "Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 26, no. 2–4, pp. 123–403, 1981.
- [35] M. Anahid, M. K. Samal, and S. Ghosh, "Dwell fatigue crack nucleation model based on crystal plasticity finite element simulations of polycrystalline titanium alloys," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 59, no. 10, pp. 2157–2176, Oct. 2011.
- [36] K. S. Chan, C. C. Wojcik, and D. A. Koss, "Deformation of an Alloy with Lamellar Microstructure Experimental - Behaviour of Individual Widmanstätten Colonies of an α - β Titanium Alloy," *Metall. Trans. A*, vol. 12A, pp. 1899–1907, 1981.
- [37] S. Suri, G. B. Viswanathan, T. Neeraj, D. H. Hou, and M. J. Mills, "Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α / β titanium alloy," *Acta Mater.*, vol. 47, no. 3, pp. 1019–1034, 1999.
- [38] M. F. Savage, J. Tatalovich, Zupan, K. J. Hemker, and M. J. Mills, "Deformation mechanisms and microtensile behavior of single colony Ti-6242Si," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 319–321, pp.

- 398–403, 2001.
- [39] F. Bridier, “Analyse expérimentale des modes de déformation et d’endommagement par fatigue à 20°C d’alliages de titane. Aspects cristallographiques à différentes échelles,” Université de Poitiers, 2006.
- [40] A. Ambard, L. Guétaz, F. Louchet, and D. Guichard, “No Title,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 319, p. 404, 2001.
- [41] F. S. Lin, E. A. Starke, S. B. Chakraborty, and A. Gysler, “The effect of microstructure on the deformation modes and mechanical properties of Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo: Part I. Widmanstätten structures,” *Metall. Trans. A*, vol. 15, no. 6, pp. 1229–1246, Jun. 1984.
- [42] A. L. Pilchak, R. E. A. Williams, and J. C. Williams, “Crystallography of Fatigue Crack Initiation and Growth in Fully Lamellar Ti-6Al-4V,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 41A, pp. 106–124, 2010.
- [43] U. Dahmen, “ORIENTATION RELATIONSHIPS IN PRECIPITATION SYSTEMS,” *Acta Metall.*, vol. 30, pp. 63–73, 1982.
- [44] C. N. Reid, A. Gilbert, and G. T. Hahn, “No Title,” *Acta Metall.*, vol. 14, p. 1975, 1966.
- [45] I. Gorgas, “No Title,” *Scr. Metall.*, vol. 20, p. 113, 1986.
- [46] T. Neeraj and M. J. Mills, “Short-range order (SRO) and its effect on the primary creep behavior of a Ti-6wt.%Al alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 319, 2001.
- [47] M. Zhang, F. Bridier, P. Villechaise, J. Mendez, and D. L. McDowell, “Simulation of slip band evolution in duplex Ti – 6Al – 4V,” *Acta Mater.*, vol. 58, no. 3, pp. 1087–1096, 2010.
- [48] T. Furuhashi, T. Ogawa, and T. Maki, “Atomic structure of interphase boundary of an α precipitate plate in α β TiCr alloy,” *Philos. Mag.*, vol. 72, p. 175, 1995.
- [49] T. Furuhashi, J. M. Howe, and H. I. Aaronson, “No Title,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 39, pp. 2873–2886, 1991.
- [50] M. J. Mills, D. H. Hou, S. Suri, and G. B. Viswanathan, “Boundaries and Interfaces in Materials,” in *TMS*, 1998.
- [51] S. Ankem and H. Margolin, “Alpha-Beta Interface Sliding in Ti-Mn Alloys,” *Metall. Trans. A*, vol. 14, no. 2, pp. 500–503, 1983.
- [52] P. Castany, J. Crestou, J. Douin, and A. Coujou, “Experimental study of dislocation mobility in a Ti – 6Al – 4V alloy,” vol. 55, pp. 6284–6291, 2007.
- [53] N. Escalé, “Etude par Microscopie Electronique en Transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d’alliages de titane bêta-métastables,” Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2012.
- [54] D. W. Hoepfner, “Structural Integrity Design Paradigms in Engineering,” in *USPE Annual Meeting*, 2006, pp. 1–22.
- [55] J. F. Garvey, “Safety Recommendation, A-98-27 through -33,” Washington, D.C. 20594, 1998.
- [56] D. R. Hinson, “Safety Recommendation, A-95-84 and -85,” 1995.
- [57] J. E. Hall, “AIRCRAFT ACCIDENT REPORT: Uncontained Engine Failure DELTA AIR LINES Flight 1288 MCDONNELL DOUGLAS MD-88,” Washington, D.C. 20594, 1996.
- [58] P. Lefranc, C. Sarrazin-Baudoux, and V. Doquet, “Dwell-Fatigue behaviour of a beta-forged Ti 6242 alloy,” vol. 1, pp. 1–7.
- [59] H. K. Adenstedt, “Creep of titanium at room temperature,” *Met. Prog.*, vol. 65, pp. 658–660, 1949.
- [60] N. C. Odegard and A. W. Thompson, “No Title,” *Metall. Trans. A*, vol. 5, p. 1207, 1974.
- [61] D. Eylon and J. A. Hall, “Fatigue Behavior of beta Processed Titanium Alloy IMI 685,” *Metall. Trans. A*, vol. 8, no. 6, pp. 981–990, Jun. 1977.

- [62] W. J. Evans and C. R. Gostelow, "The effect of hold time on the fatigue properties of a β -processed titanium alloy," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 10, no. 12, pp. 1837–1846, 1979.
- [63] M. A. Imam and C. M. Gilmore, "Room Temperature Creep of Ti-6Al-4V," *Metall. Trans. A*, vol. 10A, no. 4, pp. 419–425, 1979.
- [64] J. E. Hack and G. R. Leverant, "The influence of microstructure on the susceptibility of titanium alloys to internal hydrogen embrittlement," *Metall. Trans. A*, vol. 13, no. 10, pp. 1729–1738, 1982.
- [65] W. H. J. Miller, R. T. Chen, and E. A. Starke, "Microstructure, creep, and tensile deformation in Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo," *Metall. Trans. A*, vol. 18, no. 8, pp. 1451–1468, 1987.
- [66] T. Neeraj, D. H. Hou, G. S. Daehn, and M. J. Mills, "Phenomenological and microstructural analysis of room temperature creep in titanium alloys," *Acta Mater.*, vol. 48, no. 6, pp. 1225–1238, Apr. 2000.
- [67] A. K. Chakrabarti and E. S. Nichols, "No Title," in *Titanium '80 - Science and Technology*, 1981, p. 1081.
- [68] F. McBagonluri and W. O. Soboyejo, "Titanium Alloys: Structure, Properties, and Applications," in *Advanced Structural Materials*, T. S. Srivatsan, Ed. Taylor & Francis Group, LLC, 2006, pp. 359–400.
- [69] J. D. Destefani, "Introduction to Titanium and Titanium Alloys," in *ASM Handbook, Volume 02 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International, 1990, pp. 1770–1782.
- [70] M. J. J. Donachie, *Titanium: A Technical Guide 2nd edition*, 2nd ed. ASM International, Metals Park, OH, 2000.
- [71] M. R. Bache, "A review of dwell sensitive fatigue in titanium alloys: the role of microstructure, texture and operating conditions," *Int. J. Fatigue*, vol. 25, no. 9, pp. 1079–1087, 2003.
- [72] M. R. Winstone and M. J. Weaver, "The strain controlled fatigue behaviour of a near-alpha titanium alloy," in *Proceedings of International Conference of Titanium, Berlin*, 1984, pp. 2275–2280.
- [73] V. Sinha, M. J. Mills, and J. C. Williams, "Understanding the contributions of normal-fatigue and static loading to the dwell fatigue in a near-alpha titanium alloy," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35A, pp. 3141–3148, 2004.
- [74] M. E. Kassner, Y. Kosaka, and J. A. Hall, "Low-cycle dwell-time fatigue in Ti-6242," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 30, pp. 2383–2389, 1999.
- [75] M. R. Bache, M. Cope, and H. M. Davies, "Dwell sensitive fatigue in a near alpha titanium alloy at ambient temperature," *Int. J. Fatigue*, vol. 19, no. 1, pp. 83–88, 1997.
- [76] S. H. Spence, W. J. Evans, and M. Cope, "Dwell fatigue of a Ti-6246 at near ambient temperatures," in *ICF9*, 1997, pp. 1571–1578.
- [77] L. Coudreuse, A.-M. Brass, and J. Chêne, "Fragilisation des aciers par l'hydrogène : étude et prévention," *Tech. l'ingénieur*, no. ref. article : m175.
- [78] L. Coudreuse, A.-M. Brass, and J. Chêne, "Fragilisation des aciers par l'hydrogène : mécanismes," *Tech. l'ingénieur*, no. ref. article : m176.
- [79] J. Petit and A. Zeghloul, "Influence de l'environnement et de la microstructure sur la propagation en fatigue des fissures courtes tridimensionnelles," *Rev. Phys. Appliquée*, vol. 24, no. 9, pp. 905–913, 1989.
- [80] G. Henaff, K. Marchal, and J. Petit, "On fatigue crack propagation enhancement by a gaseous atmosphere: Experimental and theoretical aspects," *Acta Metall. Mater.*, vol. 43, no. 8, pp. 2931–2942, Aug. 1995.
- [81] X. Demulsant and J. Mendez, "Influence of environment on low cycle fatigue damage in Ti-

- 6Al-4V and Ti 6246 titanium alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 219, pp. 202–211, 1996.
- [82] A. L. Pilchak and J. C. Williams, “Observations of Facet Formation in Near- α Titanium and Comments on the Role of Hydrogen,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 42, no. 4, pp. 1000–1027, Oct. 2011.
- [83] H. Hoeg, B. Hollund, and I. W. Hall, “Effect of hydrogen on the fracture properties and microstructure of Ti-6Al-4V,” *Met. Sci.*, vol. 14, no. 2, pp. 50–56, Feb. 1980.
- [84] W. J. Evans and M. R. Bache, “Hydrogen and Fatigue Behaviour in a Near Alpha Titanium Alloy,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 32, no. 7, pp. 1019–1024, 1995.
- [85] W. J. Evans, “Dwell-Sensitive Fatigue in a Near Alpha-Titanium Alloy,” *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 6, pp. 571–574, 1987.
- [86] D. S. Shih, I. M. Robertson, and H. K. Birnbaum, “Hydrogen Embrittlement of α Titanium : In situ TEM Studies,” *Acta Metall.*, vol. 36, no. 1, pp. 111–124, 1988.
- [87] F. Mignot, “Contributions de l’hydrogène interne et du fluage à froid à l’anomalie de fissuration sous chargement cyclique du Ti 6246 à fort Kmax,” LMS, Ecole Polytechnique, 2003.
- [88] P. J. Bania and D. Eylon, “FATIGUE CRACK-PROPAGATION OF TITANIUM-ALLOYS UNDER DWELL-TIME CONDITIONS,” *Metall. Trans. A*, vol. 9, 1978.
- [89] C. A. Stubbington and S. Pearson, “EFFECT OF DWELL ON GROWTH OF FATIGUE CRACKS IN TI-6Al-4V ALLOY BAR,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 10, no. 4, pp. 723–756, 1978.
- [90] C. A. Stubbington and S. Pearson, “Effect of dwell on the growth of fatigue cracks in Ti-6Al-4V alloy bar,” Farnborough, Hants, UK, 1976.
- [91] H. Ghonem, “Microstructure and fatigue crack growth mechanisms in high temperature titanium alloys,” *Int. J. Fatigue*, vol. 32, no. 9, pp. 1448–1460, Sep. 2010.
- [92] W. Shen, A. B. O. Soboyejo, and W. O. Soboyejo, “Microstructural effects on fatigue and dwell-fatigue crack growth in α/β Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35, no. 1, pp. 163–187, Jan. 2004.
- [93] W. Shen, W. O. Soboyejo, and A. B. O. Soboyejo, “An investigation on fatigue and dwell-fatigue crack growth in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si,” *Mech. Mater.*, vol. 36, no. 1–2, pp. 117–140, 2004.
- [94] S. Suri, T. Neeraj, G. S. Daehn, D. H. Hou, J. M. Scott, R. W. Hayes, and M. J. Mills, “Mechanisms of primary creep in α/β titanium alloys at lower temperatures,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 234–236, pp. 996–999, Aug. 1997.
- [95] D. Eylon, J. A. Hall, C. M. Pierce, and D. L. Ruckle, “Microstructure and mechanical properties relationships in the Ti-11 alloy at room and elevated temperatures,” *Metall. Trans. A*, vol. 7, no. 12, pp. 1817–1826, 1976.
- [96] K. S. Ravichandran, “Near threshold fatigue crack growth behavior of a titanium alloy: Ti-6Al-4V,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 39, no. 3, pp. 401–410, 1991.
- [97] G. C. Obasi, S. Biroasca, J. Quinta da Fonseca, and M. Preuss, “Effect of β grain growth on variant selection and texture memory effect during $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in Ti-6 Al-4 V,” *Acta Mater.*, vol. 60, no. 3, pp. 1048–1058, Feb. 2012.
- [98] N. Gey and M. Humbert, “Characterization of the variant selection occurring during the alpha ->beta ->alpha phase transformations of a cold rolled titanium sheet,” *Acta Mater.*, vol. 50, p. 277–287 ST–Characterization of the variant sele, 2002.
- [99] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi, and P. Bocher, “Texture heterogeneities induced by subtransus processing of near alpha titanium alloys,” *Acta Mater.*, vol. 56, p. 4298–4308 ST–Texture heterogeneities induced by, 2008.

- [100] Z. Song and D. W. Hoepfner, "Dwell time effects on the fatigue behaviour of titanium alloys," *Int. J. Fatigue*, vol. 10, no. 4, pp. 211–218, 1988.
- [101] F. Bridier, P. Villechaise, and J. Mendez, "Slip and fatigue crack formation processes in an alpha/beta titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales," *Acta Mater.*, vol. 56, pp. 3951–3962, 2008.
- [102] W. J. Evans, "Optimising mechanical properties in alpha+beta titanium alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp. 89–96, 1998.
- [103] N. Cabocel, "Etude du dwell dans le Ti-6242beta," Centre des Matériaux - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.
- [104] F. McBagonluri, E. Akpan, C. Mercer, W. Shen, and W. O. Soboyejo, "An investigation of the effects of microstructure on dwell fatigue crack growth in Ti-6242," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 405, no. 1–2, pp. 111–134, 2005.
- [105] M. R. Bache, "Processing titanium alloys for optimum fatigue performance," vol. 21, pp. 105–111, 1999.
- [106] W. J. Evans and M. R. Bache, "Dwell-Sensitive Fatigue under Biaxial Loads in the Near-alpha Titanium Alloy IMI685," *Int. J. Fatigue*, vol. 16, no. 7, pp. 443–452, 1994.
- [107] W. J. Evans, "Time and frequency dependant fatigue in titanium and nickel alloys," 2006.
- [108] Y. H. YU, W. D. ZENG, and Y. H. ZHOU, "Low-cycle dwell-time fatigue in Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si titanium alloy," in *Ti 2003*, 2003, pp. 1987–1993.
- [109] F. Sansoz and H. Ghonem, "Fatigue crack growth mechanisms in Ti6242 lamellar microstructures: Influence of loading frequency and temperature," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 34A, p. 2565–2577 ST–Fatigue crack growth mechanisms in, 2003.
- [110] H. P. Chu, B. A. MacDonald, and O. P. Arora, "No Title," in *5th Int. Conf. on Titanium*, 1984, p. 2395.
- [111] D. L. Davidson and D. Eylon, "Titanium alloy fatigue fracture facet investigation by selected area electron channeling," *Metall. Trans. A*, vol. 11, no. 5, pp. 837–843, May 1980.
- [112] G. Gauliard, "Détection de colonies dans un alliage de titane (Rapport de Stage)," 2006.
- [113] A. L. Pilchak, W. J. Porter, and R. John, "Room temperature fracture processes of a near-alpha titanium alloy following elevated temperature exposure," *J. Mater. Sci.*, vol. 47, no. 20, pp. 7235–7253, Jul. 2012.
- [114] W. J. Evans, "Stress relaxation and notch fatigue in Ti-6Al-4V," *Scr. Metall.*, vol. 21, no. 9, pp. 1223–1227, 1987.
- [115] L. Toubal, P. Bocher, and A. Moreau, "Dwell-fatigue life dispersion of a near alpha titanium alloy," *Int. J. Fatigue*, vol. 31, pp. 601–605, 2009.
- [116] D. Eylon and P. J. Bania, "Fatigue cracking characteristics of β -annealed large colony Ti-11 alloy," *Metall. Trans. A*, vol. 9, no. 9, pp. 1273–1279, 1978.
- [117] L. S. Vesier and S. D. Antolovich, "Fatigue crack propagation in Ti-6242 as a function of temperature and waveform," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 37, no. 4, pp. 753–775, 1990.
- [118] A. W. Sommer and D. Eylon, "ON FATIGUE CRACK-PROPAGATION OF TITANIUM-ALLOYS UNDER DWELL TIME CONDITIONS," *Metall. Trans. A*, vol. 14, 1983.
- [119] M. R. Bache, W. J. Evans, V. Randle, and R. J. Wilson, "Characterization of mechanical anisotropy in titanium alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 257, pp. 139–144, 1998.
- [120] C. C. Wojcik, K. S. Chan, and D. A. Koss, "Stage I fatigue crack propagation in a titanium alloy," *Acta Metall.*, vol. 36, no. 5, pp. 1261–1270, 1988.
- [121] R. R. Boyer, G. E. Welsch, and E. W. Collings, "Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.08Si," in *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*, R. Boyer, E. W. Collings, and G. Welsch, Eds. ASM International, 1994, pp. 337–375.

- [122] P. Villechaise and J. Mendez, “Comportement en fatigue-fluage (dwell) à 20°C de l’alliage de titane Ti6242beta,” 2006.
- [123] K. Kuzmenkov, “Étude de l’effet du temps de maintien sur le comportement et la rupture de l’alliage Ti-6242,” École nationale supérieure des mines de Paris, 2012.
- [124] fr.Wikipedia.org, “Microscopie électronique à balayage.” [Online]. Available: http://fr.wikipedia.org/wiki/Microscopie_électronique_à_balayage. [Accessed: 05-Nov-2012].
- [125] J. Brillaud and F. Lagattu, “Limits and Possibilities of Laser Speckle and White-Light Image-Correlation Methods: Theory and Experiments,” *Appl. Opt.*, vol. 41, no. 31, pp. 6603–13, Nov. 2002.
- [126] V. Randle, *Microtexture Determination and Its Applications*, 2nd editio. Maney for the Institute of Materials, Minerals and Mining, 2003.
- [127] V. Randle and O. Engler, *Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping*. CRC Press, 2014.
- [128] M. J. J. Donachie, *Titanium : A Technical Guide*. ASM International, 1988.
- [129] A. Mutel, “Détection de colonies par analyse d’images dans une structure aiguillées type titane (Rapport de Stage),” Bordeaux, 2007.
- [130] D. S. Bright, J. C. Russ, and T. M. Hare, “Application of the Hough Transform to Electron Diffraction Patterns,” *J. Comput. Assist. Microsc.*, vol. 1, pp. 3–37, 1989.
- [131] N. C. Krieger Lassen, D. Juul Jensen, and K. Conradsen, “Image Processing Procedures for Analysis of Electron Back Scattering Patterns,” *Scanning Microsc.*, vol. 6, pp. 115–121, 1992.
- [132] Y. Combres and B. Champin, “Traitements thermiques des alliages de titane,” *Tech. l’ingénieur*, no. m1335.
- [133] V. T. Dang, “Simulation numérique du comportement mécanique en fatigue d’agrégats polycristallins métalliques,” ENSMA - Université de Poitiers, 2016.
- [134] G. Welsch and W. Bunk, “Deformation modes of the α -phase of ti-6al-4v as a function of oxygen concentration and aging temperature,” *Metall. Trans. A*, vol. 13, no. 5, pp. 889–899, 1982.
- [135] P. N. Singh, B. K. Singh, and V. Singh, “Phase Instability in Titanium alloy GTM-900 during Lowcycle Fatigue at Elevated Temperature,” in *Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials*, 1998, pp. 357–361.
- [136] I. Weiss and S. L. Semiatin, “Thermomechanical processing of alpha titanium alloys - an overview,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 263, no. 2, pp. 243–256, May 1999.

Résumé :

Compte tenu de leurs propriétés mécaniques spécifiques extrêmement intéressantes, les alliages de titane sont largement utilisés notamment pour des applications aéronautiques. Une des limitations concerne certains composants critiques des turbomachines pour lesquels un effet « dwell » est parfois constaté. Ce processus survient dans des conditions particulières combinant un chargement cyclique (fatigue) et statique (fluage) à une température proche de l'ambiante et peut conduire à une rupture prématurée. Bien que de nombreuses études aient permis de cerner le problème, son origine physique/mécanique demeure mal comprise.

Les travaux réalisés, essentiellement expérimentaux, visent à analyser les mécanismes de déformation et d'endommagement, sous chargement dwell, à différentes échelles et en lien avec la microstructure métallurgique de l'alliage Ti6242 lamellaire considéré. Des configurations particulières de colonies de lamelles que l'on a nommé « plumes » ont été identifiées comme étant à l'origine de la rupture en dwell. Les caractéristiques morphologiques et cristallographiques correspondantes ont été analysées par différents moyens de microscopie optique et électronique. Un outil d'analyse d'images basé sur la transformée de Fourier rapide a été spécifiquement développé afin de repérer et de quantifier ces éléments à l'échelle de la pièce. Au-delà des campagnes d'essais mécaniques mettant en évidence les conséquences de l'effet dwell en termes de durée de vie, des essais *in situ* sous microscope réalisés en traction, fluage et dwell sur des « microéprouvettes » instrumentées ont permis de mieux comprendre les processus élémentaires de déformation associés aux plumes et conduisant à des hétérogénéités des champs de déformation favorables à l'amorçage de fissures.

Mots clés :

Titane--Alliages, Alliages--Fatigue, Matériaux--Fluage, Déformations (mécanique), Microstructure (physique), Texture (cristallographie), Traitement d'images, Turbomachines.

Effet dwell, Ti6242, Systèmes de glissement.

Abstract:

Thanks to their extremely attractive specific mechanical properties, titanium alloys are widely used, especially for aerospace applications. However, a “dwell-effect” may sometimes be observed, reducing the lifetime of some critical jet engine components. This phenomenon occurs under specific conditions combining cyclic (fatigue) and static (creep) loading at near ambient temperature and can lead to an early failure. Though many studies have investigated this problem, its physical and mechanical origin remains poorly understood.

The aim of the present work was to analyse the deformation and damage mechanisms under dwell loading at different scales, and in relation with the microstructure of a fully lamellar Ti6242 alloy. Particular arrangements of colonies, so-called “feather-like structures”, have been identified as the origin of the failure under dwell conditions. Their morphological and crystallographic characteristics have been analysed by various optical and scanning electron microscopy means. A dedicated image analysis tool based on the fast Fourier transform has been developed to localize and quantify the feather-like structures at the scale of a jet engine component. A mechanical testing campaign demonstrated the dwell-effects consequence on the lifetime until failure. Furthermore, tensile, creep and dwell tests have been carried out *in situ* under the microscope on “microsamples” bearing gauges. They enabled a better understanding of the elementary deformation processes associated to the feather-like structures and how these structures lead to strain field heterogeneities favouring crack initiation.

Key words:

Titanium alloys, Alloys--Fatigue, Materials--Creep, Deformations (Mechanics), Microstructure, Texture (Crystallography), Image processing, Turbomachines.

Dwell effect, Ti6242, Slip systems.