



**HAL**  
open science

# Étude de l'évolution microstructurale sous irradiation aux ions $Ti^{2+}$ de deux alliages de titane : lien avec les propriétés mécaniques

Emilie Jouanny

► **To cite this version:**

Emilie Jouanny. Étude de l'évolution microstructurale sous irradiation aux ions  $Ti^{2+}$  de deux alliages de titane : lien avec les propriétés mécaniques. Matériaux. Université de Lorraine, 2017. Français. NNT : 2017LORR0071 . tel-01710508

**HAL Id: tel-01710508**

**<https://theses.hal.science/tel-01710508v1>**

Submitted on 16 Feb 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



# THESE

présentée pour l'obtention du grade de

**Docteur de l'Université de Lorraine**

en Science des Matériaux :

Science et Ingénierie des Matériaux et Métallurgie

## **Etude de l'évolution microstructurale sous irradiation aux ions $Ti^{2+}$ de deux alliages de titane. Lien avec les propriétés mécaniques.**

par

**Emilie JOUANNY**

Soutenue publiquement le 8 Juin 2017 devant la commission d'examen composée de :

Xavier FEAUGAS	Professeur, LaSIE Université de La Rochelle	Rapporteur
Florence PETTINARI-STURMEL	Professeur, CEMES CNRS Université de Toulouse	Rapporteur
Elisabeth AEBY-GAUTIER	Directeur de recherche, CNRS IJL Nancy	Présidente
Bernard VIGUIER	Professeur, CIRIMAT-ENSIACET Toulouse	Examineur
Sylvie DORIOT	Ingénieur chercheur, CEA Saclay	Examineur Co-Encadrant
Joël MALAPLATE	Ingénieur chercheur, CEA Saclay	Invité Co-Encadrant
Thierry MILLOT	Expert matériaux, DCNS R/CESMAN Nantes	Invité Réfèrent industriel
Moukrane DEHMAS	Professeur, CIRIMAT-ENSIACET Toulouse	Directeur de thèse



# Remerciements

Cette thèse, financée par DCNS a été réalisée en majeure partie au CEA Saclay, au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) du Département des Matériaux pour le Nucléaire (DMN). Je tiens donc tout d'abord à remercier Monsieur Philippe Chapelot et Monsieur Pascal Yvon, de m'avoir accueillie respectivement au SRMA et au DMN. Je souhaite également remercier Monsieur Jean-Luc Béchade, ex-chef du Laboratoire d'Analyses Microstructurale des Matériaux (LA2M), pour m'avoir permis d'utiliser toutes les techniques de caractérisation mises à ma disposition dans son laboratoire qui a été plus particulièrement mon laboratoire de rattachement pendant ces trois années.

Je tiens ensuite à remercier Madame Elisabeth Aeby-Gautier, directeur de recherche à l'Université de Lorraine (Institut Jean Lamour, Nancy), de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse et d'avoir accepté d'évaluer mon travail en qualité d'examinateur. Je souhaite également vivement remercier Madame Florence Pettinari-Sturmel, professeur à l'Université de Toulouse (CEMES) et Monsieur Xavier Feaugas, professeur à l'Université de la Rochelle, pour leur lecture très attentive et précise de mon travail, de par leur qualité de rapporteurs. Enfin j'aimerais remercier Monsieur Bernard Viguier, professeur au CIRIMAT-ENSIACET à Toulouse d'avoir accepté d'être examinateur de mes travaux. Je tiens à remercier l'ensemble des membres du jury pour les remarques et points soulevés dans les rapports et pendant la soutenance. Ce fut un réel plaisir de pouvoir échanger avec vous.

Je tiens également à remercier mes encadrants CEA, Madame Sylvie Doriot et Monsieur Joël Malaplate pour leurs conseils et leurs interrogations tout au long de ces trois années, qui m'ont permis d'aller toujours plus loin en termes de réflexion, et de donner le meilleur de moi-même.

Je souhaiterais remercier Monsieur Lucien Allais, chef de projets CEA, pour l'intérêt qu'il a porté aux résultats expérimentaux obtenus au cours de la thèse.

J'aimerais remercier chaleureusement Monsieur Moukrane Dehmas, professeur au CIRIMAT-ENSIACET, ex maître de conférences à l'Institut Jean Lamour à Nancy pour son implication, son écoute sa disponibilité et sa détermination. Merci d'avoir toujours pris le temps de répondre à mes interrogations, mes doutes, malgré la distance.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance envers mon référent industriel DCNS, Monsieur Thierry Millot pour son écoute, sa disponibilité malgré des agendas très chargés. Merci pour les échanges que nous avons pu avoir au cours des différentes réunions et conférences. Cela a été très enrichissant.

Un grand merci également à Madame Joëlle Guttierrez, chef du CESMAN d'avoir accepté cette thèse au sein du pôle DCNS Research.

Je souhaiterais aussi remercier toute l'équipe du CESMAN qui m'a accueillie chaleureusement lors de mon passage de quelques mois au Technocampus Océan, à Nantes. Merci pour les sourires, les encouragements au cours de ces mois ! Je n'oserai citer des noms de peur d'en oublier ...

Cette thèse est le fruit de nombreuses collaborations.

Je souhaiterais exprimer ma gratitude envers l'ANR qui a, à travers le financement du projet dans lequel est inscrit cette thèse, permis de réaliser les expériences souhaitées. Je

voudrai remercier chaleureusement les différents partenaires du projet ANR : Massoud Fattahi, Johan Vandendorre, Thomas Mignot, Yvon Millet, Julien Jourdan, Tony Montesin, Elise Deloye, Nicolas Richard, Stéphane Le Pochat, Arnaud Roquesalane et les thésards, stagiaires et post doctorants du projet ANR TESAMI.

Je souhaiterai aussi remercier toute l'équipe Jannus Saclay. Après avoir réalisé mon stage de fin d'études dans leur équipe, me voilà donc de retour dès le début de la thèse pour réaliser toutes mes irradiations aux ions. Un grand merci à Yves Scruys, Frédéric Leprêtre, Hervé Martin et Eric Bordas pour les irradiations et leur mise en place ainsi que tous les échanges que nous avons pu avoir durant toutes ces années. Spéciale dédicace à Patrick, Sandrine, Stéphanie, Sylvain, Lucile, Gaëlle et Marie pour leurs encouragements tout au long de ces quatre années !

Je voudrai également remercier chaleureusement les ingénieurs, ingénieurs chercheurs et techniciens du laboratoire pour leurs conseils avisés tout au long de la thèse. Je souhaiterai remercier en particulier Messieurs Thierry Vandenberghe et Benoit Arnal pour leur aide si précieuse dans la préparation des échantillons de titane que ce soit pour la Microscopie Electronique en Transmission, la Sonde Atomique Tomographique ou autres techniques de caractérisation, Madame France Dalle pour les dépouillements des analyses en Sonde Atomique Tomographique, Monsieur Stéphane Urvoy pour les essais de nano-indentation, Monsieur Didier Hamon pour les analyses en Microsonde de Castaing, Madame Justine Roubaud pour les analyses DRX, Madame Elodie Rouesne pour les analyses EBSD.

J'aimerais également remercier Monsieur Hicham Kodja ainsi que son équipe du laboratoire du Pierre Süe au CEA pour les expériences de RBS.

Je voudrai exprimer ma reconnaissance envers Monsieur Dominique Mangelinck et Madame Marion Descoins de l'IM2NP Marseille pour les analyses en Sonde Atomique Tomographique, leur dépouillement et les conseils sur les différents résultats obtenus.

Je remercie également tous les stagiaires, thésards et post-doctorants : Nesrine Gharbi, Camille Flament, Marine Gaumé, Alexia Wu, Olivier Tissot, Raphaëlle Guillou, Julie Rousselot et en particulier mes co-bureaux : Pierre Lapouge, Vianney Motte, Benjamin Hary, Georges Sakr pour leur soutien pendant ces années.

Un grand merci à l'équipe Richemont, dans laquelle j'ai pris place depuis quelques mois à Delémont. Merci pour vos encouragements et votre soutien au cours du dernier mois avant la soutenance !

Enfin je souhaiterai exprimer tout ma gratitude et reconnaissance envers mes proches.

Un énorme merci à ma confidente, Béatrice ! Merci pour ton écoute, ta présence, tu as toujours été là et je ne sais comment te remercier ! Merci pour ton sourire, tes petits mots qui redonnent la pêche dans les moments plus difficiles.

Un énorme merci aussi à Aude, collègue et amie, qui a su m'épauler lorsqu'il y en avait besoin.

Rien de tout cela ne serait arrivé si je n'avais pas eu le soutien de mes proches et en particulier ceux de mes parents. Merci pour votre présence, votre écoute et vos encouragements incessants qui m'ont permis d'être ce que je suis aujourd'hui. Aucun mot n'est assez fort pour vous dire : Merci !

REMERCIEMENTS .....	1
INTRODUCTION.....	9
CHAPITRE I – LE TITANE ET SES ALLIAGES : MICROSTRUCTURE ET COMPORTEMENT HORS ET SOUS IRRADIATION – ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....	13
1. LE TITANE ET SES ALLIAGES.....	15
1.1. Généralités.....	15
1.1.1. Structure cristallographique et transformation allotropique .....	15
1.1.2. Systèmes de glissement .....	16
1.1.3. Familles d’alliages de titane.....	17
1.2. T40 .....	18
1.3. TA6V.....	19
1.3.1. Microstructures obtenues à partir du domaine monophasé $\beta$ .....	20
1.3.1.1. Morphologie aciculaire .....	21
1.3.1.2. Morphologie lamellaire .....	21
1.3.2. Microstructures obtenues à partir du domaine $\alpha + \beta$ .....	21
1.4. Propriétés mécaniques .....	23
1.4.1. Effets des éléments solutés.....	23
1.4.2. Effets de la microstructure.....	24
1.4.2.1. Les alliages de type $\alpha$ .....	25
1.4.2.2. L’alliage de titane TA6V .....	25
2. EFFETS DE L’IRRADIATION SUR LES METAUX .....	26
2.1. Interactions particules incidentes – matière.....	26
2.1.1. Interactions électroniques et nucléaires.....	26
2.1.2. Energie seuil de déplacement .....	27
2.1.2.1. Cas 1 : $E_d < E_T < 2 E_d$ .....	27
2.1.2.2. Cas 2 : $2 E_d < E_T < E_c$ .....	27
2.1.2.3. Cas 3 : $E_c < E_T$ .....	28
2.1.3. Facteur de transfert, section efficace de collision et déplacement efficace..	28
2.1.4. Les cascades de déplacement.....	29
2.1.5. Bilan des défauts potentiels lors d’interactions particules/matière.....	30
2.2. Influence de l’irradiation sur la diffusion, la thermodynamique et la précipitation .....	30

2.2.1.	Diffusion accélérée par irradiation .....	30
2.2.2.	Effet Kirkendall inverse et ségrégation induite par l'irradiation (RIS : Radiation-Induced Segregation) .....	31
2.2.3.	Précipitation sous irradiation.....	32
2.3.	Influence des paramètres d'irradiation : température, dose et flux.....	33
2.4.	Conséquences microscopiques de l'irradiation.....	34
2.5.	Conséquences macroscopiques de l'irradiation .....	35
2.5.1.	Durcissement et fragilisation induits par irradiation.....	35
2.5.2.	Croissance induite par irradiation.....	36
2.6.	Irradiation dans les alliages de titane .....	36
2.6.1.	Influence de l'irradiation sur la microstructure des alliages de titane.....	37
2.6.1.1.	Microstructure d'irradiation dans les alliages de type $\alpha$ .....	37
2.6.1.2.	Microstructure d'irradiation dans les alliages $\alpha + \beta$ .....	41
2.6.2.	Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques.....	47
2.6.2.1.	Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques dans les alliages de type $\alpha$ .....	48
2.6.2.2.	Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques dans les alliages $\alpha + \beta$ .....	50
2.6.2.2.1.	Irradiation aux neutrons .....	50
2.6.2.2.2.	Irradiation aux ions .....	51
2.6.2.3.	Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques : bilan et comparaison entre les alliages $\alpha$ et $\alpha + \beta$ .....	52
3.	CONCLUSIONS DU CHAPITRE I.....	53
CHAPITRE II – MATERIAUX DE L'ETUDE ET TECHNIQUES ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX.....		55
1.	MATERIAUX D'ETUDE.....	57
1.1.	Composition chimique .....	57
1.2.	Microstructures.....	59
1.2.1.	T40.....	60
1.2.2.	TA6V .....	60
2.	PROTOCOLE D'IRRADIATIONS AUX IONS.....	61
2.1.	Utilisation des particules chargées pour simuler les neutrons .....	61
2.1.1.	Avantages .....	61
2.1.2.	Inconvénients .....	62
2.1.3.	Conclusions .....	62
2.2.	Présentation de la plateforme JANNuS – Saclay.....	63

2.3.	Choix des paramètres d'irradiation.....	64
2.3.1.	Température d'irradiation.....	64
2.3.2.	Ion incident et énergie.....	64
2.3.3.	Bilan des conditions expérimentales choisies.....	66
2.4.	Mise en place des échantillons et déroulement de l'irradiation.....	68
3.	ANALYSE MICROSTRUCTURALE A DIFFERENTES ECHELLES .....	72
3.1.	Préparation métallographique.....	72
3.2.	Taille de grains et texture .....	72
3.3.	Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	73
3.3.1.	Préparation des lames minces .....	73
3.3.1.1.	Préparation des lames minces par polissage électrolytique .....	73
3.3.1.2.	Spécificités liées à la préparation des échantillons irradiés par polissage électrolytique .....	74
3.3.2.	Conditions d'observation .....	75
3.3.3.	Quantification des défauts .....	76
3.3.3.1.	Mesure de l'épaisseur des échantillons par EELS .....	76
3.3.3.2.	Analyse quantitative des défauts .....	77
4.	ANALYSE CHIMIQUE.....	79
4.1.	Microsonde de Castaing.....	79
4.2.	Sonde atomique tomographique (SAT) .....	79
4.2.1.	Principe.....	79
4.2.2.	Préparation des pointes SAT par FIB .....	80
4.2.3.	Conditions expérimentales .....	80
5.	TESTS MECANIQUES : MESURES DE DURETE .....	81
	CHAPITRE III – RESULTATS.....	83
1.	PROPRIETES INTRINSEQUES DES MATERIAUX ETUDIES .....	85
1.1.	T40 .....	85
1.1.1.	Microstructure .....	85
1.1.2.	Texture et cristallographie.....	87
1.1.3.	Taille de grains .....	88
1.1.4.	Analyse chimique WDS .....	89
1.1.5.	Dureté Vickers .....	89
1.2.	TA6V.....	90
1.2.1.	Microstructure .....	90
1.2.2.	Texture et cristallographie.....	92
1.2.3.	Analyse chimique WDS .....	93

1.2.4.	Dureté Vickers .....	96
1.3.	Bilan des propriétés intrinsèques des alliages T40 et TA6V .....	97
2.	IRRADIATIONS AUX IONS : RE-ESTIMATION <i>POST</i> IRRADIATION DE LA TEMPERATURE, DU FLUX ET DE LA DOSE .....	98
2.1.	Ré-estimation <i>post</i> irradiation de la température .....	99
2.2.	Ré-estimation <i>post</i> irradiation du flux et de la dose .....	100
2.3.	Bilan des ré-estimations <i>post</i> irradiation .....	102
3.	MICROSTRUCTURES OBTENUES DANS LES DIFFERENTES CONDITIONS D'IRRADIATION .....	102
3.1.	T40 .....	103
3.1.1.	Influence de la température à la dose de 3 dpa, sans TTh préalable .....	104
3.1.1.1.	Boucles de dislocations de type <a> .....	104
3.1.1.2.	Boucles à composante <c> .....	105
3.1.2.	Influence de la dose, du flux et du TTh préalable .....	106
3.1.2.1.	A 300°C, sans TTh préalable .....	106
3.1.2.2.	A 430°C .....	109
3.1.2.2.1.	Dislocations <a> et boucles de dislocations de type <a> .....	109
3.1.2.2.2.	Boucles à composante <c> .....	115
3.2.	TA6V .....	116
3.2.1.	Influence de la température à la dose de 3 dpa, sans TTh préalable .....	117
3.2.1.1.	Boucles de dislocations de type <a> .....	117
3.2.1.2.	Précipités .....	118
3.2.1.2.1.	Grandeurs microstructurales .....	118
3.2.1.2.2.	Cristallographie .....	123
3.2.1.2.3.	Composition chimique .....	124
3.2.1.2.4.	Synthèse sur l'influence de la température à une dose de 3 dpa .....	126
3.2.2.	Influence de la dose, du flux et du TTh préalable .....	126
3.2.2.1.	Boucles de dislocations de type <a> .....	126
3.2.2.1.1.	Irradiations sans TTh préalable .....	126
3.2.2.1.2.	Irradiations avec TTh préalable .....	128
3.2.2.2.	Précipitation et ségrégation à 430°C .....	131
3.2.2.2.1.	Irradiations sans TTh préalable .....	131
3.2.2.2.2.	Irradiations avec TTh préalable .....	135
3.3.	T40 vs TA6V .....	140

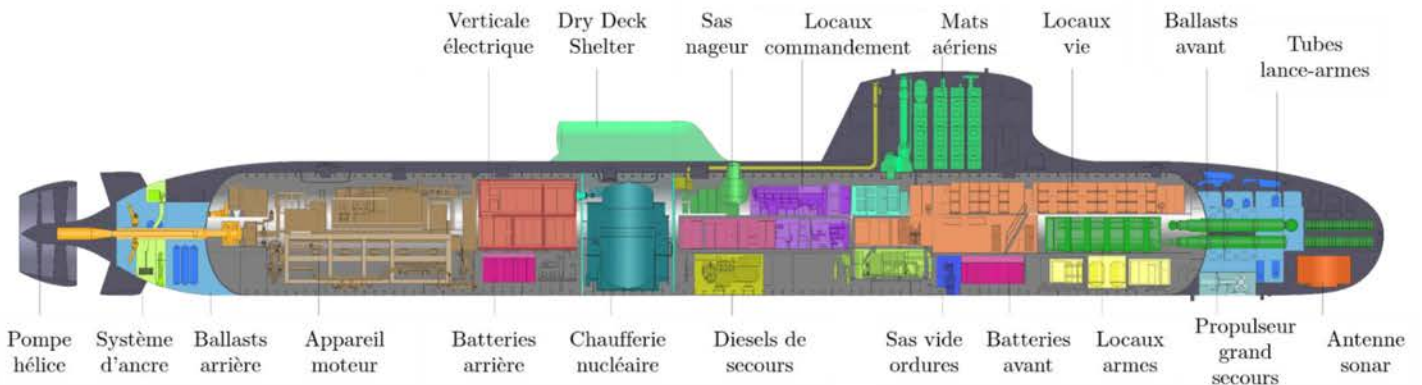


4. NANO-INDENTATION .....	142
4.1. T40 .....	142
4.2. TA6V.....	143
4.3. T40 vs TA6V.....	144
5. BILAN .....	145
CHAPITRE IV – DISCUSSIONS .....	147
1. BOUCLES DE DISLOCATIONS DE TYPE <A> - T40 ET TA6V .....	149
1.1. Influence de la température à la dose de 3 dpa .....	149
1.1.1. T40.....	149
1.1.2. TA6V.....	151
1.2. Influence de la dose, du flux et du TTh préalable .....	151
1.2.1. T40.....	151
1.2.1.1. A 300°C .....	151
1.2.1.2. A 430°C .....	152
1.2.1.2.1. Influence de la dose .....	152
1.2.1.2.2. Influence du flux .....	153
1.2.2. TA6V.....	153
1.2.2.1. A 300°C .....	153
1.2.2.2. A 430°C, sans TTh préalable à l'irradiation.....	153
1.2.2.3. A 430°C, avec TTh préalable à l'irradiation.....	154
2. BOUCLES A COMPOSANTE <C> - T40.....	154
2.1. Comparaison avec la littérature.....	154
2.2. Influence de la température à la dose de 3 dpa .....	155
2.3. Influence de la dose et du flux, avec et sans TTh .....	156
2.3.1. A 300°C.....	156
2.3.2. A 430°C.....	157
3. PRECIPITES – TA6V.....	157
3.1. Mécanismes de formation des précipités .....	157
3.1.1. Proposition d'un mécanisme .....	157
3.1.2. Aspects thermodynamiques.....	160
3.1.3. Bilan .....	161
3.2. Influence de la température sur l'état de précipitation.....	161
3.3. Influence de la dose d'irradiation.....	162
3.4. Influence du flux d'irradiation .....	162
3.5. Influence du TTh préalable à l'irradiation, à 430°C, fort flux .....	163

4. INFLUENCE DE LA DOSE, A 430°C, D'UN POINT DE VUE MECANIQUE – ESSAIS DE NANO-INDENTATION – T40 ET TA6V.....	163
4.1. Justification du choix de la profondeur d'indentation : 150 nm vs 300 nm.....	163
4.2. T40 .....	164
4.2.1. Evaluation du durcissement.....	164
4.2.1.1. 1 <sup>ère</sup> approche : formalisme simplifié à partir des valeurs de duretés (HV <sub>30</sub> et HVIT) .....	164
4.2.1.2. 2 <sup>ème</sup> approche : corrélation nano-indentation / résistance mécanique	165
4.2.1.2.1. Modification du formalisme de la 1 <sup>ère</sup> approche .....	165
4.2.1.2.2. Autre formalisme : Nix-Gao .....	166
4.2.2. Corrélation du durcissement avec la microstructure.....	169
4.2.2.1. Comparaison microstructure / propriétés mécaniques.....	169
4.2.2.2. Evaluation de la contribution des défauts au durcissement.....	171
4.3. TA6V.....	175
4.3.1. Evaluation du durcissement.....	175
4.3.1.1. 2 <sup>ème</sup> approche : modification du formalisme simplifié.....	176
4.3.1.2. 2 <sup>ème</sup> approche : formalisme de Nix-Gao.....	176
4.3.2. Corrélation du durcissement avec la microstructure.....	179
4.3.2.1. Comparaison microstructure / propriétés mécaniques.....	179
4.3.2.2. Evaluation de la contribution des défauts au durcissement.....	180
5. BILAN .....	183
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....	187
1. CONCLUSIONS .....	187
2. PERSPECTIVES.....	189
TABLE DES ANNEXES.....	191
Annexe A1 : Analyse microstructurale par MEB EBSD : Cartographies et <i>post</i> traitement .....	193
1. CARTOGRAPHIES D'ORIENTATION .....	193
2. PROCEDURE DE NETTOYAGE/RECONSTRUCTION .....	194
3. ORIENTATION CRISTALLINE DE L'ALLIAGE T40.....	195
4. ORIENTATION CRISTALLINE DE L'ALLIAGE TA6V .....	198
5. PROCEDURE DE DETERMINATION DE LA TAILLE DE GRAIN.....	199
REFERENCES.....	203

# Introduction

Depuis une cinquantaine d'années, les alliages de titane sont utilisés dans l'aéronautique et l'industrie navale pour leurs bonnes propriétés intrinsèques, à savoir une faible densité (40% moins dense que l'acier), de très bonnes propriétés mécaniques et une très bonne tenue à la corrosion. Ces propriétés, en complément de leur faible activation sous irradiation, font de ces alliages de très bons candidats pour des applications dans le domaine du nucléaire. Les alliages de titane pourraient ainsi potentiellement être utilisés pour les structures internes des réacteurs à eau pressurisée embarqués sur les sous-marins de la marine nationale (Figure 1).



Copyright ©DCNS 2014 – all rights reserved / tous droits réservés

Figure 1 : Ecorché simplifié d'un sous-marin nucléaire de type Barracuda.

Actuellement, ce sont des aciers inoxydables austénitiques de type 304L qui sont utilisés pour les structures internes de cuves. Toutefois, les alliages de titane pourraient être envisagés comme matériaux de remplacement car ils sont susceptibles de présenter, par rapport aux aciers de type 304L, les gains suivants :

- Diminution de l'activation permettant de faciliter les opérations de maintenance mais également le démantèlement et le retraitement en fin de vie des installations ;
- Augmentation de la tenue mécanique tout en diminuant les masses en mouvement ;
- Augmentation de la tenue à la corrosion.

Dans cette optique, un projet ANR (TESAMI : Titane Et Ses Alliages en Milieu Irradié, 2013 – 2017) impliquant plusieurs partenaires académiques et industriels (AREVA TA, CEA, DCNS, EVEA, SUBATECH, ICB, TIMET Savoie et NEOTISS) a été mis en place avec pour ambition d'étudier plus avant le titane et ses alliages dans un environnement radiatif et prévoir son comportement en service [1]. Ce programme de recherche s'attache particulièrement à :

- Comprendre les effets de l'irradiation sur la microstructure et en particulier sur les phases  $\alpha$  et  $\beta$  dans les alliages de titane ;
- Etudier les effets de l'endommagement dû à l'irradiation sur les propriétés mécaniques pour en prévoir la dégradation ;
- Etudier le comportement à l'interface fluide – métal, dont la prise d'hydrogène.

Nos travaux s'inscrivent dans ce programme de recherche et portent en particulier sur le premier objectif et dans une moindre mesure sur le second objectif. La démarche adoptée pour étudier l'évolution des alliages de titane sous irradiation est essentiellement expérimentale avec une approche quantitative multi-échelle. L'évaluation de leur tenue mécanique sous irradiation ne sera que partiellement abordée dans un second temps. Deux alliages industriels, le T40 (titane commercialement pur, grade 2) et le TA6V (alliage biphasé  $\alpha + \beta$ , grade 5), sont étudiés et comparés dans différents domaines de dose, flux et température d'irradiation. Ces deux alliages ont été sélectionnés car il existe une littérature relativement riche tant d'un point de vue des microstructures que des propriétés mécaniques, en partie liée à leur large utilisation dans le domaine de l'aéronautique, du naval de défense et de la pétrochimie. Par ailleurs, ces alliages sont potentiellement des solutions retenues industriellement et également suffisamment différents pour une étude plus fondamentale (effet de la chimie des phases sous irradiation).

En regard de l'accessibilité restreinte des installations, de la difficulté de pilotage des paramètres d'irradiation, mais aussi en raison de coûts élevés et de durées importantes pour des irradiations neutroniques, la thèse s'appuie sur des simulations expérimentales (irradiations aux ions) dans le but d'obtenir une étude paramétrique pour des microstructures proches de celles des irradiations aux neutrons. En effet, la matière irradiée aux neutrons impose des conditions opératoires, d'expérimentation et d'observation particulières, nécessitant leur réalisation en laboratoire « chaud », à cause des contraintes radiologiques existantes. Le titane, même s'il ne s'active que potentiellement très peu par lui-même [2], peut contenir des éléments d'addition pouvant devenir radioactifs sous irradiation, notamment l'aluminium (qui peut produire de l' $Al^{26}$ ) [3].

Les études portant sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques des alliages de titane sous irradiation sont limitées. Or, il est connu que les processus physico-chimiques engendrés par l'irradiation au sein de la matière bouleversent son architecture et font évoluer la microstructure. Il en résulte une modification des propriétés physiques (modifications structurales, amorphisation, ...), thermiques (conductivité thermique, ...) et/ou mécaniques (durcissement, gonflement, ...). Pour les alliages de zirconium, matériaux également hexagonaux et déjà largement étudiés dans le domaine du nucléaire pour leur utilisation en tant que gaines de crayons combustibles, différents types de défauts peuvent être rencontrés sous irradiation. Ces défauts créés sous irradiation ont une forte influence sur la tenue en service. La nature, la taille et la densité de ces défauts sont des paramètres importants qui vont en partie régir le comportement du matériau en réacteur. Ainsi, à titre d'exemple, dans le zirconium, la présence de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et de *black dots* induisent un durcissement du matériau et affecte fortement les propriétés mécaniques. Les boucles à composante  $\langle c \rangle$ , quant à elles, sont responsables du phénomène de croissance correspondant à une modification dimensionnelle du matériau : expansion suivant l'axe  $\langle a \rangle$  et contraction suivant l'axe  $\langle c \rangle$  [4,5]. Dans certains alliages, on peut également assister à une fine précipitation sous irradiation. Des paramètres comme la température, la dose, le flux d'irradiation, ou encore la composition chimique de l'alliage peuvent impacter à la fois la taille et la densité des défauts d'irradiation, mais aussi leur nature, et de fait la tenue en service.

Ce manuscrit se décompose en quatre chapitres. Le premier est consacré à un état de l'art. Après quelques brefs rappels sur la métallurgie des alliages de titane, nous avons centré cet état de l'art sur les évolutions des états microstructuraux et mécaniques dans les alliages de

titane lorsqu'ils sont soumis à une irradiation. Nous nous sommes appuyés sur cette synthèse bibliographique pour définir l'ensemble des conditions d'irradiation.

Le second chapitre est essentiellement dédié à la description des différents moyens d'investigation mis en œuvre. L'accent est mis sur la démarche expérimentale pour l'obtention des paramètres microstructuraux quantitatifs par microscopie électronique en transmission ainsi que sur le choix des conditions d'irradiation. Les matériaux d'études sont également présentés succinctement.

Le troisième chapitre présente l'ensemble des résultats de ce travail de thèse. Ainsi, les caractérisations réalisées à la fois sur les matériaux à l'état de réception et aux états irradiés dans différentes conditions sont présentées. Une analyse des effets des différents paramètres d'irradiation (température, dose et flux d'irradiation) sur l'évolution de la microstructure de ces matériaux, est donnée. Une ébauche d'approche mécanique, à travers des essais de nano-indentation est aussi fournie.

Le quatrième chapitre discute des résultats obtenus en terme de défauts en présence et propose des mécanismes de formation des défauts. Une première approche de l'évolution des propriétés mécaniques est discutée.

Enfin, nous terminerons par une synthèse des principaux points dégagés au cours de ce travail et évoquerons en perspective certains aspects susceptibles d'être développés pour améliorer les analyses et quantifications des processus de transformation.



---

**Chapitre I – Le titane et ses alliages :  
Microstructure et comportement hors et sous  
irradiation – Etude bibliographique**

---



1. LE TITANE ET SES ALLIAGES.....	15
1.1. Généralités.....	15
1.1.1. Structure cristallographique et transformation allotropique.....	15
1.1.2. Systèmes de glissement.....	16
1.1.3. Familles d'alliages de titane.....	17
1.2. T40.....	18
1.3. TA6V.....	19
1.3.1. Microstructures obtenues à partir du domaine monophasé $\beta$ .....	20
1.3.1.1. Morphologie aciculaire.....	21
1.3.1.2. Morphologie lamellaire.....	21
1.3.2. Microstructures obtenues à partir du domaine $\alpha + \beta$ .....	21
1.4. Propriétés mécaniques.....	23
1.4.1. Effets des éléments solutés.....	23
1.4.2. Effets de la microstructure.....	24
1.4.2.1. Les alliages de type $\alpha$ .....	25
1.4.2.2. L'alliage de titane TA6V.....	25
2. EFFETS DE L'IRRADIATION SUR LES METAUX.....	26
2.1. Interactions particules incidentes - matière.....	26
2.1.1. Interactions électroniques et nucléaires.....	26
2.1.2. Energie seuil de déplacement.....	27
2.1.2.1. Cas 1 : $E_d < E_T < 2 E_d$ .....	27
2.1.2.2. Cas 2 : $2 E_d < E_T < E_c$ .....	27
2.1.2.3. Cas 3 : $E_c < E_T$ .....	28
2.1.3. Facteur de transfert, section efficace de collision et déplacement efficace.....	28
2.1.4. Les cascades de déplacement.....	29
2.1.5. Bilan des défauts potentiels lors d'interactions particules/matière.....	30
2.2. Influence de l'irradiation sur la diffusion, la thermodynamique et la précipitation.....	30
2.2.1. Diffusion accélérée par irradiation.....	30
2.2.2. Effet Kirkendall inverse et ségrégation induite par l'irradiation (RIS : Radiation-Induced Segregation).....	31
2.2.3. Précipitation sous irradiation.....	32
2.3. Influence des paramètres d'irradiation : température, dose et flux.....	33
2.4. Conséquences microscopiques de l'irradiation.....	34
2.5. Conséquences macroscopiques de l'irradiation.....	35
2.5.1. Durcissement et fragilisation induits par irradiation.....	35
2.5.2. Croissance induite par irradiation.....	36
2.6. Irradiation dans les alliages de titane.....	36
2.6.1. Influence de l'irradiation sur la microstructure des alliages de titane.....	37
2.6.1.1. Microstructure d'irradiation dans les alliages de type $\alpha$ .....	37
2.6.1.2. Microstructure d'irradiation dans les alliages $\alpha + \beta$ .....	41
2.6.2. Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques.....	47
2.6.2.1. Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques dans les alliages de type $\alpha$ .....	48
2.6.2.2. Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques dans les alliages $\alpha + \beta$ .....	50
2.6.2.2.1. Irradiation aux neutrons.....	50
2.6.2.2.2. Irradiation aux ions.....	51
2.6.2.3. Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques : bilan et comparaison entre les alliages $\alpha$ et $\alpha + \beta$ .....	52
3. CONCLUSIONS DU CHAPITRE I.....	53



Quelques généralités sur la métallurgie du titane et ses alliages ainsi que sur leurs propriétés mécaniques constituent le premier volet de cet état de l’art. Le sujet de thèse portant sur l’évolution du titane sous irradiation, quelques éléments génériques concernant l’irradiation sont ensuite rappelés. Une attention plus particulière est portée sur la microstructure du titane commercialement pur irradié et de l’alliage TA6V irradié. Un bilan des travaux de recherche menés jusqu’à ce jour sur cette thématique est dressé. La dernière partie de ce chapitre traite de l’évolution des propriétés mécaniques dans les alliages de titane irradiés.

## 1. LE TITANE ET SES ALLIAGES

### 1.1. Généralités

#### 1.1.1. Structure cristallographique et transformation allotropique

Dans le titane pur, une transformation allotropique, de type martensitique se produit au voisinage de 882°C. Cette température est appelée température de transus  $\beta$  et est couramment notée  $T_\beta$ . En dessous de cette température, la structure cristallographique est hexagonale pseudo-compacte (hcp), de groupe d’espace  $P6_3/mmc$ . Elle est désignée par l’appellation phase  $\alpha$ . Les paramètres de maille moyens à température ambiante sont :  $a = 0,295$  nm et  $c = 0,468$  nm, soit un rapport  $c/a$  égal à 1,587 (inférieur au rapport de compacité maximale qui est de 1,633). Au-delà de la température de transus  $\beta$  (et jusqu’à 1670°C, température de fusion du titane pur), la structure cristalline est cubique centrée (cc), de groupe d’espace  $Im\bar{3}m$ . Il s’agit de la phase  $\beta$ . Le paramètre de maille moyen à 900°C vaut 0,332 nm [6–8].

Cette transformation allotropique  $\beta \leftrightarrow \alpha$  du titane présente des spécificités de la transformation martensitique dont le mécanisme a été décrit par Burgers en 1934, dans le cas du zirconium [9]. En effet, le passage de la structure cubique centrée  $\beta$  à la structure hexagonale pseudo-compacte  $\alpha$  conduit à un faible déplacement (inférieur à une distance interatomique) de quelques atomes, accompagné d’un léger réarrangement de ceux-ci.

Les relations d’orientations associées à cette transformation sont nombreuses [6,10–14] :

Burgers	Potter	Pitsch-Schrader	Rong-Dunlop
$(011)_\beta // (0001)_\alpha$	$(011)_\beta$ à 2° de $(0001)_\alpha$	$(011)_\beta // (0001)_\alpha$	$(021)_\beta // (0001)_\alpha$
$[1\bar{1}1]_\beta // [1120]_\alpha$	$(110)_\beta // (01\bar{1}1)_\alpha$	$[100]_\beta // [1120]_\alpha$	$[0\bar{1}2]_\beta // [1\bar{1}00]_\alpha$
	$[1\bar{1}1]_\beta // [1120]_\alpha$		$[100]_\beta // [1120]_\alpha$

La relation d’orientation la plus classiquement rencontrée dans les alliages de titane est celle décrite par Burgers [9]. Il est à noter que la direction  $[0001]$  est unique dans la maille hcp alors qu’il existe six plans de la famille  $\{110\}$  dans la maille cc de la phase  $\beta$  contenant chacun deux directions  $\langle 111 \rangle$ . La relation d’orientation de Burgers conduit donc à douze variants de phase  $\alpha$  pour une même orientation cristallographique de  $\beta$  lorsqu’on assiste à la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  [9,15]. Ces douze orientations peuvent être regroupées en six couples dont chacun possède une orientation commune de la direction  $\langle c \rangle$  hexagonale.

### 1.1.2. *Systèmes de glissement*

Dans les matériaux de structure hexagonale, comme le titane et ses alliages, cinq systèmes de glissement peuvent être effectifs. Le vecteur de la direction la plus dense de la maille hexagonale ( $\langle 2\bar{1}10 \rangle // \langle a \rangle$ ) n'étant autre que l'intersection du plan de base (0001) avec un des trois plans prismatiques (1010), (1100) ou (0110), les trois vecteurs qui en découlent sont :

$$\frac{1}{3} [2\bar{1}10], \frac{1}{3} [1\bar{2}10] \text{ et } \frac{1}{3} [\bar{1}120].$$

Cette direction, correspondant au vecteur de Burgers de type  $\mathbf{a}$ , est la plus favorable à l'activation des dislocations, qui peuvent glisser dans le plan de base, les plans prismatiques ou les plans pyramidaux de 1<sup>ère</sup> espèce. Pour les deux autres systèmes, les dislocations ont un vecteur de Burgers de type  $\mathbf{c} + \mathbf{a}$  et peuvent glisser dans les plans pyramidaux de 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> espèce [15,16]. La Figure I- 1a illustre les principaux plans (basal, prismatique et pyramidal) et les principales directions de la maille hexagonale en notation 3 et 4 indices et le Tableau I- 1 reprend les cinq systèmes de glissement évoqués.

Les modes de glissements les plus couramment identifiés, classés par fréquence décroissante sont :  $\{10\bar{1}0\}$  (prismatique),  $\{10\bar{1}1\}$  (pyramidal de 1<sup>ère</sup> espèce) et  $\{0001\}$  (basal), avec  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  comme direction de glissement [17].

Pour ce qui est de la structure cubique centrée (la phase  $\beta$ ), les systèmes de glissement principaux correspondent aux plans denses  $\{110\}$  et aux directions denses  $\langle 111 \rangle$  (Figure I- 1b).

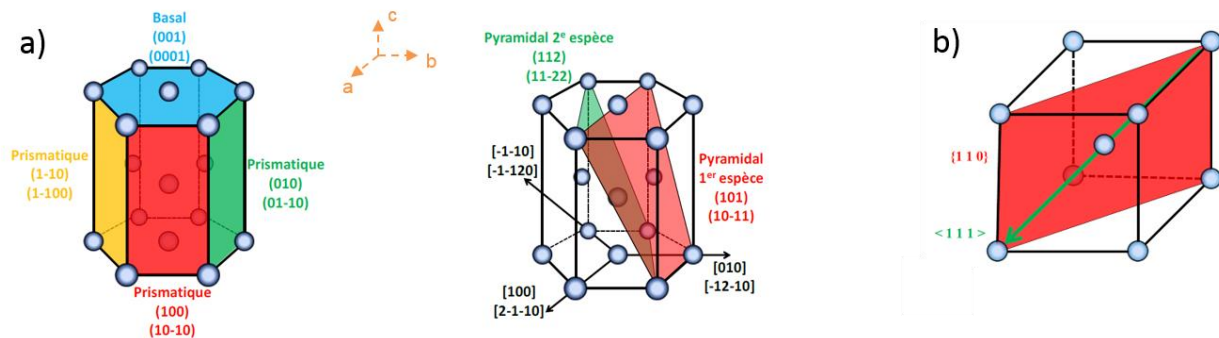


Figure I- 1. a) Systèmes de glissement dans la maille hexagonale (correspondances en notation à 3 ou 4 indices) et b) systèmes de glissement dans la maille cubique centrée [6,15].

Tableau I- 1. Systèmes de glissement dans la maille hexagonale [6,15].

	Basal	Prismatique	Pyramidal de 1 <sup>ère</sup> espèce		Pyramidal de 2 <sup>ème</sup> espèce
<b>Plan de glissement</b>	{0001}	{10T0}	{10T1}	{10T1}	{10Z2}
<b>Direction de glissement</b>	<a> = $\frac{1}{3}$ <1120>	<a> = $\frac{1}{3}$ <1120>	<a> = $\frac{1}{3}$ <1120>	<c + a> = $\frac{1}{3}$ <1123>	<c + a> = $\frac{1}{3}$ <1123>
<b>Nombre de systèmes de glissement</b>	3	3	6	12	6

### 1.1.3. Familles d'alliages de titane

Lorsque le titane est allié, les éléments solutés font apparaître un domaine biphasé  $\alpha + \beta$ . A l'intérieur de ce domaine et pour une composition définie, le taux de phase  $\alpha$  à l'équilibre thermodynamique augmente lorsque la température diminue. De plus, lorsque la composition chimique varie, la valeur du transus  $T_\beta$ , température délimitant le domaine biphasé  $\alpha + \beta$  du domaine monophasé  $\beta$ , varie en fonction de la nature de l'élément soluté :

- Les éléments alphasgènes (ex : Al, O, C, N...) conduisent à augmenter la température  $T_\beta$  et à stabiliser la phase  $\alpha$ .
- A l'inverse, les éléments bétagènes conduisent à diminuer la température  $T_\beta$  et à stabiliser la phase  $\beta$ . Parmi les éléments bétagènes, on distingue deux catégories :
  - les éléments  $\beta$ -isomorphes, qui sont entièrement miscibles dans la phase  $\beta$  et qui donnent naissance à une solution solide continue en phase  $\beta$  : le molybdène, le vanadium ou encore le niobium.
  - les éléments  $\beta$ -eutectoïdes qui peuvent former des composés intermétalliques : le manganèse, le fer, le chrome, le silicium, le nickel ou encore le cuivre.

Enfin, certains éléments sont qualifiés de neutres, tels l'étain ou le zirconium. Ils sont utilisés dans les alliages  $\alpha$  pour leur pouvoir renforçant sur les propriétés mécaniques, à hautes températures [18].

Ainsi, les fractions de phases  $\alpha$  et  $\beta$  à l'équilibre thermodynamique et à l'ambiante dépendent de la composition chimique de l'alliage. L'ensemble des alliages de titane est regroupé en trois grandes familles [19] :

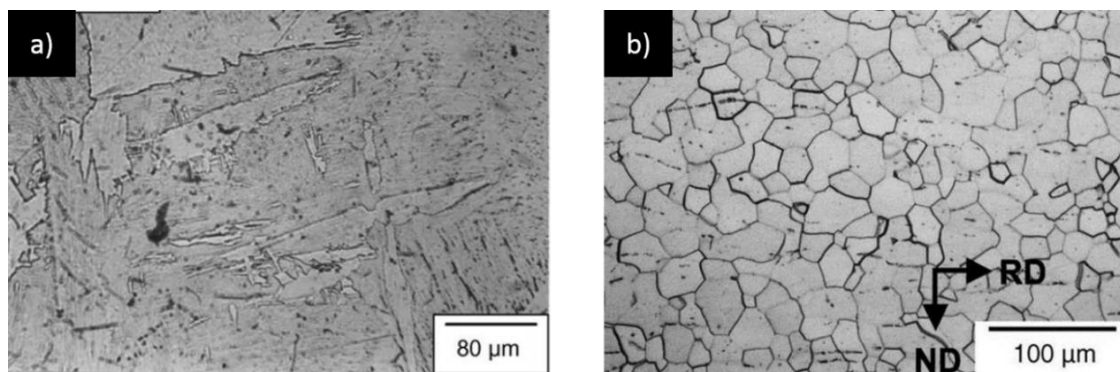
- **Les alliages  $\alpha$**  qui sont 100%  $\alpha$ .
- **Les alliages  $\alpha + \beta$** . Il s'agit de la famille la plus vaste et est constituée de trois sous-familles :
  - les quasi  $\alpha$  sont proches des alliages  $\alpha$  et possèdent très peu de phase  $\beta$  stable (< 5%).

- les  $\alpha + \beta$  proprement dits, dont la quantité en phase  $\beta$  est comprise entre 5 et 10% à l'équilibre thermodynamique, peuvent retenir la phase métastable  $\alpha'$  par refroidissement rapide.
  - les quasi  $\beta$  (ou  $\beta$  métastables) possèdent peu de phase  $\alpha$  et sont proches des alliages  $\beta$ . Ils sont susceptibles de retenir à l'ambiante deux phases métastables différentes par refroidissement rapide ( $\alpha'$  ou  $\beta_m$ ), qui se transformeront, par traitement thermique, en phase  $\alpha$  et  $\beta$  avec des fractions en phase  $\beta$  voisines de 20 à 25% à l'équilibre thermodynamique.
- **Les alliages  $\beta$  qui sont 100%  $\beta$ .**

## 1.2. T40

Le T40, titane commercialement pur (grade 2 ASTM), contient des éléments interstitiels de type  $\alpha$ -gène (carbone, oxygène, azote) et un élément  $\beta$ -gène (fer). Compte-tenu de leur faible teneur, l'alliage T40 est caractérisé par une microstructure entièrement constituée de grains  $\alpha$  à l'exception de quelques liserés de phase  $\beta$  aux joints de grains.

La morphologie de la phase  $\alpha$  est tributaire des conditions de mise en forme mais aussi des conditions de refroidissement depuis le domaine  $\beta$ . Dans le cas d'un refroidissement rapide, on obtient une morphologie dite **aciculaire** (Figure I- 2a) sans présence de phase  $\beta$  métastable contrairement aux alliages  $\alpha + \beta$  [20]. Dans le cas d'un laminage à chaud suivi d'un recuit dans le domaine  $\alpha$  et d'un refroidissement lent, une morphologie **équiaxe** est observée (Figure I- 2b) [21]. On constate de nouveau l'absence de phase  $\beta$  et les grains  $\alpha$  ont un diamètre équivalent moyen de l'ordre de plusieurs dizaines de microns.



**Figure I- 2.** Morphologies de la phase  $\alpha$  observées en microscopie optique dans un titane commercialement pur : a) aciculaire [20], b) équiaxe [21] (RD=Rolling Direction, ND=Normal Direction).

En microscopie électronique en transmission (MET), de longues dislocations sont observées dans la phase  $\alpha$  (Figure I- 3) [22]. Ces dislocations sont caractéristiques de systèmes de glissement vis  $\langle a \rangle P$  (système de glissement de dislocations  $\langle a \rangle$  vis dans les plans prismatiques), qui est le mode de glissement le plus couramment rencontré dans le titane [23].

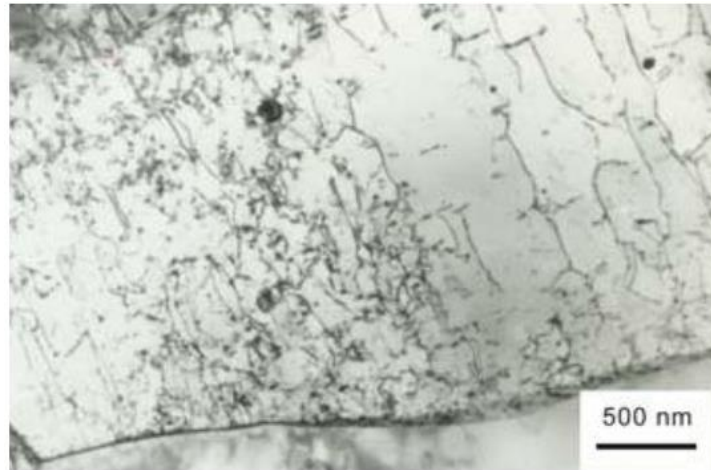


Figure I- 3. Microstructure observée en MET dans un titane commercialement pur : dislocations dans la phase  $\alpha$  [22].

### 1.3. TA6V

Le deuxième alliage considéré dans ce travail de thèse est le TA6V, ou plus communément connu sous le nom de Ti-6Al-4V (grade 5 ASTM) ou encore Ti6-4. Il appartient à la famille des alliages  $\alpha + \beta$  et sa composition chimique en masse est de 6% d'aluminium et de 4% de vanadium. Il contient également en quantité moindre des éléments interstitiels comme l'oxygène, l'azote, l'hydrogène et le carbone, et des éléments substitutionnels comme le fer et le silicium. La température de transus  $\beta$  est comprise entre 980°C et 1000°C et présente un écart d'environ 100°C par rapport au titane pur (882°C).

A température ambiante et à l'équilibre thermodynamique, l'alliage TA6V est biphasé  $\alpha + \beta$  avec une faible proportion de phase  $\beta$  (5 – 15%) [19,24]. En augmentant lentement la température, une dissolution continue de la phase  $\alpha$  est observée en lien avec une augmentation de la quantité de phase  $\beta$ . Ainsi, en dessous de la température de transus  $\beta$  (de l'ordre de 1000°C), il y a coexistence des phases  $\alpha$  et  $\beta$  à l'équilibre thermodynamique (Figure I- 4).

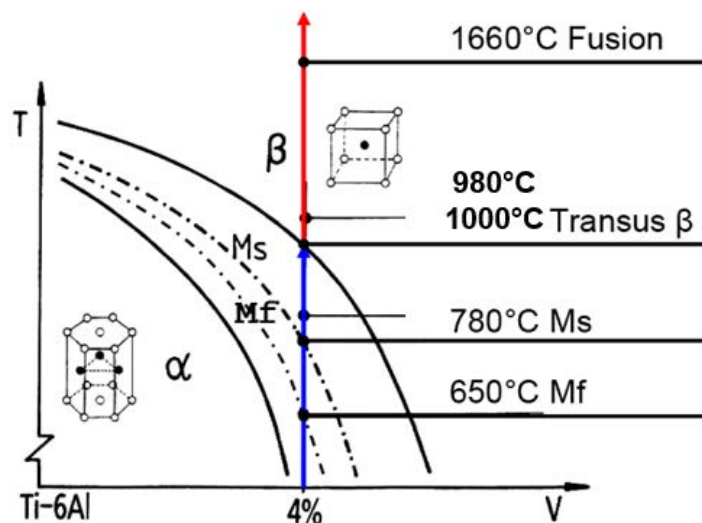


Figure I- 4. Représentation schématique de la coupe isoplète de l'alliage de titane TA6V [25].

D'un point de vue de la cristallographie des phases, il est important de mentionner que les paramètres de maille des phases  $\alpha$  et  $\beta$  vont dépendre de la teneur en éléments d'alliage. Les éléments en substitution que sont l'aluminium et le vanadium modifient normalement le rapport  $c/a$  de la phase  $\alpha$ . Par exemple, le vanadium dans la phase  $\alpha$  réduit le rapport  $c/a$  [19]. Dans l'alliage TA6V, les paramètres de maille moyens ( $a$  et  $c$ ) de la phase  $\alpha$  ne semblent cependant que peu influencés par la teneur en vanadium et aluminium en présence dans l'alliage [26,27], alors que le paramètre de maille moyen de la phase  $\beta$  varie, quant à lui, notablement en fonction de la teneur en vanadium présente dans l'alliage de titane. Comme montré sur la Figure I- 5, une augmentation de la teneur en vanadium dans la phase  $\beta$  conduit à une diminution du paramètre de maille moyen. Ainsi, le paramètre de maille moyen de la phase  $\beta$  est compris entre 0,319 nm et 0,325 nm pour des teneurs en vanadium comprises entre 10% et 20% massique [28]. Cette différence peut s'expliquer par la présence de solutés de plus petite taille que le titane dans l'alliage TA6V [29]. Une contraction du réseau est induite par la présence de vanadium en substitution qui, tout en présentant la même structure cristallographique que le titane, possède un paramètre de maille ( $a = 0,303$  nm [30]) plus petit que celui du titane. L'influence de l'aluminium sur le paramètre de maille moyen de la phase  $\beta$  est quant à elle limitée.

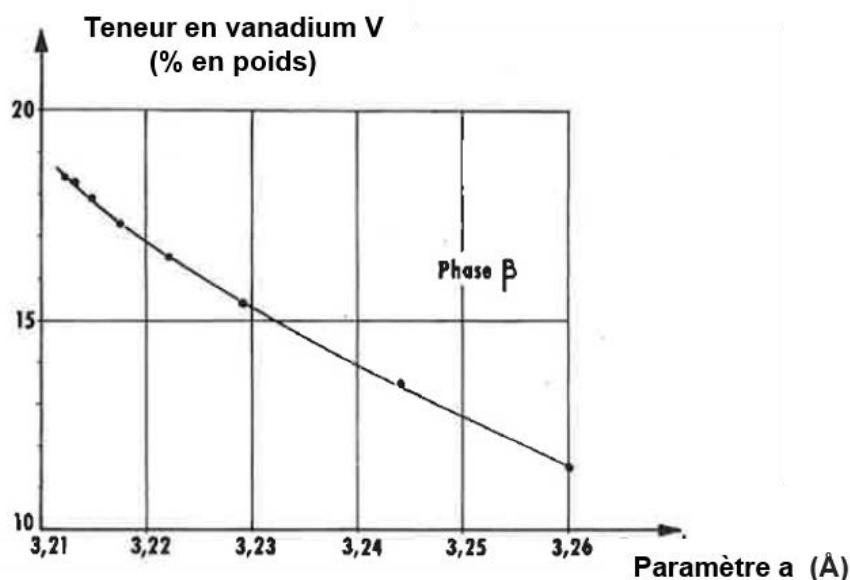


Figure I- 5. Evolution du paramètre de maille moyen de la phase  $\beta$  en fonction de sa teneur en vanadium à température ambiante [28].

Différentes microstructures sont obtenues en fonction du traitement thermomécanique subi.

### 1.3.1. Microstructures obtenues à partir du domaine monophasé $\beta$

Au cours d'un refroidissement depuis le domaine  $\beta$ , la morphologie de la phase  $\alpha$  est **aciculaire** ou **lamellaire** et l'épaisseur des lamelles est conditionnée par la vitesse de refroidissement imposée.

### 1.3.1.1. *Morphologie aciculaire*

Cette morphologie est rencontrée lorsque des vitesses de refroidissement rapides sont imposées. La phase  $\alpha$  se présente sous la forme d'aiguilles très fines dont l'épaisseur est conditionnée par la vitesse de refroidissement : plus la vitesse de refroidissement est faible, plus l'épaisseur des aiguilles est importante [19]. Lorsque la vitesse de refroidissement est très rapide ( $> 160^\circ\text{C/s}$ ), les fines aiguilles sont supposées être de la phase  $\alpha'$  martensitique.

### 1.3.1.2. *Morphologie lamellaire*

Pour des vitesses de refroidissement lentes, les aiguilles laissent place à des lamelles. La morphologie lamellaire, dite de Widmanstätten, se présente sous forme de colonies de lamelles (paquets de lamelles parallèles entre elles et de même orientation cristallographique) de phase  $\alpha$  parallèles entre elles et séparées par de la phase  $\beta$ . La diffusion des éléments d'alliage (éléments  $\alpha$ -gènes vers les lamelles et  $\beta$ -gènes à l'extérieur de ces lamelles) accompagne la germination et la croissance de cette phase. De manière générale, des colonies de lamelles sont rencontrées. Elles présentent une désorientation de  $60^\circ$  entre elles, valeur correspondant à l'angle entre les six variants de transformation de la phase  $\beta$  en phase  $\alpha$ . La longueur et l'épaisseur des lamelles sont proportionnelles à la vitesse de refroidissement. Une augmentation de la vitesse de refroidissement conduit non seulement à une diminution de la longueur des lamelles  $\alpha$  mais aussi de la taille des colonies [31]. Un exemple de morphologie lamellaire est donné en Figure I- 6.

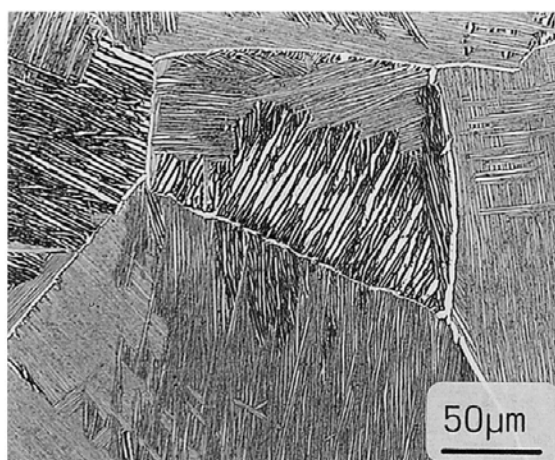


Figure I- 6. Morphologie lamellaire observée en microscopie optique dans un alliage  $\alpha + \beta$  (alliage de titane TA6V) [31].

### 1.3.2. *Microstructures obtenues à partir du domaine $\alpha + \beta$*

En appliquant une déformation plastique (forgeage) dans le domaine biphasé  $\alpha + \beta$  (à une température inférieure à  $T_\beta$ ), on assiste à une « fragmentation » des lamelles  $\alpha$  conduisant à une morphologie nodulaire (ou équiaxe) à l'issue d'un recuit de recristallisation. Les mécanismes de globularisation ont principalement été étudiés par Weiss et al. [32]. Ces auteurs rapportent que la principale force motrice de globularisation est apportée par la création de bandes de cisaillement dans les lamelles de phase  $\alpha$ . La formation d'une telle



énergie aux interfaces  $\alpha/\alpha$  en contact avec la phase  $\beta$  induirait une tension de surface suffisante pour faire pénétrer la phase  $\beta$  et ainsi fragmenter les lamelles  $\alpha$ . Weiss et al. suggèrent que la globularisation est d'autant plus facilitée que les lamelles sont fines. Shell et al. [33] ont également montré que la cinétique de globularisation est fortement dépendante de l'épaisseur des lamelles initiales.

La vitesse de refroidissement conditionne la microstructure finale. Ainsi, lorsque la vitesse est suffisamment lente, seule la croissance des nodules  $\alpha$  est effective. A l'inverse, lorsque la vitesse de refroidissement est suffisamment rapide, la croissance des nodules existants est limitée et on assiste à la nucléation de nouveaux germes de phase  $\alpha$  dont la croissance est lamellaire. La microstructure résultante est dite duplex (Figure I- 7). Les nodules  $\alpha$  ont classiquement des diamètres compris entre 10  $\mu\text{m}$  et 20  $\mu\text{m}$ . Les lamelles  $\alpha$  ont une épaisseur de l'ordre du micromètre pour une longueur d'une dizaine de microns [24].

L'obtention d'une microstructure duplex permet d'améliorer la ductilité au détriment de la ténacité et de la résistance mécanique en comparaison à une microstructure entièrement aciculaire [19].

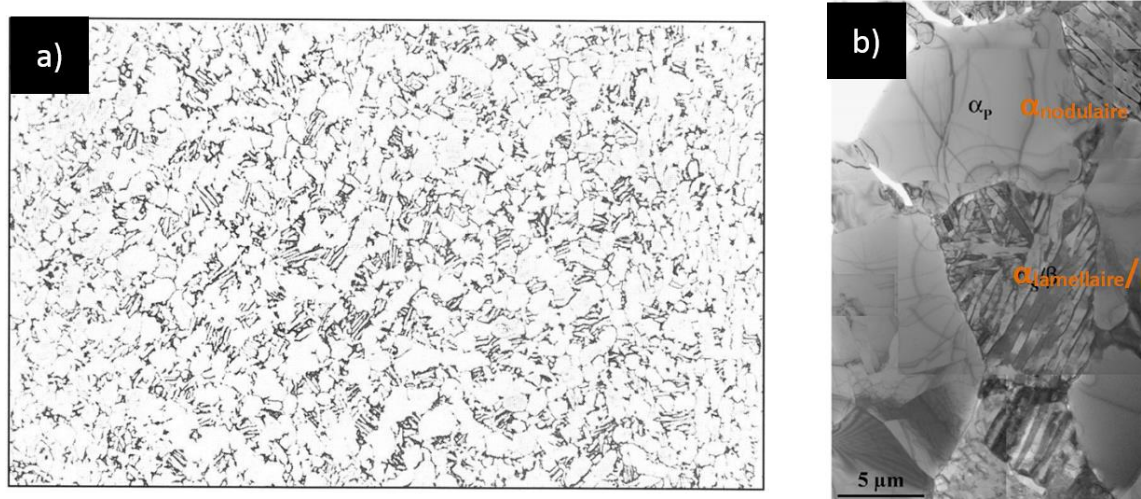


Figure I- 7. Microstructure duplex d'un alliage TA6V, obtenue par laminage à chaud, observée par : a) microscopie optique (microstructure « type » extraite du catalogue des microstructures) [34] et b) MET [31,35].

Lorsque la microstructure est duplex, les nodules  $\alpha$  peuvent parfois être partiellement restaurés. On observe alors des sous-grains allongés (Figure I- 8a), avec des épaisseurs d'environ 300 nm. Des réseaux de petites dislocations de type  $\langle a \rangle$  sont également présents dans ces sous-grains (Figure I- 8b). En ce qui concerne les lamelles  $\alpha$  formées au refroidissement (Figure I- 8c), des réseaux de dislocations distribués de manière hétérogène sont observés à la fois dans les lamelles  $\alpha$  et dans la phase  $\beta$  [24]. La désorientation entre les lamelles  $\alpha$ , issues de la même colonie, n'excède pas les 2-3°, et leur orientation par rapport à la phase  $\beta$  suit la relation d'orientation de Burgers [9] :  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$ ,  $\langle 111 \rangle_\beta // \langle 1120 \rangle_\alpha$  (présentée dans la section I- 1.1.1).



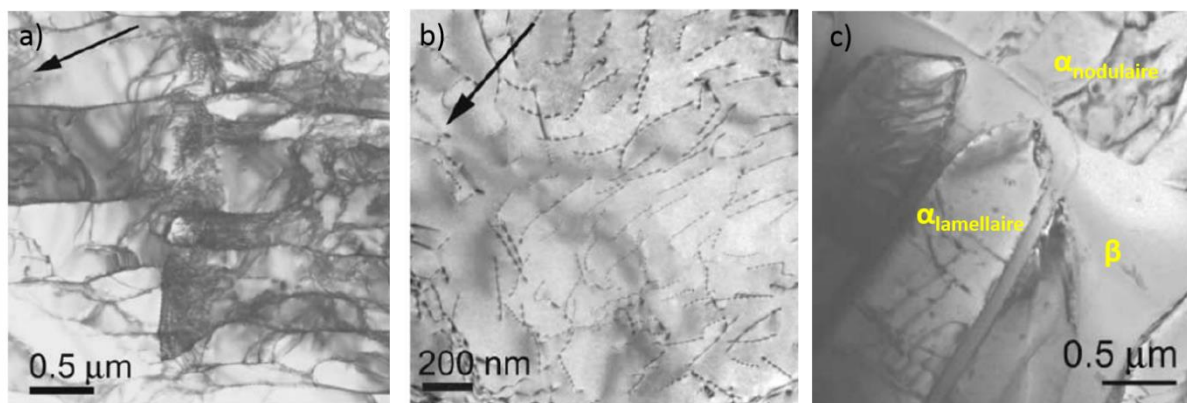


Figure I- 8. Observations MET d'une microstructure duplex d'un alliage de titane TA6V : a) Sous-joints de grains dans la phase  $\alpha$  nodulaire,  $g=(0111) [7253]$ , b) réseau de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans la phase  $\alpha$  nodulaire,  $g=(0111) [2110]$ , c) lamelles  $\alpha$  et phase  $\beta$  inter-lamellaire. Le vecteur  $\vec{g}$  est représenté par les flèches noires sur les micrographies. Les observations ont été réalisées en condition deux ondes [24].

#### 1.4. Propriétés mécaniques

Les effets des éléments solutés et de la microstructure sur les propriétés mécaniques sont détaillés dans cette partie.

##### 1.4.1. Effets des éléments solutés

Les éléments en substitution que sont l'aluminium et le vanadium modifient le rapport  $c/a$  de la phase  $\alpha$ . L'aluminium, élément  $\alpha$ -gène le plus couramment utilisé dans les alliages de titane, tend à augmenter le rapport  $c/a$  de la phase  $\alpha$  et augmente la cission critique des systèmes de glissement prismatiques [15,36]. Cela se traduit par une réduction de la ductilité et une augmentation de la résistance mécanique maximale [19,37]. Le vanadium dans la phase  $\alpha$ , quant à lui, réduit le rapport  $c/a$ . Sa présence dans l'alliage permet de diminuer la tendance à la fragilisation des alliages riches en aluminium. Le vanadium améliore la ductilité [19,25].

Des études en MET ont montré des déformations par glissement des dislocations en réseaux plans [38]. La planéité de ces glissements a été attribuée à l'effet d'un ordre à courte distance (SRO : *Short Range Ordering*) entre premier voisin d'atomes d'aluminium dans la phase  $\alpha$  dans les alliages de titane contenant entre 4% et 8% en masse d'aluminium [39]. La première dislocation détruirait l'ordre à courte distance provoquant un adoucissement. Les dislocations suivantes glisseraient alors dans le même plan de glissement [40]. La Figure I- 9 donne un exemple de glissement « plan », observé par MET.

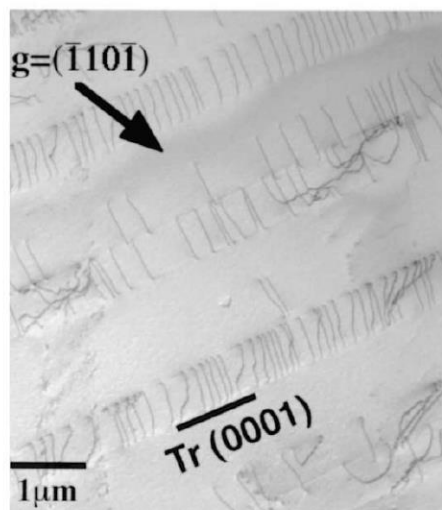


Figure I- 9. Exemple de glissement « plan » observé en MET dans les plans de base de la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V [40].

Les éléments de petite taille (hydrogène, oxygène, carbone, azote), vont quant à eux se placer en interstitiels. La présence d'hydrogène peut avoir des conséquences directes sur les propriétés mécaniques. Il ne faut pas oublier que sa présence peut entraîner la précipitation d'hydrures et ainsi conduire à une baisse drastique de la ductilité accompagnée d'une augmentation de la limite d'élasticité [41]. La limite de solubilité de l'hydrogène dans la phase  $\alpha$  (19 ppm dans l'alliage T40 [42,43] à température ambiante) est moindre en comparaison à celle dans la phase  $\beta$  (800 à 1000 ppm dans le cas de l'alliage TA6V [19] à température ambiante). Par conséquent, un alliage  $\alpha + \beta$  est moins sensible à la fragilisation par l'hydrogène qu'un alliage  $\alpha$ , grâce au piégeage de l'hydrogène par les quelques pourcents de phase  $\beta$  présents [44]. L'oxygène, le carbone et l'azote, éléments  $\alpha$ -gènes en insertion dans les sites octaédriques de la maille hexagonale, distordent la maille cristalline. Ils ont pour effet d'augmenter la dureté (durcissement par solution solide de la phase  $\alpha$  pour les différents grades de titane commercialement pur) et les caractéristiques de résistance mécanique ( $R_m$  et  $R_{p0.2}$ ) au détriment de la ductilité [19].

#### 1.4.2. Effets de la microstructure

Les propriétés mécaniques des alliages de titane sont fortement tributaires de la morphologie (lamellaire et nodulaire), la taille, la distribution et la fraction volumique de la phase  $\alpha$  mais également de la taille des grains parents. La microstructure spécifique recherchée nécessite une succession de traitements thermiques et thermomécaniques.

La déformation plastique, allongement à rupture du titane pur et de ses alliages est connue pour être fortement dépendante de l'orientation cristalline des phases. Dans le cas de l'alliage de titane TA6V, les interfaces et les joints de grains jouent un rôle important sur la déformation plastique à cause du SRO. La déformation (par les bandes planaires) va se propager à travers les grains favorablement orientés pour le glissement de type  $\langle a \rangle$  (prismatique ou basal). Des contraintes internes importantes vont se créer à cause des empilements de dislocations, lorsque les bandes de glissement vont affecter des grains adjacents dont l'axe  $\langle c \rangle$  est parallèle à la direction de déformation [38].

### 1.4.2.1. Les alliages de type $\alpha$

Le panel de microstructures des alliages de titane  $\alpha$  est moindre en comparaison de celui de l'alliage TA6V. De fait, les propriétés mécaniques en traction de ces alliages de type  $\alpha$  commercialement purs (CP) dépendent, en grande partie, de la teneur en oxygène (Figure I-10) et donc du grade du CP considéré. La résistance mécanique maximale et la limite d'élasticité augmentent linéairement avec la teneur en oxygène, qui va de pair avec une diminution de la ductilité (déduite des valeurs d'allongement à rupture). De plus, les essais Charpy ont montré que la résilience atteint une valeur maximale pour le CP grade 2. Une augmentation de la teneur en oxygène se traduit ensuite par une chute brutale de la résilience [23].

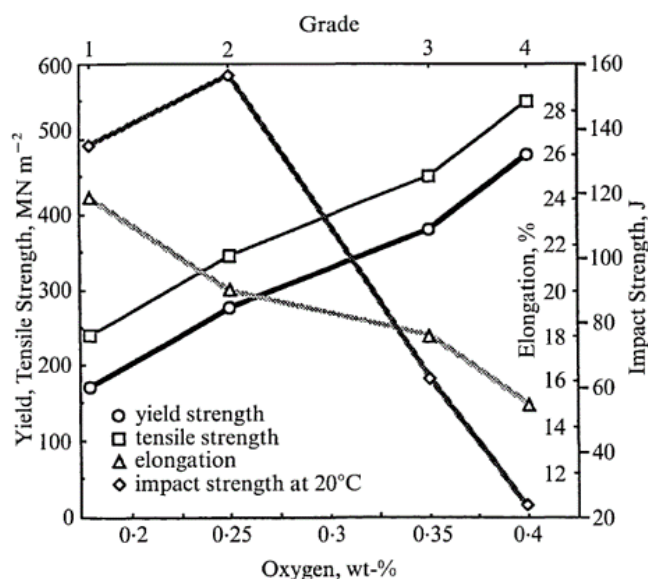


Figure I- 10. Evolution des propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance mécanique maximale, allongement et résilience) pour différents grades de titane commercialement pur en fonction de la teneur en oxygène [23].

### 1.4.2.2. L'alliage de titane TA6V

Les alliages de titane  $\alpha + \beta$  tels que l'alliage TA6V présentent en général une meilleure résistance mécanique en traction ( $R_m$ ) ainsi qu'une meilleure limite d'élasticité ( $R_{p0,2}$ ) en comparaison aux aciers austénitiques. La résistance mécanique en traction de l'alliage TA6V est comparable à celle des aciers ferritiques et martensitiques [45]. Ces propriétés mécaniques dépendent toutefois d'un grand nombre de grandeurs microstructurales : la taille des lamelles  $\alpha$  (conditionnée par la vitesse de refroidissement [31]), des colonies de lamelles, des nodules  $\alpha$ , et de la proportion de chaque morphologie (duplex, équiaxe, aciculaire, lamellaire). La ductilité, la ténacité et la tenue à la fatigue de l'alliage TA6V sont conditionnées par ces grandeurs microstructurales [19]. A titre d'exemple, lorsque la taille des nodules  $\alpha$  augmente pour une microstructure entièrement nodulaire, on assiste à une diminution de la ductilité, de la ténacité, de la tenue à la fatigue et à une augmentation de la résistance au fluage. Lorsque l'on augmente la taille de la phase  $\alpha$  de morphologie aciculaire ou lamellaire, les mêmes tendances sont observées (ductilité, tenue à la fatigue, résistance au fluage). En outre, pour

une morphologie lamellaire, la tortuosité du chemin de propagation des fissures liée à la morphologie en tant que telle, se traduit par une augmentation de la ténacité et une diminution de la vitesse de propagation des fissures, en comparaison à une morphologie équiaxe.

## 2. EFFETS DE L'IRRADIATION SUR LES METAUX

Dans cette partie, les effets de l'irradiation sur le titane et ses alliages sont présentés après avoir rappelé quelques généralités sur l'irradiation.

### 2.1. Interactions particules incidentes – matière

Les microstructures obtenues après irradiation sont le résultat des interactions entre les particules incidentes (ion, électron, neutron) et la microstructure du matériau cible. Ces interactions sont à l'origine de la création d'une grande densité de défauts ponctuels (lacunes et auto-interstitiels).

#### 2.1.1. Interactions électroniques et nucléaires

Au cours d'une irradiation, deux grands types d'interactions existent entre les particules incidentes et la matière [46].

- Les **interactions électroniques** (collisions inélastiques avec les électrons de la matière), prédominantes à haute énergie, conduisent majoritairement à des excitations électroniques par ionisations des atomes du réseau.
- Les **interactions nucléaires** (chocs élastiques avec les atomes de la matière), prédominantes à basse énergie, modifient principalement la microstructure. Il s'agit de chocs balistiques avec les noyaux cibles pouvant notamment déloger un atome du réseau de sa position initiale [47]. L'énergie maximale  $E_{max}$  cédée au noyau de masse  $M$  par la particule de masse  $m$  et d'énergie cinétique  $E_0$ , au cours d'un choc de ce type, s'exprime simplement par la relation [48–50] (Equation I-1) :

$$E_{max} = \frac{4 \cdot m \cdot M}{(m + M)^2} E_0 \quad (\text{Equation I-1})$$

L'intégration du flux (nombre de particules incidentes présentes par unité de surface et de temps) sur la durée d'irradiation permet de définir la fluence (nombre de particules incidentes par unité de surface). Le dommage créé par l'irradiation est usuellement quantifié par une unité appelée *dpa* (*déplacement par atome*). Le nombre de dpa (= dose) correspond au nombre de fois où chaque atome du milieu cible a été déplacé par les particules incidentes, au cours de la durée totale d'irradiation [46,51]. Dans la littérature, on pourra trouver, indifféremment les termes de « dose » et de « fluence ».

### 2.1.2. Energie seuil de déplacement

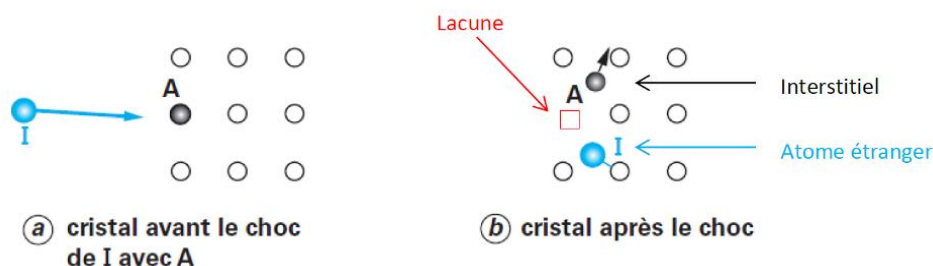
L'énergie seuil de déplacement  $E_d$  est l'énergie nécessaire pour déplacer un atome de sa position d'équilibre. Elle dépend de la composition chimique de l'alliage considéré, de la structure cristalline et de la direction cristallographique du déplacement [47]. Cette énergie décroît sensiblement avec la température. En général, sa valeur est de quelques dizaines d'eV [48].

A la suite d'un choc, si l'énergie transmise à l'atome cible  $E_T$  est inférieure à l'énergie seuil de déplacement atomique  $E_d$ , l'atome ne quitte pas son site mais oscille autour de sa position d'équilibre. L'énergie est donc dissipée par les vibrations du réseau (production de phonons thermiques) [49,52–54].

Si, au contraire, l'énergie  $E_T$  transmise par la particule incidente est supérieure à  $E_d$ , trois cas se présentent.

#### 2.1.2.1. Cas 1 : $E_d < E_T < 2 E_d$

L'énergie  $E_T$  transmise à l'atome cible étant insuffisante pour déplacer un autre atome, cet atome cible se placera en position interstitielle, laissant une lacune sur son site initial (Figure I- 11) [46].



**Figure I- 11. Mécanisme élémentaire de formation d'un défaut primaire par collision de l'ion énergétique incident (I) avec un atome de la matrice (A) [46].**

Une paire de Frenkel est ainsi créée. Pour obtenir une paire de Frenkel stable, il faut que l'interstitiel soit suffisamment loin de sa lacune pour être en dehors de son volume de recombinaison [46,55]. Ce premier atome déplacé est usuellement appelé atome « primaire » ou *Primary Knock on Atom* (PKA).

#### 2.1.2.2. Cas 2 : $2 E_d < E_T < E_c$

Dans le cas où l'énergie  $E_T$  transmise à l'atome primaire est grande (mais inférieure à l'énergie de freinage électronique  $E_c$ ), l'atome primaire pourra interagir avec un autre atome de la cible et lui transmettre de l'énergie cinétique conduisant à la formation d'une seconde paire de Frenkel [46,48,55]. Cet atome pourra à son tour, interagir avec d'autres atomes de la cible tant que son énergie cinétique est supérieure à la valeur d'environ  $2 E_d$ . Le PKA peut lui aussi continuer à interagir avec d'autres atomes si son énergie cinétique est suffisante. Dans cette gamme d'énergie, le PKA déplacera ainsi un atome par multiple de  $2 E_d$ . Ces

atomes déplacés sont désignés en tant qu'« atomes secondaires ». Les séquences de collisions engendrées sont appelées cascades de déplacements.

Une distinction est faite entre les cas où l'énergie incidente est de quelques dizaines de keV et pour lesquels une seule cascade de déplacements est créée par le PKA, et les cas où l'énergie incidente est suffisante (de l'ordre du MeV) pour que les PKA puissent céder une partie de leur énergie à plusieurs atomes secondaires qui engendreront chacun une cascade de déplacements. On parle alors de chapelets de cascades de déplacements, les cascades de ces chapelets étant appelées sous-cascades [46,49].

### 2.1.2.3. Cas 3 : $E_c < E_T$

Dans ce cas d'une énergie transmise supérieure à l'énergie limite  $E_c \approx M_I c^2$  (où  $M_I$  est le nombre de masse), la perte d'énergie se fait par excitation électronique et ne conduit pas à des déplacements atomiques [47–49]. Les pertes d'énergie sont principalement inélastiques.

### 2.1.3. Facteur de transfert, section efficace de collision et déplacement efficace

Un paramètre important à considérer est le **facteur de transfert d'énergie** de la particule incidente sur l'atome cible. Sa valeur est d'autant plus proche de 1 (transfert total) que la masse de la particule incidente est proche de celle de l'atome cible.

Ce facteur de transfert explique en partie, pourquoi les ions lourds (volumineux) ne pénètrent que peu dans le matériau. Un ion lourd, en cédant une partie de son énergie cinétique à l'atome cible, fournit alors à ce dernier une énergie cinétique suffisante pour pouvoir déplacer d'autres atomes, de proche en proche. En revanche, l'ion incident n'a plus assez d'énergie pour déplacer beaucoup d'atomes et un petit nombre de grandes cascades sera créé [51,56]. Les ions légers (de petite taille) comme les protons, quant à eux, créent un plus grand nombre de petites cascades, pour une même énergie incidente [56]. En effet, le transfert d'énergie entre atomes étant plus faible, les atomes cibles (PKA) déplacent moins d'atomes secondaires et l'énergie de l'ion incident est encore suffisante pour déplacer d'autres atomes voisins [51]. Les électrons, de par leur faible masse associée à leur faible volume, ne perdent qu'une faible partie de leur énergie à chaque choc, et ne créent que des paires de Frenkel, dont une grande partie est isolée [48,51,56,57]. Tenir compte de l'isolement des paires de Frenkel est essentiel pour comprendre les dommages d'irradiation et les mécanismes d'apparition des défauts dans le matériau.

La profondeur de pénétration des particules dépend également de leur **section efficace de collision**. A facteur de transfert égal, la probabilité pour la particule incidente de rencontrer un atome est d'autant plus grande et elle sera stoppée d'autant plus rapidement qu'elle aura été freinée au préalable par les interactions électroniques. A titre d'exemple, les neutrons déplacent assez peu d'atomes sur leur trajectoire et pénètrent en profondeur dans la matière [48]. Ceci est en partie due à leur neutralité électronique (absence d'interaction électronique) [49]. Concernant les ions, cela va dépendre de leur nature, ion lourd ou ion léger. Les électrons, quant à eux, ont un pouvoir de pénétration modéré malgré leur faible transfert d'énergie.

Un troisième paramètre à considérer est le **déplacement efficace** qui traduit la quantité de défauts qui ne se recombinent pas instantanément. Alors que les électrons produisent des paires de Frenkel espacées qui n'ont que peu de probabilité de se recombiner, les neutrons forment des cascades denses dans lesquelles les défauts peuvent se recombiner plus facilement. Ceci explique alors le déplacement efficace élevé pour les électrons et très faible pour les neutrons. Pour les ions, la faculté de recombinaison des défauts va dépendre de la nature de l'ion, lourd ou léger.

La Figure I- 12 illustre les différents types de dommages rencontrés en fonction des particules incidentes (d'une énergie de 1 MeV), l'énergie cédée à la particule cible (énergie de recul  $\bar{T}$ ) et le déplacement efficace  $\epsilon$  [51,58].

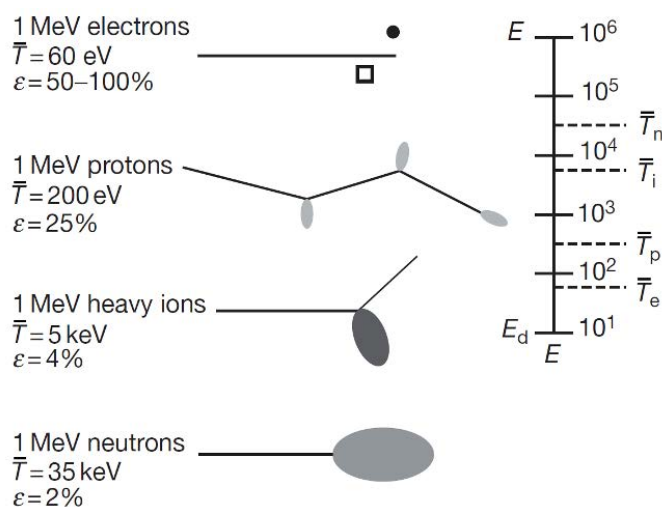


Figure I- 12. Morphologie du dommage en fonction de l'énergie moyenne de recul  $\bar{T}$  et le déplacement efficace  $\epsilon$  pour des particules incidentes de différentes natures à une énergie de 1 MeV dans du nickel [51,58].

#### 2.1.4. Les cascades de déplacement

Au sein de la cascade, les paires interstitiel/lacune, espacées de quelques distances atomiques, vont être attirées élastiquement. La plupart des défauts créés dans la cascade vont ainsi s'annihiler quasi-instantanément. Les défauts restant sont libres de migrer dans le cristal jusqu'à :

- Leur recombinaison (annihilation lacune/interstitiel) ;
- Leur élimination aux puits de défauts (dislocation, joint de grains, surface libre, interface) ;
- Leur agglomération en défauts plus complexes, qui seront explicités dans le paragraphe I- 2.1.5.

La Figure I- 13 résume le devenir d'un défaut ponctuel après sa création, dans la cascade de déplacements [49].

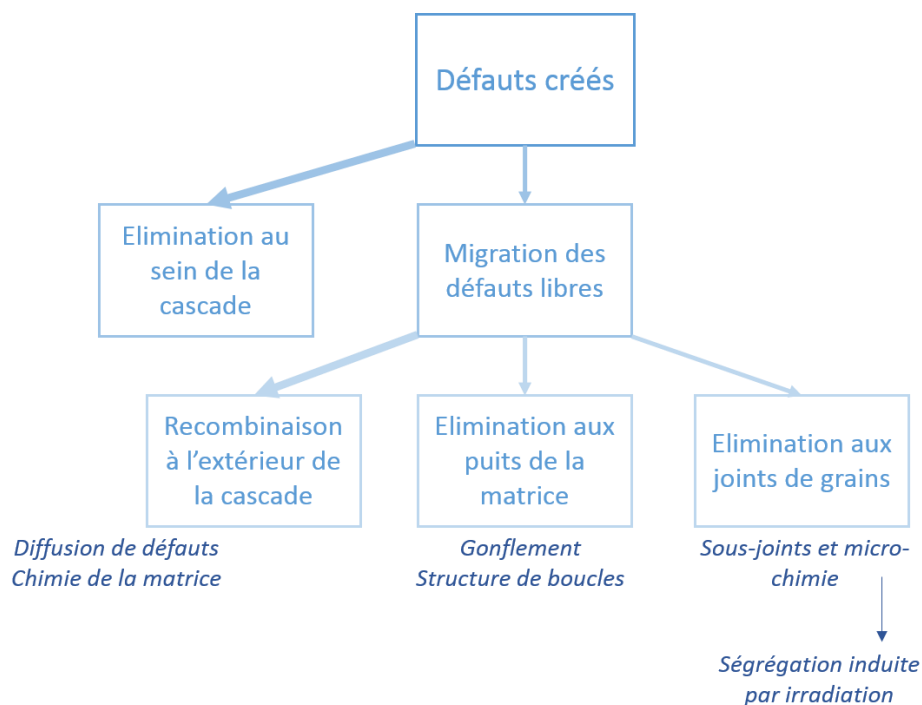


Figure I- 13. Synoptique illustrant l'évolution des défauts ponctuels après leur création, dans la cascade de déplacements [49,51].

#### 2.1.5. Bilan des défauts potentiels lors d'interactions particules/matière

Lors d'interactions particules/matière, une très large population de défauts d'irradiation peut être ainsi créée :

- Ponctuels ou paires lacune/interstitiel appelées aussi **paires de Frenkel** ;
- Linéaires comme des dislocations ou des boucles de dislocation ;
- Plans comme des fautes d'empilement ;
- Volumiques comme des **cavités** (amas de lacunes), des **bulles** (amas de lacunes et d'atomes de gaz), des **précipités**.

### 2.2. Influence de l'irradiation sur la diffusion, la thermodynamique et la précipitation

#### 2.2.1. Diffusion accélérée par irradiation

Les défauts (interstitiels et lacunes) produits en concentrations importantes, au cours de l'irradiation, accélèrent la diffusion des éléments solutés [48,49]. Dans le cas d'absence d'annihilation des défauts aux puits (joints de grains, dislocations, ...) ou de disparition par recombinaison mutuelle, les défauts se déplacent et s'agglomèrent de manière à former de plus gros défauts (boucles lacunaires ou interstitielles) [49,59]. De plus, la production des défauts ponctuels sous irradiation est continuellement effective. De fait, on assiste à un flux constant de défauts vers les puits, ce qui peut conduire à de la ségrégation induite par l'irradiation (RIS) dont le mécanisme est explicité dans le paragraphe suivant [60].



2.2.2. Effet Kirkendall inverse et ségrégation induite par l'irradiation (RIS : Radiation-Induced Segregation)

Dans un couple de diffusion A–B porté en température (Figure I- 14), la différence de coefficient de diffusion conduit à des flux différents d'atomes ( $J_A$  et  $J_B$ ), entraînant ainsi un flux de lacunes ( $J_L$ ) vers le matériau le plus diffusif et la formation de porosités dans le matériau le plus diffusif. C'est l'effet Kirkendall.

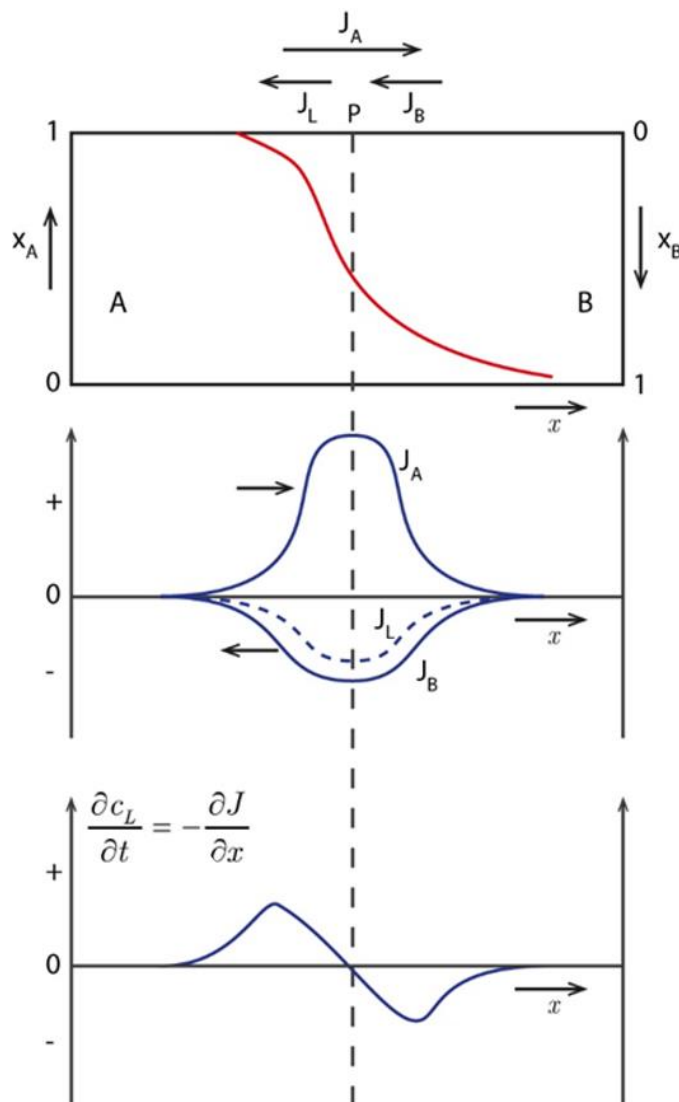


Figure I- 14. Représentation schématique de l'effet Kirkendall pour un couple de diffusion A – B.

Sous l'effet de l'irradiation, un grand nombre de défauts ponctuels sont créés (lacunes, interstitiels,...). La diffusion des lacunes entraîne un flux de solutés en sens inverse : c'est l'effet Kirkendall inverse [49,61,62]. Les puits de défauts sont appauvris en éléments solutés dont la diffusivité est rapide et inversement pour les éléments solutés dont la diffusivité est la plus lente [48,63].

Par ailleurs, la diffusion des interstitiels vers les puits entraîne la diffusion des solutés par un phénomène appelé *dragging effect*. La fluctuation chimique se traduit par la présence de zones localement enrichies en un élément soluté et déplétées autour [47–49,51,56].

La combinaison de ces deux phénomènes induisent des ségrégations en solutés aux puits de défauts et sont à l'origine du RIS.

Le phénomène de RIS apparaît uniquement dans une gamme température / taux de dommage donnée, schématisé Figure I- 15 [59]. A basse température d'irradiation, les défauts, peu mobiles, se créent et se recombinent rapidement : il n'y a pas ou peu de RIS. A haute température, ce sont les phénomènes de diffusion thermiques qui dominent. Le RIS prend ainsi place dans une gamme de température « intermédiaire » qui dépend du flux.

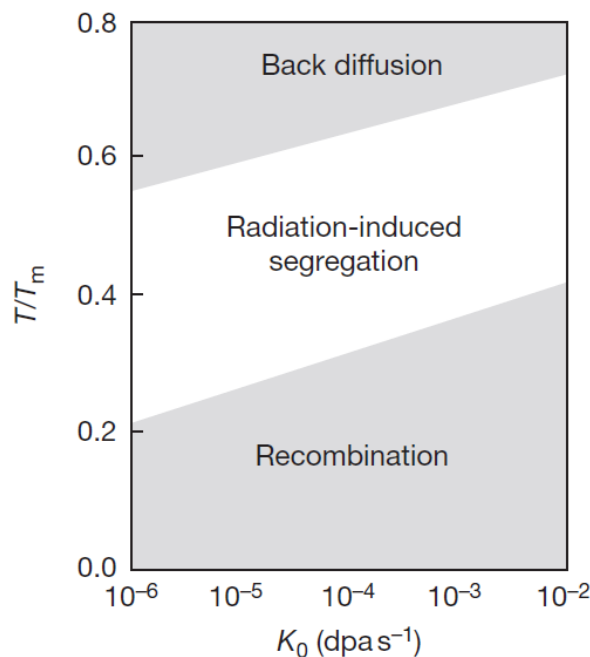


Figure I- 15. Influence de la température d'irradiation et du taux de dommage (dpa/s) sur la ségrégation induite par irradiation [59].

### 2.2.3. Précipitation sous irradiation

Une ségrégation chimique locale peut favoriser la germination de nouvelles phases. D'après certains auteurs [64], les précipités formés par RIS ont la composition chimique d'équilibre thermodynamique (à la température d'irradiation). D'autres auteurs [60,65] pensent que les précipités ont une composition « d'équilibre » sous irradiation qui n'est pas nécessairement celle donnée par le diagramme de phase hors irradiation. A titre d'exemple, on peut citer les précipités  $\beta$ -Nb dans les alliages Zr-Nb, contenant 90% de niobium à l'équilibre hors irradiation, et 55% sous irradiation [65,66]. La force motrice de croissance de ces précipités est principalement liée à la sursaturation en éléments solutés à l'interface précipité/matrice [64].

Dans le cas de systèmes multi-constitués, trois catégories de phases précipitées sous irradiation ont été recensées dans la littérature [56] :

- **Induite** par irradiation : la phase formée due à la ségrégation de solutés est métastable, et se dissout lors d'un recuit ultérieur à la température de l'irradiation ;

- **Accélérée** (ou **retardée** [67]) par l'irradiation : la phase formée est stable thermodynamiquement. En revanche, la cinétique de germination et de croissance est fortement modifiée (accélérée ou retardée) en comparaison à celle de l'état non irradié ;
- **Modifiée** par l'irradiation : les précipités sont de composition chimique différente de ceux thermodynamiquement stables.

Les phases préexistantes à l'irradiation peuvent également être affectées. Elles peuvent s'amorphiser, se dissoudre, se décomposer, et également voir leur chimie évoluer [68].

La nature des interfaces (cohérente et incohérente) entre les phases précipitées et la phase parente joue également un rôle important sur la cinétique de croissance des précipités. La plupart des auteurs semblent s'accorder pour attribuer la croissance des précipités incohérents au phénomène de RIS [48,49]. En effet, leur interface contient un grand nombre de défauts et sert de puits aux défauts d'irradiation. La croissance et la stabilité des précipités cohérents, semblent, quant à elles, plus difficiles à expliquer et à décrire d'après ces auteurs (dans le cas d'une interface cohérente, l'interface ne contient que peu de défauts) [48,49].

### 2.3. Influence des paramètres d'irradiation : température, dose et flux

D'après différents auteurs, qui ont étudié des aciers austénitiques irradiés [56,69], deux régimes de température peuvent être distingués. L'évolution des défauts avec la dose et le flux dépend du régime de température dans lequel les irradiations sont réalisées.

Dans le régime dit de « basse température », les défauts sont peu mobiles et les phénomènes balistiques (recombinaison dans les cascades par exemple) sont prépondérants par rapport aux phénomènes de diffusion. Les boucles de dislocations sont créées majoritairement dans les cascades, et un niveau de saturation en défauts est atteint dès les faibles doses. L'influence de la température et de la dose d'irradiation sur les boucles de dislocations est donc limitée dans le cas d'irradiation dans le régime dit de « basse température » [56,69].

Dans le régime dit de « haute température », les phénomènes de diffusion deviennent prépondérants [56,69]. Augmenter la température conduit à réduire la sursaturation en défauts [59], à augmenter l'annihilation des défauts aux puits grâce à des processus de diffusion plus rapides au détriment de la recombinaison dans les cascades [70]. La nucléation des boucles est alors réduite. De plus, la diffusivité des défauts ponctuels est améliorée et la croissance des boucles est facilitée.

Enfin, il est courant de considérer que diminuer le taux de dommage (= diminuer le flux d'irradiation) est l'équivalent d'augmenter la température d'irradiation. En effet, diminuer le flux diminue la quantité de défauts ponctuels créés dans un temps donné, et ainsi diminue le taux de recombinaison lacune/interstitiel. Les phénomènes de diffusion et annihilation aux puits de défauts sont donc favorisés au détriment des phénomènes de recombinaison, comme à température plus élevée. Was et al. [51] proposent une expression analytique (Equation I-2) permettant d'estimer le décalage en température correspondant à la différence de taux de dommage (flux d'irradiation) pour obtenir une microstructure donnée.

$$T_2 - T_1 = \frac{\left(\frac{kT_1^2}{E_{vm}+2E_{vf}}\right) \ln\left(\frac{K_2}{K_1}\right)}{1 - \left(\frac{kT_1}{E_{vm}+2E_{vf}}\right) \ln\left(\frac{K_2}{K_1}\right)} \quad (\text{Equation I-2})$$

Où  $T_i$  et  $K_i$  sont respectivement les températures d'irradiation et les taux de dommage,  $E_{vm}$  l'énergie de migration des lacunes et  $E_{vf}$  l'énergie de formation des lacunes.

Un couplage entre flux et température pour obtenir une microstructure de défauts donnée a pu être établi [49,51,71]. Pour une température donnée, diminuer le flux conduit à l'obtention d'une microstructure représentative des irradiations à plus haute température. Toutefois, dans le régime « basse température », la microstructure est peu sensible à la température [69]. La microstructure sera donc aussi peu sensible aux variations de taux de dommage dans le régime « basse température », alors que diminuer le taux de dommage conduit à augmenter le diamètre des boucles et diminuer leur densité dans le domaine « haute température ».

#### 2.4. Conséquences microscopiques de l'irradiation

La formation des défauts d'irradiation dans les métaux hcp est dominée par la géométrie du cristal hexagonal. En général, les boucles de dislocations ont pour plans d'habitat  $\{10\bar{1}0\}$  et  $(0001)$ , et ont pour vecteurs de Burgers respectifs :

$$\frac{1}{3} \langle 1\bar{2}10 \rangle \text{ (boucles de dislocations de type } \langle a \rangle \text{)}$$

$$\text{et } \frac{1}{6} \langle 20\bar{2}3 \rangle \text{ (boucles à composante } \langle c \rangle \text{)}.$$

Les boucles  $\langle a \rangle$  sont en général de nature interstitielle et les boucles à composantes  $\langle c \rangle$  lacunaire. Dans des matériaux tels que le titane ou le zirconium, des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  de nature lacunaire peuvent aussi être rencontrées, contrairement aux autres matériaux de structure hexagonale [4,72].

La nature et le plan d'habitat des boucles de dislocations, dans les matériaux hexagonaux, dépendent du rapport  $c/a$  [73]. Les boucles dans les plans prismatiques sont ainsi présentes préférentiellement lorsque le rapport  $c/a < 1,732$  alors que l'apparition des boucles dans le plan basal sera favorisée pour un rapport  $c/a \geq 1,732$ . Plus on est proche de la compacité maximale, plus l'énergie de formation des boucles à composante  $\langle c \rangle$  est faible.

Lorsque le rapport  $c/a$  est inférieur à 1,732, la probabilité de formation des boucles de dislocations dans le plan basal augmente avec les impuretés [72], la température d'irradiation ou encore l'introduction d'une contrainte mécanique (en traction – pour les boucles interstitielles [73] ou en compression – pour les boucles lacunaires [73]). Il existe souvent un temps d'incubation durant lequel la formation de boucles dans le plan basal sera limitée. La durée du temps d'incubation peut être mise en relation avec l'évolution de la chimie locale dans le matériau. Enfin, il faut préciser que plusieurs mécanismes peuvent décrire les effets des impuretés sur les plans d'habitat des dislocations [73] :

- L'abaissement de l'énergie de formation des fautes d'empilement, par une modification locale du rapport  $c/a$ , résultant en une plus basse énergie de

formation des boucles dans le plan basal en comparaison de celle dans le plan prismatique ;

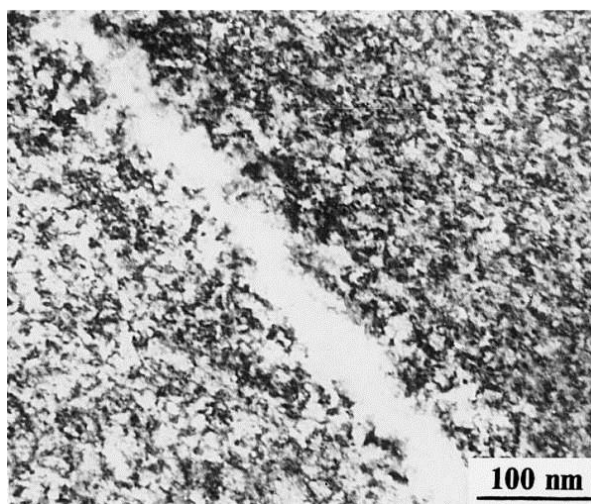
- La création d'un champ de déformation élastique au voisinage des précipités.

## 2.5. Conséquences macroscopiques de l'irradiation

Deux principaux effets sont présentés ici : le durcissement / fragilisation et la croissance induite par irradiation [47].

### 2.5.1. *Durcissement et fragilisation induits par irradiation*

Le durcissement est en général accompagné d'une réduction de la ductilité (allongement à rupture et ténacité) [53,56]. Les boucles de dislocations, formées au cours de l'irradiation, contribuent au durcissement induit par irradiation, en entravant le mouvement des dislocations, responsable de la ductilité du matériau [47,53,56]. Durant les essais mécaniques, des canaux « dénués » de défauts (Figure I- 16) se forment [74]. Le glissement de la première dislocation balaye les défauts d'irradiation (les boucles de dislocations), et rend ainsi le glissement plus facile pour les dislocations suivantes, qui ont alors tendance à emprunter le même chemin. La déformation mécanique se localise dans ces canaux dans lesquels un taux de déformation locale très important est obtenu. La rupture survient alors car localement la déformation à rupture est atteinte alors que le taux de déformation macroscopique reste faible.



**Figure I- 16.** Canal dénué de défauts d'irradiations observé en MET dans un alliage de titane de type  $\alpha$ , irradié aux neutrons ( $4.10^{24}$  n/m<sup>2</sup>) à une température de 200-250°C [74].

La température et la dose d'irradiation affectent le durcissement et l'allongement à rupture du matériau. À dose égale, et dans le régime « haute température », la fragilisation par irradiation diminue lorsque la température augmente, ceci étant attribué essentiellement à l'obtention de défauts d'irradiation moins nombreux et de plus grande taille, à plus haute température, comme décrit au paragraphe I- 2.3. Concernant l'influence de la dose, la fragilisation est d'autant plus importante que la dose est élevée [53] mais avec une saturation qui peut apparaître dès les faibles doses.

La précipitation d'une nouvelle phase sous irradiation peut également contribuer au durcissement [53].

### 2.5.2. Croissance induite par irradiation

La « croissance induite par irradiation » est un phénomène observé dans les matériaux hexagonaux dû à une modification des paramètres de maille, dans le plan basal et le plan prismatique [56,70]. Il peut s'expliquer en considérant la différence de diffusion anisotropique (DAD) des SIA (*Single Interstitial Atom*). Le modèle DAD suppose que les SIA ont une plus grande mobilité dans le plan de base que le long de l'axe  $\langle c \rangle$ , et que la diffusion des lacunes s'opère de manière isotrope. Les dislocations ou joints de grains parallèles à l'axe  $\langle c \rangle$  absorbent ainsi un flux important de SIA [5,75]. Cela se traduit par une expansion suivant l'axe  $\langle a \rangle$  et une contraction suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . Au début de l'irradiation, dans un matériau contenant peu de dislocations, les puits dominants pour les défauts ponctuels sont les joints de grains et la croissance est rapide (zone 1 sur la Figure I- 17). A plus forte fluence, les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  deviennent des puits dominants, et leur faible biais pour l'absorption des SIA ralentit la croissance (zone 2). Lorsque les boucles à composante  $\langle c \rangle$  apparaissent en densité notable, on assiste à une accélération de la croissance (zone 3) due à la superposition dans les plans de base de ces grandes boucles de nature lacunaire. Lorsque le matériau est texturé, ce phénomène peut conduire à des allongements macroscopiques, comme c'est le cas des gaines en alliages base zirconium (Figure I- 17) [68,76].

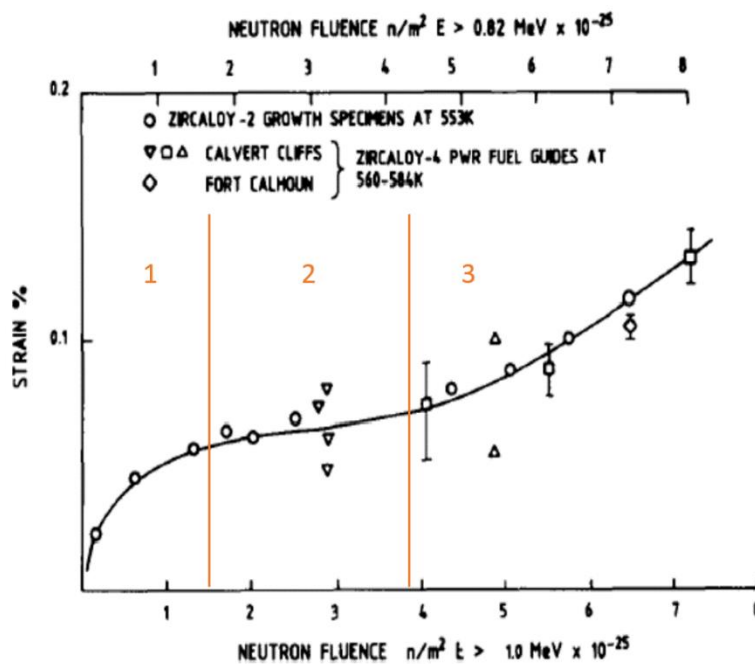


Figure I- 17. « Croissance induite par irradiation » observée dans des gaines de Zircaloy-2 et de Zircaloy-4 recuit [76].

### 2.6. Irradiation dans les alliages de titane

Dans cette section, les effets de l'irradiation (neutronique et ionique) sur les alliages de titane, du point de vue microstructural et mécanique, sont illustrés. Une attention plus

particulière est portée sur l'influence des paramètres d'irradiations tels que la dose ou la température, paramètres affectant la microstructure du matériau [56].

### 2.6.1. Influence de l'irradiation sur la microstructure des alliages de titane

Il convient tout d'abord de préciser que la littérature portant sur l'irradiation des alliages de titane  $\alpha$  est pauvre. Cependant, les quelques publications ont permis d'extraire un certain nombre de données pertinentes qui sont présentées dans cette section.

#### 2.6.1.1. *Microstructure d'irradiation dans les alliages de type $\alpha$*

Dans le cas des **alliages de titane de type  $\alpha$** , plusieurs travaux ont été menés afin d'évaluer l'impact de la température et de la dose sur les défauts obtenus pendant l'irradiation. Les conditions expérimentales sont résumées dans le Tableau I- 2. L'ensemble des résultats présentés ici traitent du titane pur ou commercialement pur, à l'exception du RK-20, qui est un alliage de type  $\alpha$  contenant 20% en masse de zirconium [74].



**Tableau I- 2. Conditions d'irradiations aux neutrons, protons et ions lourds dans les alliages de type  $\alpha$ , utilisées par différents auteurs.**

	Matériau	Energie	Dose	Température (°C)	Taux de dommage (dpa/s)	Référence
Irradiation neutronique	RK-20	> 0,5 MeV	$4 \cdot 10^{24}$ neutrons/m <sup>2</sup>	200 – 400	Non fourni	[74]
	Titane $\alpha$ Marz grade <sup>1</sup> (recuit, 10% cold worked (c.w.), 64% c.w.)	> 0,1 MeV	$10^{25} - 10^{26}$ neutrons/m <sup>2</sup>	316 – 505	Non fourni	[70]
	Titane pur à 99,9%	> 0,1 MeV	$3 \cdot 10^{21}$ neutrons/m <sup>2</sup>	450	Non fourni	[77]
Irradiation aux protons	Titane pur à 99,9%	590 MeV	$4 \cdot 10^{-4} - 4 \cdot 10^{-1}$ dpa	Ambiante – 250°C	$10^{-7}$	[78]
Irradiation aux ions lourds	Ti-70A	5 MeV (Ni <sup>2+</sup> ) 300 keV (He <sup>+</sup> )	50 dpa	400 – 630°C	$8 \cdot 10^{-3}$	[79]

L'ensemble des résultats expérimentaux (taille et densité de défauts) issus de la littérature est donné dans le Tableau I- 3.

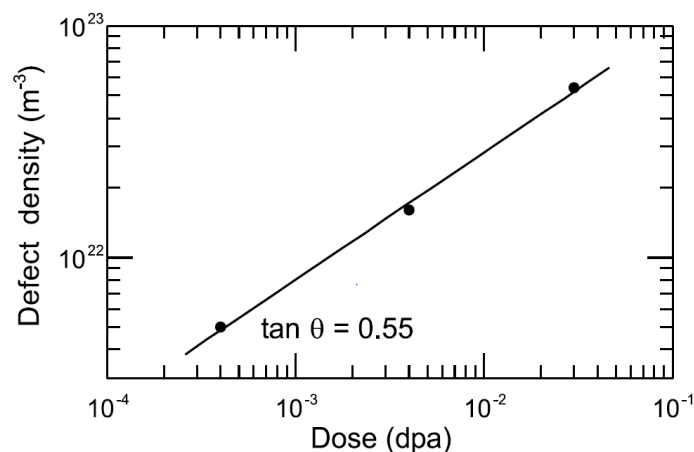
<sup>1</sup> Un alliage de titane grade Marz est constitué de 78 ppm de carbone, 6 ppm d'azote et 63 ppm d'oxygène [8].

**Tableau I- 3. Données tirées de la littérature : taille et densité de défauts en fonction des conditions d'irradiations aux neutrons, protons et ions lourds dans les alliages de type  $\alpha$ .**

	Matériau considéré	Dose	Température (°C)	Taille des défauts (nm)	Densité de défauts (m <sup>-3</sup> )	Référence
Irradiation neutronique	RK-20	4.10 <sup>24</sup> neutrons/m <sup>2</sup>	200 – 250	2 – 3	5.10 <sup>23</sup>	[74]
	Titane $\alpha$ (recuit)	10 <sup>25</sup> neutrons/m <sup>2</sup>	316	25	7.10 <sup>20</sup>	[70]
			348	35	6.10 <sup>20</sup>	
	Titane $\alpha$ (10% c.w.)	10 <sup>25</sup> neutrons/m <sup>2</sup>	316	26	5.10 <sup>20</sup>	[70]
			348	39	4.10 <sup>20</sup>	
RK-20	4.10 <sup>24</sup> neutrons/m <sup>2</sup>	400	10 – 30	0,5.10 <sup>21</sup> – 1.10 <sup>21</sup>	[74]	
Titane pur à 99,9%	3.10 <sup>21</sup> neutrons/m <sup>2</sup>	450	20 – 150	2,5.10 <sup>21</sup>	[77]	
Irradiation aux protons	Titane pur à 99,9%	4.10 <sup>-3</sup> dpa	Ambiante	Non fourni	5.10 <sup>21</sup>	[78]
	Titane pur à 99,9%	3.10 <sup>-2</sup> dpa	Ambiante	Non fourni	2.10 <sup>22</sup>	[78]
	Titane pur à 99,9%	4.10 <sup>-1</sup> dpa	Ambiante	Non fourni	7.10 <sup>22</sup>	[78]
Irradiation aux ions lourds	Ti-70A	50 dpa	400 – 630°C	Microstructures similaires à [77] (pas de données quantitatives propres aux travaux réalisés par les auteurs)		[79]

Dans le titane pur (99,9%), l'irradiation, qu'elle soit neutronique ou ionique, provoque la formation d'amas de défauts ponctuels notamment sous la forme de boucles de dislocations [77–79].

La Figure I- 18 présente la variation de la densité de défauts (somme des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et *black dots*) en fonction de la dose d'irradiation (en échelle log/log) à température ambiante pour un titane pur polycristallin irradié aux protons [78]. Comme attendu, la densité de défauts augmente avec la dose. Les auteurs ont également noté, pour des doses comprises entre  $4 \cdot 10^{-4}$  dpa et  $4 \cdot 10^{-1}$  dpa, une grande quantité de *black dots* d'environ 2,4 nm de diamètre en moyenne qui apparaît après irradiation, en complément des défauts linéiques classiquement rencontrés. Les *black dots* sont des amas d'interstitiels et non des précipités induits par l'irradiation [74].



**Figure I- 18.** Densité de défauts (somme des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et *black dots*) en fonction de la dose d'irradiation à température ambiante pour un titane pur polycristallin irradié aux protons [78].

L'évolution de la microstructure du RK-20 sous irradiation neutronique avec la température est illustrée sur la Figure I- 19. Après irradiation à une température comprise entre  $200^{\circ}C$  et  $250^{\circ}C$ , une densité importante ( $5 \cdot 10^{23} m^{-3}$ ) de défauts d'irradiation est observée sous forme de *black dots* et de petites boucles de dislocations de quelques nanomètres de diamètre, uniformément distribués dans la phase  $\alpha$  (Figure I- 19b). En augmentant la température d'irradiation ( $300^{\circ}C$ – $400^{\circ}C$ ), la densité de dislocations augmente et des boucles de dislocations de 10–30 nm de diamètre apparaissent (Figure I- 19c). Leur densité n'excède pas les  $10^{21} m^{-3}$  (Tableau I- 3). Ces boucles ont un vecteur de Burgers de type  $\langle a \rangle$  [70].

Aux joints de forte désorientation, des précipités intermétalliques  $TiZrFe_{0,5}Ni_{0,5}$  (indiqués par la flèche orange de la Figure I- 19d), de structure hexagonale compacte ( $a = 0,523$  nm,  $c = 0,853$  nm) sont observées [74].

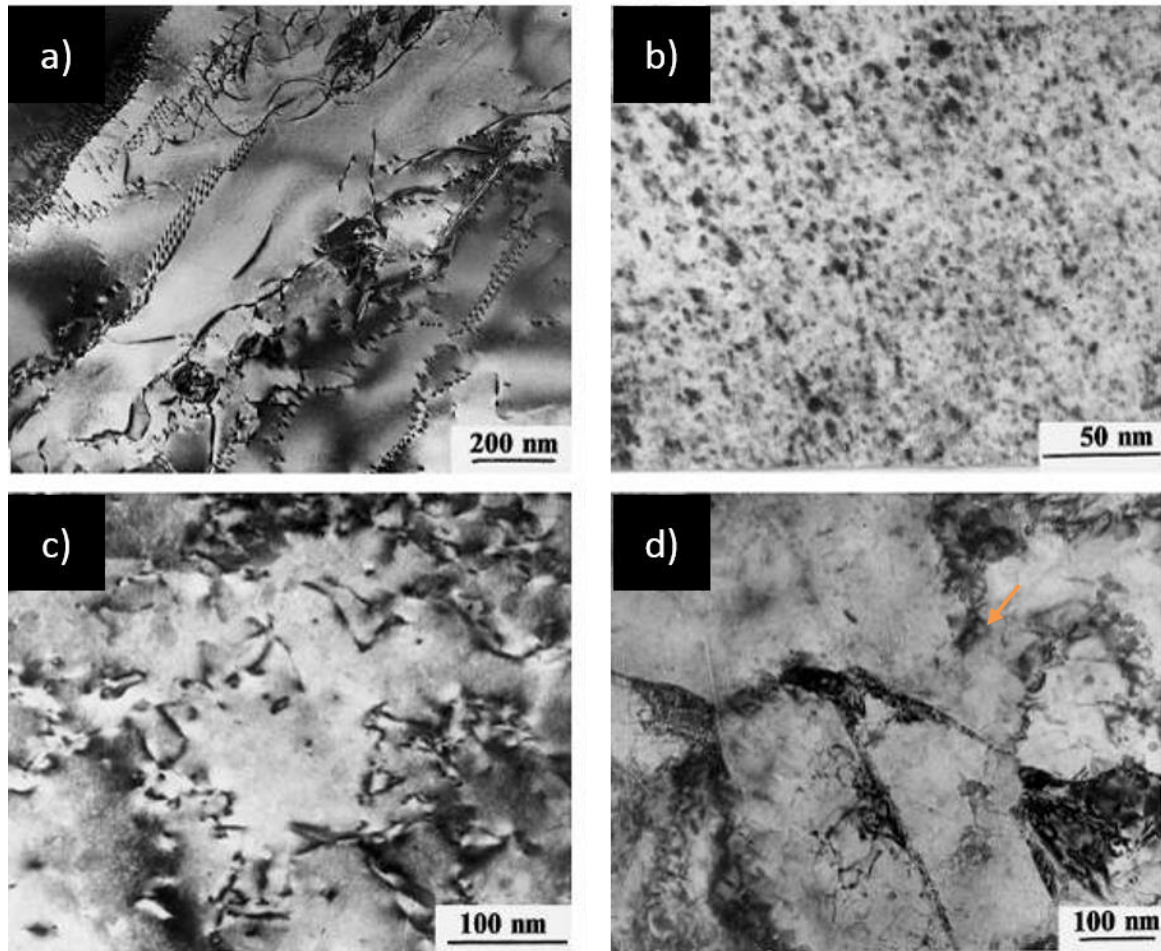


Figure I- 19. Microstructures de l'alliage de titane RK-20 observées en MET à l'état : a) non irradié, puis irradié à  $4.10^{24}$  neutrons/m<sup>2</sup> ( $E > 0,5$  MeV), à des températures de : b) 200°C-250°C, c) et d) 400°C [74].

#### 2.6.1.2. *Microstructure d'irradiation dans les alliages $\alpha + \beta$*

Dans le cas des alliages  $\alpha + \beta$ , des études microstructurales ont été réalisées par différents auteurs de façon à évaluer l'influence de la température et de la dose sur les défauts obtenus pendant l'irradiation. Les conditions expérimentales sont résumées dans le Tableau I- 4 [64,79–90].

Tableau I- 4. Conditions d'irradiations aux neutrons, protons et ions lourds, dans des alliages de titane  $\alpha + \beta$  (TA6V et 6242S), utilisées par différents auteurs.

	Matériau considéré	Energie	Dose	Température (°C)	Taux de dommage (dpa/s)	Référence
Irradiation neutronique	TA6V	E > 1 MeV	1,5.10 <sup>24</sup> neutrons/m <sup>2</sup>	50, 350	5.10 <sup>-8</sup>	[84]
	TA6V	E > 1 MeV	4,0.10 <sup>21</sup> neutrons/m <sup>2</sup> (= 0,001 dpa), 3,2.10 <sup>22</sup> neutrons/m <sup>2</sup> (= 0,01 dpa), 3,5.10 <sup>23</sup> neutrons/m <sup>2</sup> (= 0,1 dpa), 0,2 dpa, 0,3 dpa	60, 350	3,5.10 <sup>-8</sup>	[85]
	TA6V	E > 0,11 MeV	0,6.10 <sup>22</sup> neutrons/m <sup>2</sup> , 1,2.10 <sup>22</sup> neutrons/m <sup>2</sup> , 4,8.10 <sup>22</sup> neutrons/m <sup>2</sup>	Ambiante	Non fourni	[86]
	TA6V	E > 1 MeV	1,1.10 <sup>24</sup> neutrons/m <sup>2</sup> (=0,15 dpa)	150	4,5.10 <sup>-8</sup>	[87]
Irradiation aux protons	TA6V	590 MeV	0,01, 0,12, 0,2, 0,3 dpa	40, 150, 200, 350	3.10 <sup>-6</sup>	[87–89]
Irradiation aux ions lourds	TA6V	17,5 MeV (Cu <sup>1+</sup> )	1,5 dpa	250, 350, 450	Non fourni	[80]
	TA6V – Ti-6242S	9 MeV (Al <sup>3+</sup> ) <sup>2</sup>	2 dpa	450 – 700	Non fourni	[64,82]
	TA6V	2,5 MeV (V <sup>+</sup> )	3 – 25 dpa	450, 550, 650, 660	Non fourni	[81,83,90]
	TA6V	2,5 MeV (V <sup>+</sup> ) 0,95 MeV (Hélium-3)	25 dpa 250 appm <sup>3</sup> (He)	450, 540, 550, 560, 620, 650	Non fourni	[81,83,90]
	TA6V	5 MeV (Ni <sup>2+</sup> ) 300 keV (He <sup>+</sup> )	50 dpa 500 appm (He)	400, 510, 560, 630	8.10 <sup>-3</sup>	[79]

<sup>2</sup> Les ions aluminium ont été préférés avec pour objectif de conserver la composition chimique nominale de l'alliage.

<sup>3</sup> Atomic parts per million.

Les irradiations aux neutrons réalisées à basse température (50°C) avec une dose de 0,3 dpa, montrent dans la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V, une microstructure similaire à celle des alliages de type  $\alpha$  irradiés dans les mêmes conditions (Figure I- 20a) [80,84]. La densité de ces défauts diminue avec la température d'irradiation alors que leur taille augmente [80].

Pour une température d'irradiation plus importante (350°C), plusieurs auteurs ont observé la précipitation d'une nouvelle phase dans la phase  $\alpha$  en complément des grandes boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observées dans les alliages de type  $\alpha$  (Figure I- 20b) [48,80,84]. Pour des températures comprises entre 500°C (Figure I- 21a et b) et 700°C, une diminution de la densité des précipités dans les nodules  $\alpha$  et une augmentation de leur taille est observée avec l'augmentation de la température, comme montré sur les micrographies de la Figure I- 21 [64,90]. A 700°C, plus aucune précipitation n'est observée (Figure I- 21f). Aucune information n'est apportée par les auteurs pour expliquer l'évolution des boucles de dislocations à ces températures.

Les valeurs de densité et de longueur moyenne des précipités sont résumées dans le Tableau I- 5, pour les différentes températures d'irradiation considérées [64,64,80–84,86–90].

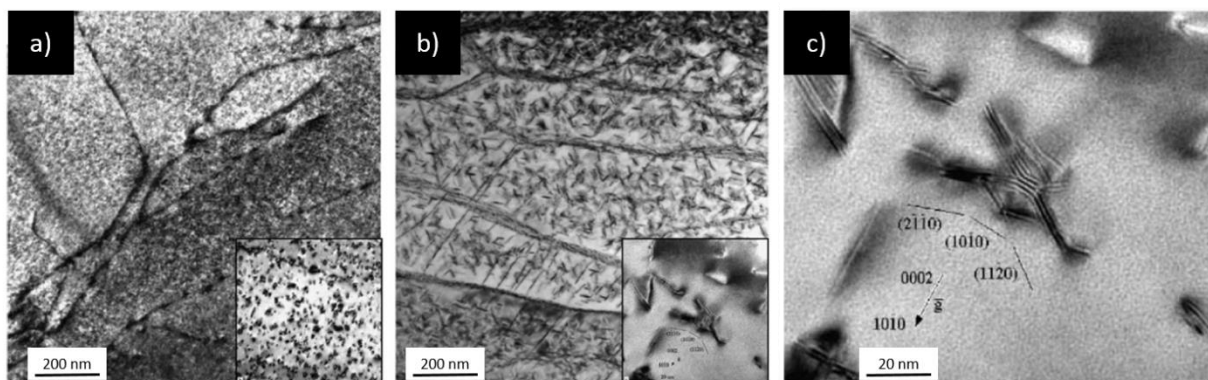


Figure I- 20. Irradiation aux neutrons d'un alliage de titane TA6V à une dose de 0,3 dpa à différentes températures (observations MET) : a) à 50°C, forte densité de boucles de dislocations et de *black dots*, b) à 350°C, forte densité de précipités riches en vanadium dans la phase  $\alpha$  [85], c) à 350°C, vue à plus fort grossissement des précipités de la figure b [84].



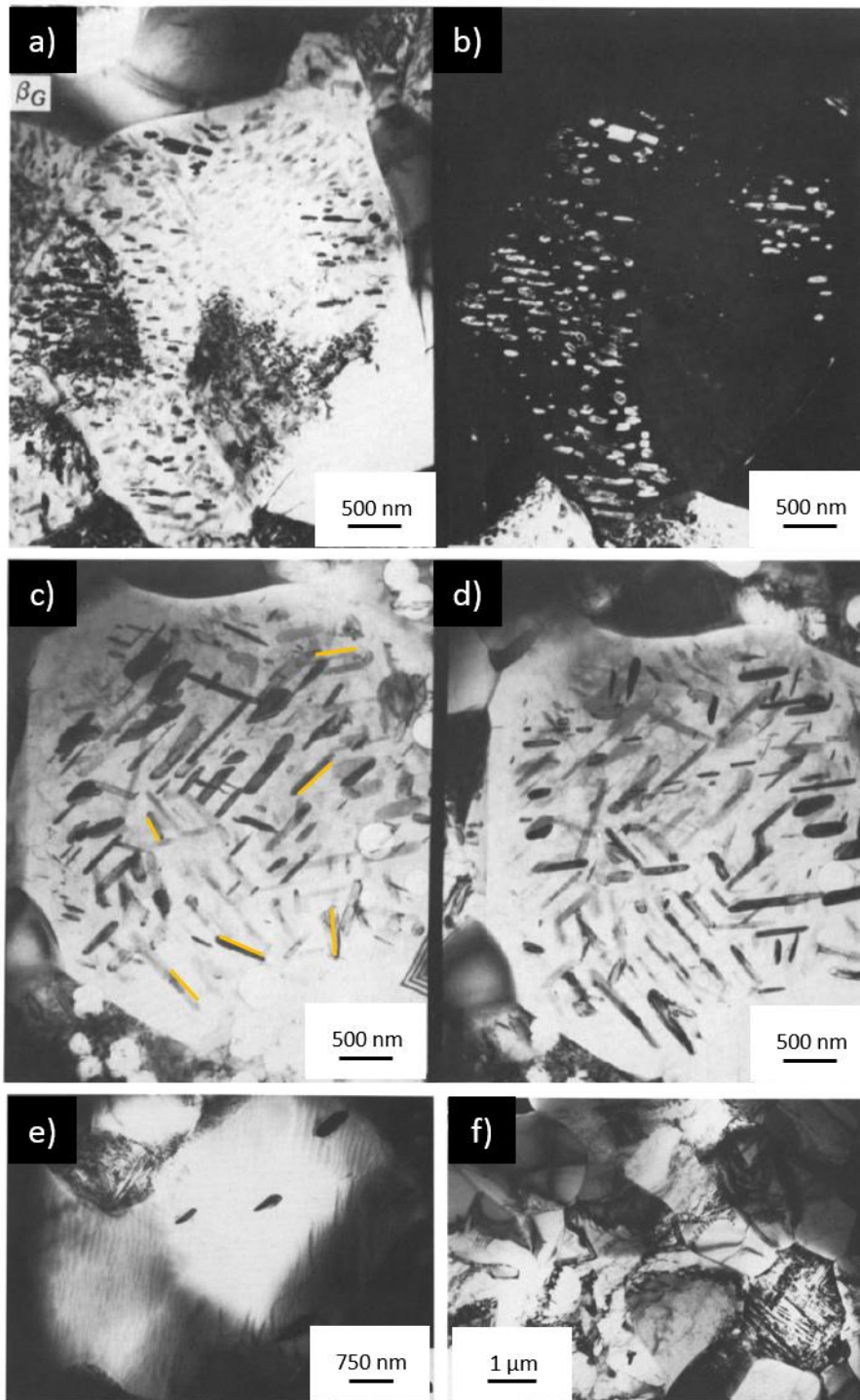


Figure I- 21. Microstructures obtenues et observées en MET dans un alliage de titane TA6V irradié aux ions aluminium  $\text{Al}^{3+}$  d'une énergie de 9 MeV, avec une dose de 2 dpa en fonction de la température d'irradiation : a) champ clair et b) champ sombre après irradiation à 500°C ; c) et d) micrographies montrant les 6 orientations possibles de précipités  $\beta_1$  après irradiation à 600°C ; e) faible densité de précipités après irradiation à 650°C ; f) absence de précipités après irradiation à 700°C [64].



**Tableau I- 5. Données tirées de la littérature : longueur et densité de précipités  $\beta_1$  en fonction des conditions d'irradiations aux neutrons, protons et ions lourds dans l'alliage de titane TA6V.**

	Dose	Température (°C)	Longueur des précipités (nm)	Densité de précipités ( $m^{-3}$ )	Référence
Irradiation neutronique	$1,5 \cdot 10^{24}$ neutrons/ $m^2$	350	40	Non fourni	[84]
Irradiation aux protons	0,3 dpa	350	15	Non fourni	[87–89]
Irradiation aux ions lourds	2 dpa ( $Al^{3+}$ )	500	65	$1,2 \cdot 10^{15}$	[64,82]
	2 dpa ( $Al^{3+}$ )	550	87	$2,0 \cdot 10^{15}$	[64,82]
	12 dpa ( $V^+$ )	550	Non fourni	Non fourni	[81,83,90]
	25 dpa ( $V^+$ ) 250 appm (He)	555	Non fourni	Non fourni	[81,83,90]
	2 dpa ( $Al^{3+}$ )	600	140	$5,3 \cdot 10^{14}$	[64,82]
	25 dpa ( $V^+$ ) 250 appm (He)	625	Non fourni	Non fourni	[81,83,90]
	6 dpa ( $V^+$ )	634	90	Non fourni	[81,83,90]
	2 dpa ( $Al^{3+}$ )	650	400	$6,0 \cdot 10^{12}$	[64,82]
	25 dpa ( $V^+$ )	660	Non fourni	Non fourni	[81,83,90]

**Caractéristiques de la phase  $\beta_1$  après irradiation pour des températures d'irradiation supérieures à 350°C**

Les précipités  $\beta_1$  se présentent sous forme de plaquettes et sont uniformément répartis dans la phase  $\alpha$  (Figure I- 20c) [81,84]. La morphologie peut être sujette à controverse car les observations sont généralement faites le long de dislocations, comme l'ont fait remarquer

certain auteurs dans des alliages de titane (y compris l'alliage TA6V) [80,81,91–93] ou des alliages base nickel [93,94].

Les diagrammes de diffraction des électrons associés aux précipités formés après irradiation montrent que cette phase présente une structure cubique centrée avec un paramètre de maille  $a \approx 0,318 - 0,321$  nm [81], légèrement inférieur à celui de la phase  $\beta$  présente dans le matériau à l'état de réception (notée  $\beta_G$ ), avant irradiation, qui varie de 0,319 à 0,325 nm [7,28,79]. Par ailleurs, des analyses par diffraction des rayons X [86] ont montré une augmentation de la fraction volumique de phase  $\beta$  dans l'alliage de titane TA6V après irradiation. Pour l'ensemble des auteurs, il s'agit de précipités  $\beta$  dans la phase  $\alpha$ . Les recuits ultérieurs à la température d'irradiation réalisés par Wilkes et Ayrault conduisent à la dissolution des précipités  $\beta$  et soulignent donc son caractère non stable thermodynamiquement [18,79,81]. Cette précipitation de phase  $\beta$  est donc considérée comme induite (et non accélérée) par l'irradiation. On la notera  $\beta_I$  (pour  $\beta$  induit par irradiation), comme dans la littérature. Après irradiation à différentes températures, Plumton [64] a mesuré la composition chimique de la phases  $\beta_I$  sur des plaquettes de grande dimension, pour limiter la contribution de la phase  $\alpha$  parente (Tableau I- 6). La teneur massique en vanadium dans la phase  $\alpha$  diminue au cours de l'irradiation à des températures comprises entre 500°C et 650°C, alors que la concentration en aluminium dans la phase  $\alpha$  ne semble pas affectée par l'irradiation. Les précipités  $\beta_I$  sont riches en vanadium et en contiennent environ 25% en masse [64,84]. Selon les auteurs, la perte en vanadium de la phase  $\beta_G$  au cours de l'irradiation est similaire à celle rencontrée au cours d'un recuit thermique dans les même conditions [64]. Le vanadium étant un soluté de petite taille dans le titane, la plupart des auteurs s'appuient sur le mécanisme cinétique proposé par Okamoto et Wiedersich [95], qui repose sur la ségrégation du vanadium induite par irradiation (RIS) sur les puits, afin d'expliquer la germination de la phase  $\beta_I$ . Ce mécanisme de ségrégation a été vu en détails dans la section I-2.2.2.

**Tableau I- 6. Teneur massique en titane, vanadium et aluminium dans les phases  $\alpha$ ,  $\beta_G$  et  $\beta_I$  (précipités formés sous irradiation) pour l'alliage de titane TA6V irradié à une dose de 2 dpa, à des températures comprises entre 500°C et 720°C. Analyses chimiques EDS [64].**

	Température (°C)	Phase $\alpha$			Phase $\beta_G$			Phase $\beta_I$ (précipités)		
		$C_{Ti}$ (wt%)	$C_V$ (wt%)	$C_{Al}$ (wt%)	$C_{Ti}$ (wt%)	$C_V$ (wt%)	$C_{Al}$ (wt%)	$C_{Ti}$ (wt%)	$C_V$ (wt%)	$C_{Al}$ (wt%)
Non irradié	500	92,8 ± 1,9	0,4 + 1,2 - 0,4	6,7 ± 1,0	78,8 ± 4,3	18,1 ± 4,1	3,1 ± 1,5			
	650	91,8 ± 0,8	1,6 ± 0,7	6,6 ± 0,9	86,0 ± 1,6	10,3 ± 1,9	3,7 ± 0,9			
	700	91,9 ± 1,4	1,3 + 1,6 - 1,3	6,8 ± 1,1						
	720				86,5 ± 5,7	10,1 ± 5,0	3,4 ± 2,2			
Irradié 2 dpa	500	93,7 ± 5,0	0 + 4,4	6,3 ± 3,1	79,2 ± 3,3	18,2 ± 2,7	2,6 ± 1,9	72,7 ± 2,7	23,7 ± 3,1	3,1 ± 3,0
	550	93,8 ± 2,2	0 + 1,7	6,2 ± 1,3	78,7 ± 2,6	16,7 ± 3,4	4,6 ± 1,6	71,4 ± 0,8	23,5 ± 1,7	5,1 ± 0,9
	600	93,6 ± 2,5	0 + 1,5	6,4 ± 1,2	80,4 ± 3,3	15,8 ± 3,3	3,8 ± 1,6	69,7 ± 4,7	24,5 ± 5,2	5,8 ± 2,1
	650	92,5 ± 1,6	0,9 + 1,4 - 0,9	6,6 ± 0,4	86,9 ± 0,9	8,1 ± 0,8	4,9 ± 0,9	85,1	11,8	3,1
	700	92,2 ± 1,4	1,5 + 1,7 - 1,5	6,3 ± 1,1	84,7 ± 3,2	11,0 ± 2,9	4,3 ± 1,3			

Les précipités  $\beta_I$  sont cohérents et en relation d'orientation de Burgers avec la phase  $\alpha$ . Pour rappel, la relation d'orientation de Burgers :

$$[0001]_\alpha // [011]_\beta$$

$$\langle 1210 \rangle_\alpha // \langle 11\bar{1} \rangle_\beta$$

Deux directions  $\langle 11\bar{1} \rangle_\beta$  et une direction  $[100]_\beta$  sont contenues dans le plan  $(011)_\beta$ , et trois directions  $\langle 1210 \rangle_\alpha$  dans le plan  $(0001)_\alpha$  (obtenues à partir de la première par rotation d'un angle de  $\pm 60^\circ$  suivant la direction  $[0001]_\alpha$ ). La Figure I- 22 nous permet de montrer que si la relation d'orientation de Burgers est vérifiée pour une des directions  $\langle 1210 \rangle_\alpha // \langle 11\bar{1} \rangle_\beta$ , alors les deux autres directions  $\langle 1210 \rangle_\alpha$  sont respectivement à un angle de quelques degrés de  $\langle 11\bar{1} \rangle_\beta$  et  $\langle 100 \rangle_\beta$ . En appliquant une rotation de  $60^\circ$  autour de la direction  $\langle c \rangle$ , on obtient trois variants, multiplié par deux par symétrie miroir par rapport au plan  $(0001)_\alpha$ , c'est-à-dire six variants (soit trois couples de variants).

Ces relations sont illustrées schématiquement sur la Figure I- 22 pour deux des six orientations possibles. Les quatre autres variants sont générés en effectuant une rotation de  $\pm 60^\circ$  autour de la direction  $[0001]_\alpha$ . Ces six variants cristallographiques conduisent à autant d'orientations morphologiques repérées sur la Figure I- 21c. Plusieurs plans d'habitat entre la phase  $\beta_I$  et  $\alpha$  ont également été identifiés dans la littérature et semblent être fonction des conditions d'irradiation [81]. On constate aussi sur cette figure la rotation d'un angle de  $5,26^\circ$  des axes  $\langle 1210 \rangle_\alpha$  avec les directions  $\langle 11\bar{1} \rangle_\beta$  satisfaisant la deuxième relation de Burgers.

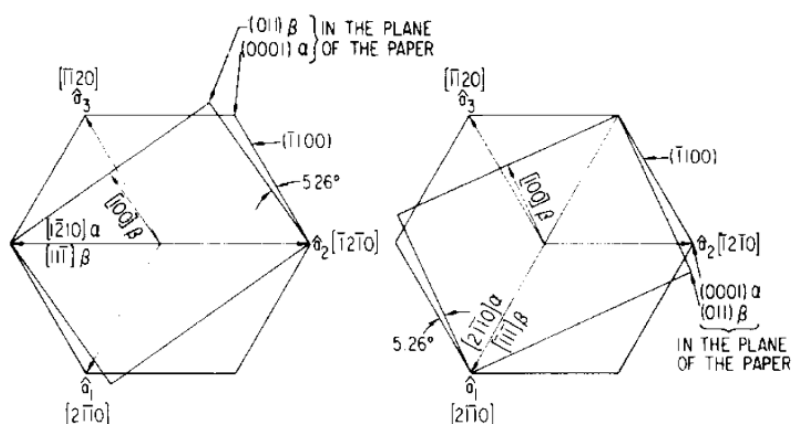


Figure I- 22. Relations entre les plans  $(0001)$  de la structure hexagonale compacte et  $(011)$  de la structure cubique centrée, en accord avec les relations d'orientation de Burgers : deux des six variants sont illustrés ici [81].

### 2.6.2. Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques

L'ensemble des travaux présentés dans cette section porte sur des caractéristiques mécaniques en traction dans le cas d'irradiations aux neutrons et/ou protons. Lorsque le matériau est irradié aux ions lourds, les faibles épaisseurs de matière irradiée limitent les mesures à celles de nano-dureté. Peu d'informations sont de nouveau recensées dans la littérature à ce sujet.

2.6.2.1. *Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques dans les alliages de type  $\alpha$*

Dans le cas des alliages de type  $\alpha$ , l'irradiation neutronique se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité (jusqu'à 30%) accompagnée par une diminution de l'allongement (Figure I- 23). Ces valeurs ne varient qu'à partir d'une valeur seuil en dose et sont dépendantes de la température d'irradiation. Par ailleurs, au-delà d'une valeur seuil en dose, on assiste à un état quasi-stationnaire des propriétés mécaniques en traction [74].

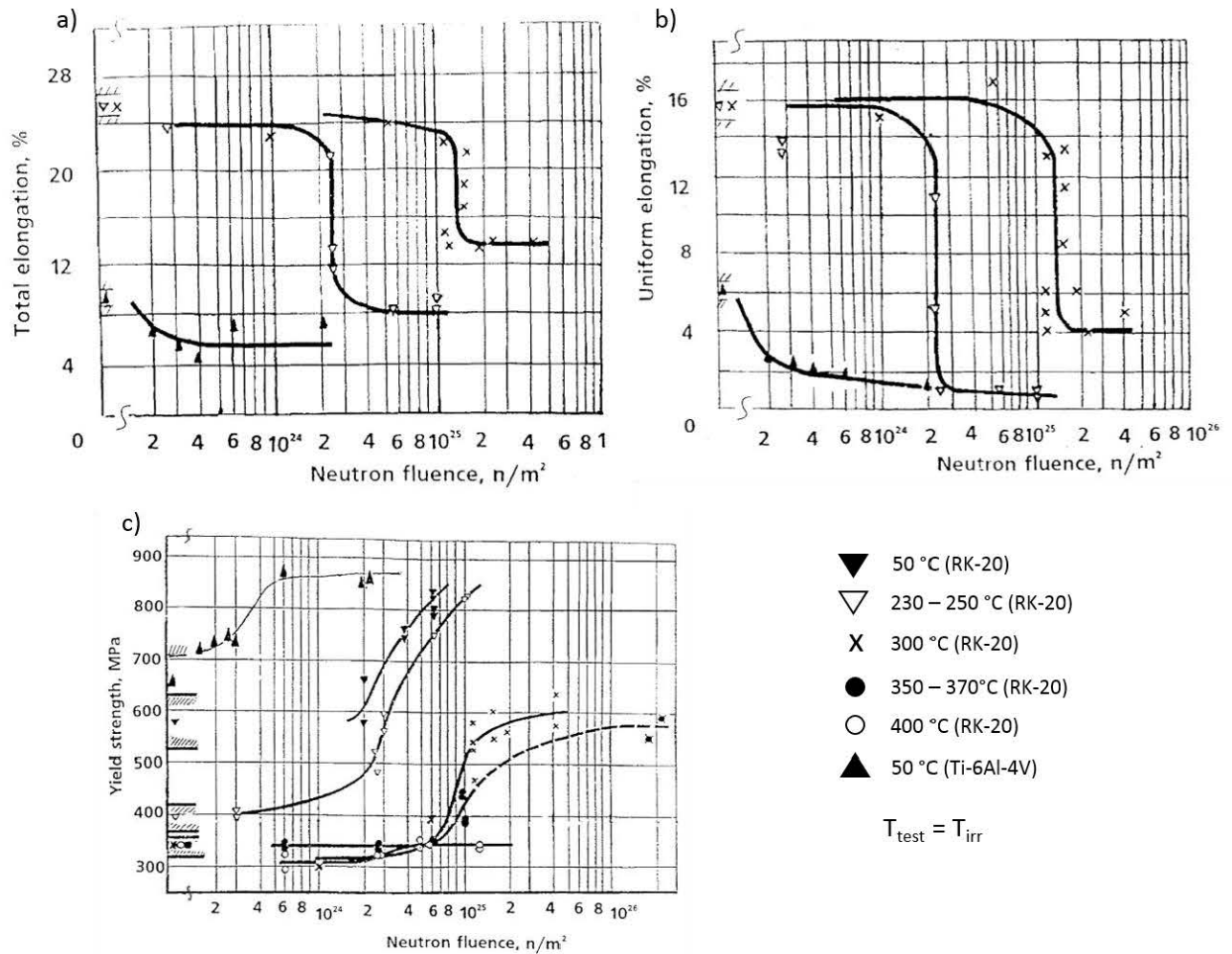


Figure I- 23. Evolution des propriétés mécaniques en traction d'un alliage de type  $\alpha$  (RK-20), irradié aux neutrons ( $E > 0,5$  MeV), à différentes températures d'irradiation, en fonction de la dose (neutrons/m<sup>2</sup>) : a) allongement à rupture, b) allongement uniforme et c) limite d'élasticité.

Les auteurs ont également reporté celles de l'alliage de titane TA6V pour une température d'irradiation de 50°C [74].

Si l'on considère maintenant l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température (Figure I- 24) et non plus en fonction de la dose (Figure I- 23), on constate la présence de deux domaines [74]. Pour une température d'irradiation inférieure à 250°C, on assiste à un fort durcissement provoquant une perte de ductilité. Lorsque la température devient supérieure à 300°C-350°C, le matériau redevient ductile. La limite d'élasticité est alors peu différente de celle du non irradié [74].

Ces évolutions de propriétés mécaniques sont fortement liées à la microstructure après irradiation (Figure I- 19). Dans le matériau irradié à une température inférieure à 250°C, la microstructure de défauts est principalement constituée de *black dots* uniformément distribués. A plus haute température, la microstructure de défauts constituée de grandes boucles de dislocations et de dislocations se traduit par un durcissement moindre [74].

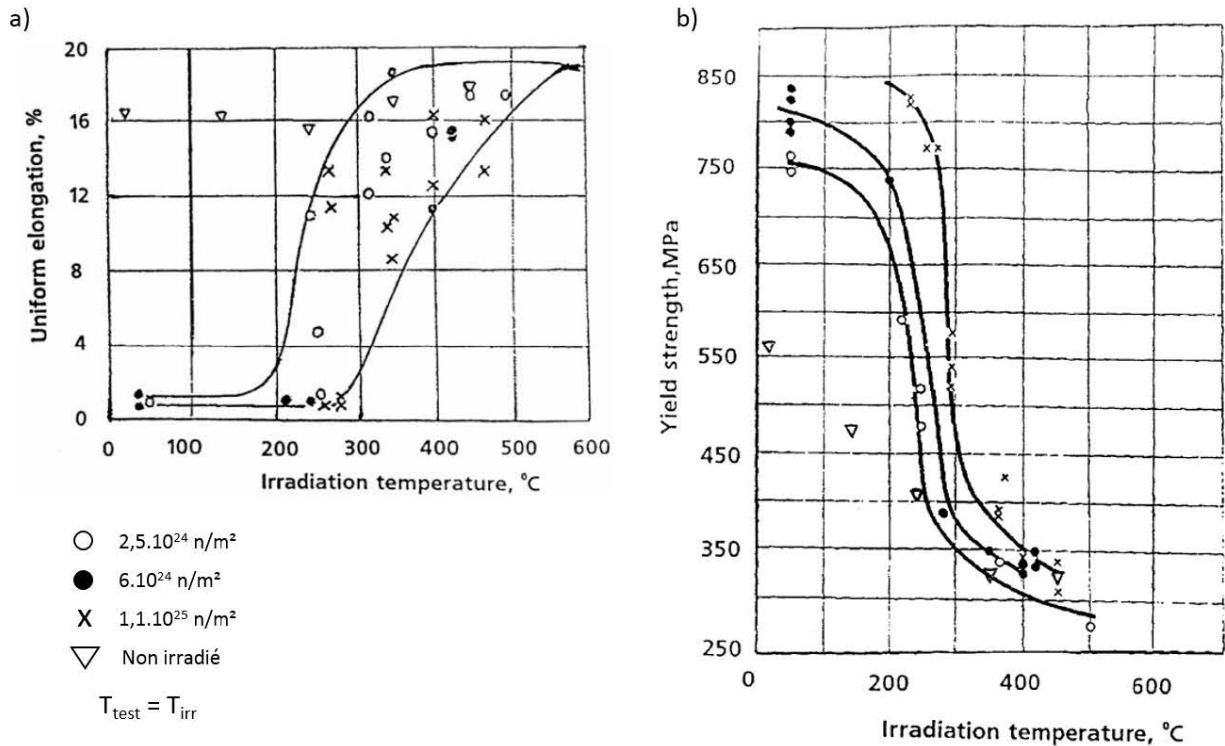


Figure I- 24. Evolution des propriétés mécaniques en traction d'un alliage de type  $\alpha$  (RK-20), irradié aux neutrons ( $E > 0,5$  MeV), à différentes doses, en fonction de la température d'irradiation : a) allongement uniforme et b) limite d'élasticité [74].

Des essais mécaniques en traction sur un titane pur (99,9%) irradié aux protons ont été réalisés à basse température (ambiante et 250°C) et donnent des résultats similaires à ceux réalisés après irradiation neutronique, à savoir une augmentation de la résistance mécanique ( $R_m$  et  $R_{p0,2}$ ) et une perte de ductilité à partir d'une dose de 10<sup>1</sup> dpa, pour les deux températures. Le durcissement induit par irradiation, donné par l'évolution de la limite d'élasticité, en fonction de la dose d'irradiation est illustré sur la Figure I- 25 [78].

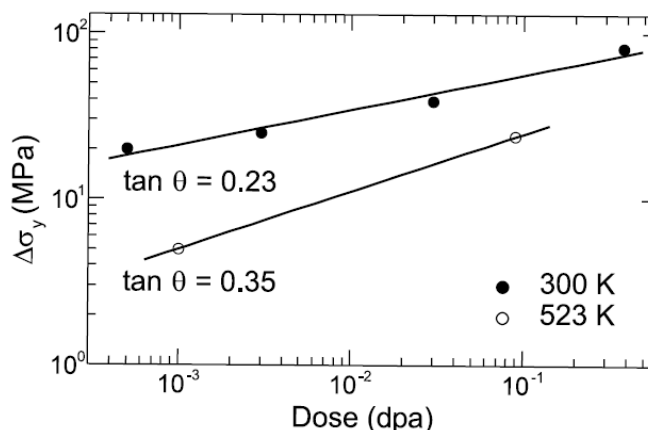


Figure I- 25. Variation relative de la limite d'élasticité  $\Delta\sigma_y$  (par rapport à l'état non irradié) en fonction de la dose d'irradiation à température ambiante et à 250°C [78].

### 2.6.2.2. Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques dans les alliages $\alpha + \beta$

#### 2.6.2.2.1. Irradiation aux neutrons

Les propriétés mécaniques en traction de l'alliage de titane TA6V irradié dépendent de la dose, au même titre que pour les alliages  $\alpha$  (Figure I- 26) [85]. La période d'incubation avant modification des propriétés mécaniques, déjà observée pour les alliages  $\alpha$ , dépend de la température d'irradiation mais aussi de la composition chimique de l'alliage et des phases en présence. Ainsi, les alliages de type  $\alpha + \beta$  (symbolisés par  $\blacktriangle$  sur les graphiques de la Figure I- 23) manifestent une période d'incubation plus courte que les alliages  $\alpha$ .

Les comportements mécaniques en traction obtenus pour des irradiations réalisées à la température de 60°C sont montrés sur la Figure I- 26a. Pour des doses d'irradiation aussi faibles que 0,001 dpa et 0,01 dpa à 60°C, l'alliage TA6V testé *post* irradiation à la température de 50°C présente une résistance maximale et une ductilité comparables à celles obtenues pour l'alliage non irradié (les différences que l'on peut constater sur la figure sont dans l'incertitude de mesure). Pour une dose d'irradiation plus élevée 0,1 dpa, les auteurs montrent une augmentation de la limite d'élasticité et une diminution des allongements uniforme et à rupture. A plus haute température d'irradiation (350°C), l'alliage TA6V, contrairement aux alliages  $\alpha$ , présente un durcissement important dès une dose de 0,1 dpa (Figure I- 26b). Le durcissement augmente au détriment de la ductilité lorsque la dose d'irradiation augmente [85]. Ce comportement est expliqué par des observations microstructurales montrant à basse température d'irradiation une forte densité de *black dots*, et à plus haute température une faible densité de grosses boucles peu durcissantes ainsi qu'une précipitation de phase  $\beta_I$  dans la phase  $\alpha$  considérée comme durcissante mais aussi fragilisante.

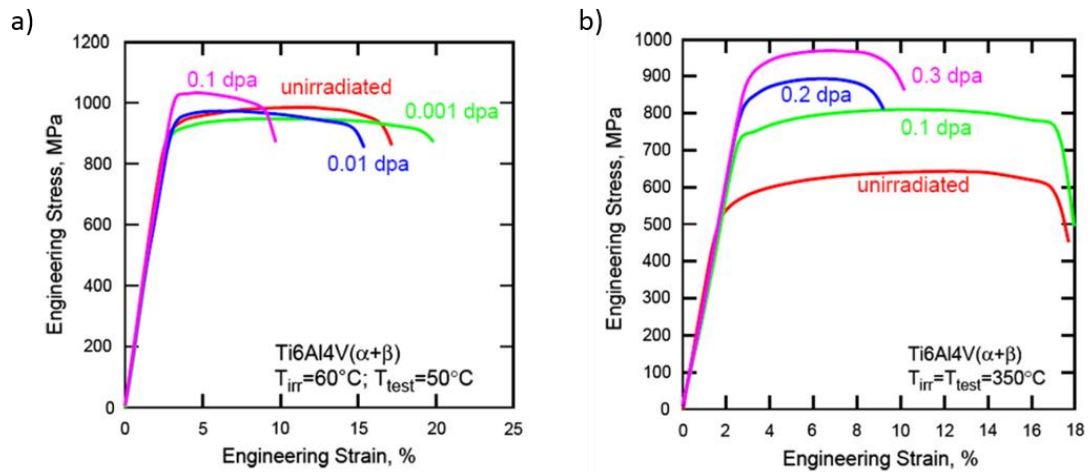


Figure I- 26. Influence de la dose sur le comportement mécanique en traction d'un alliage TA6V dans le cas d'une irradiation aux neutrons : a) à la température de 60°C (essais de traction réalisés à la température de 50°C) et b) à 350°C (essais réalisés à 350°C) [85].

#### 2.6.2.2.2. Irradiation aux ions

Après irradiation aux ions, nous n'avons recensé que les travaux d'Amroussia et al. [96]. Ils ont étudié l'évolution de la dureté Vickers en fonction de la profondeur d'indentation après irradiation aux ions xénon à température ambiante pour un alliage de titane TA6V (Figure I- 27). Les états irradiés présentent une dureté supérieure à celle de l'alliage TA6V à l'état de réception. L'état irradié à la plus forte fluence (I-T4) présente la dureté la plus importante (profondeur d'indentation 1  $\mu\text{m}$ ). Pour des charges plus importantes (une charge de 1 kg correspond à une profondeur de 11  $\mu\text{m}$ ), peu de différences sont observées entre les duretés de l'alliage TA6V irradié et non irradié [96].

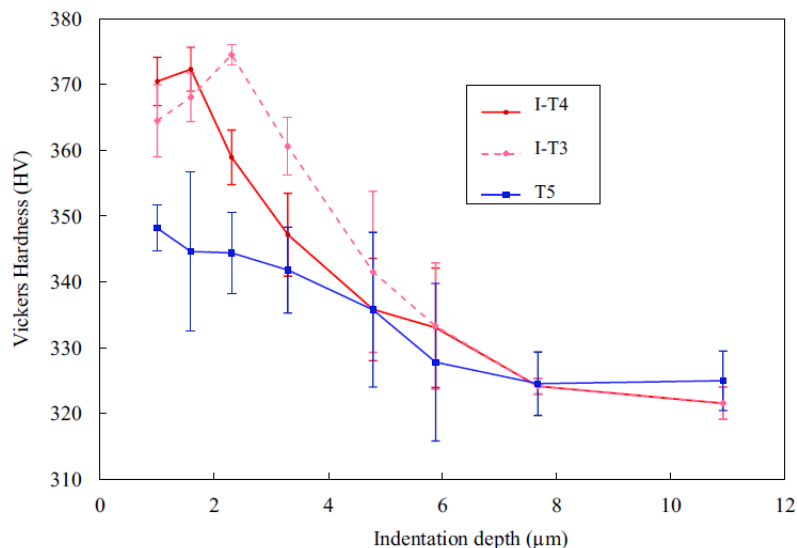


Figure I- 27. Evolution de la dureté Vickers en fonction de la profondeur d'indentation dans un alliage TA6V irradié aux ions  $^{131}\text{Xe}$ , à une énergie de 92 MeV, une température de 25°C et deux fluences :  $2.10^{14}$  ions. $\text{cm}^{-2}$  (I-T3) et  $7.10^{14}$  ions. $\text{cm}^{-2}$  (I-T4). T5 correspond à l'état non irradié [96].



2.6.2.3. *Influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques : bilan et comparaison entre les alliages  $\alpha$  et  $\alpha + \beta$*

D'une manière générale, il semble que les effets de l'irradiation aux protons sur les propriétés mécaniques soient similaires à ceux de l'irradiation aux neutrons, pour des doses et des températures comparables [88]. L'irradiation protonique se traduit ainsi, comme pour l'irradiation neutronique, par un durcissement du matériau et une réduction de la ductilité qui dépendent à la fois de la dose d'irradiation mais aussi de la température d'irradiation. L'évolution de ces propriétés mécaniques a été illustrée Figure I- 25 dans le cas d'un titane pur (99,9%) irradié aux protons, pour des températures inférieures à 350°C [78].

En comparant un alliage de type  $\alpha + \beta$  tel que l'alliage TA6V à un alliage  $\alpha$  (Ti5Al2,5Sn), sollicités en traction à température ambiante après avoir été irradiés aux protons d'une énergie de 590 MeV à une dose de 0,3 dpa et une température d'irradiation de 350°C, on constate une forte augmentation de la résistance mécanique  $R_m$  accompagnée d'une forte diminution de la ductilité dans le cas de l'alliage TA6V (Figure I- 28). Dans l'alliage  $\alpha$ , seule la ductilité est légèrement affectée [88]. Cette différence de comportement mécanique entre l'alliage TA6V et les alliages  $\alpha$ , lors d'irradiations aux ions à des températures supérieures à 300°C, est similaire aux conclusions données dans le cas d'irradiations neutroniques (en section I- 2.6.1). Les alliages  $\alpha$  présentent ainsi sous irradiation une meilleure résistance à la fragilisation et un durcissement moins important que les alliages  $\alpha + \beta$  [74,97].

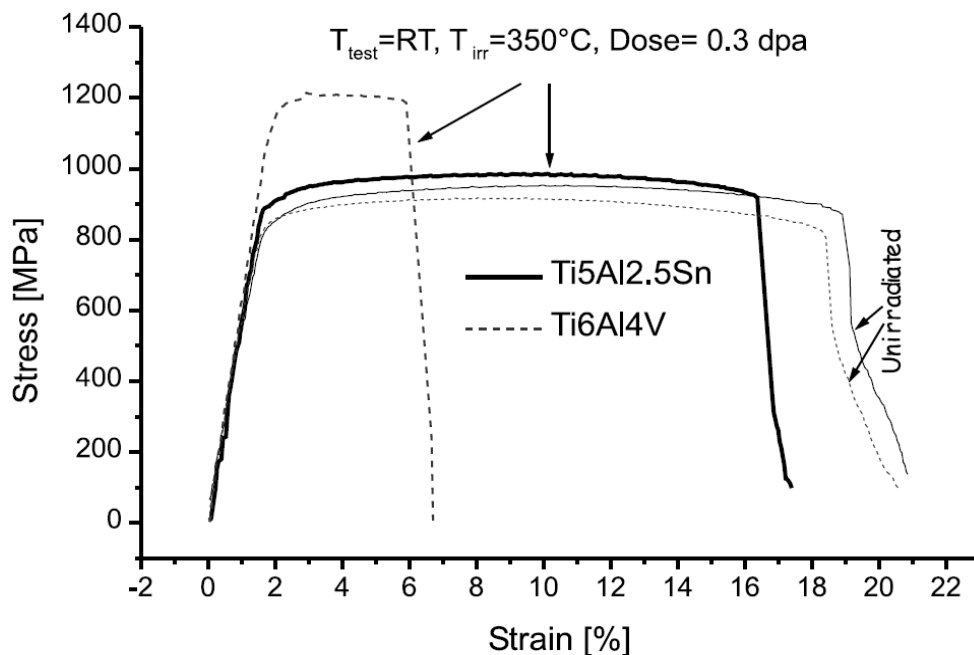


Figure I- 28. Comportement mécanique en traction à température ambiante pour les alliages TA6V et Ti5Al2,5Sn, avant et après irradiation aux protons de 590 MeV, à une température de 350°C et une dose de 0,3 dpa [88].

### 3. CONCLUSIONS DU CHAPITRE I

Ce chapitre a permis de mettre en avant différents points, sur lesquels une attention particulière sera donnée dans ces travaux de thèse.

Même s'il existe une équivalence entre les irradiations neutroniques et les irradiations ioniques, pour certains matériaux, cela est moins évident pour les alliages de titane. Il est donc intéressant de s'interroger sur la représentativité de l'équivalence ions lourds – neutrons, appliquée aux alliages de titane étudiés.

Ensuite, même si les différents types de défauts rencontrés dans les alliages de titane irradiés sont fournis dans la littérature, très peu d'informations quantitatives sont disponibles, en fonction de la température ou de la dose d'irradiation, quel que soit le type d'irradiation effectué. Concernant le flux, aucune étude comparative n'a été engagée jusqu'à ce jour. De plus, la température de formation des précipités dans l'alliage TA6V (précipités dont l'alliage T40 est dépourvu) n'est pas clairement établie et mérite d'être affinée. L'évolution de la composition chimique des précipités a quant à elle été traitée uniquement par certains auteurs pour des températures supérieures à 450°C et il serait intéressant de compléter les données pour des températures d'irradiation plus basses. Par ailleurs, aucune étude n'a été menée sur l'évolution de la chimie de ces précipités en fonction de la dose d'irradiation.

Enfin, même si des essais mécaniques, après irradiation aux neutrons ou aux protons, ont été réalisés pour certains alliages comme le TA6V, aucun n'a été mené sur l'alliage T40 et aucune étude n'a été réalisée sur ces deux alliages après irradiation aux ions.



---

## **Chapitre II – Matériaux de l'étude et techniques et protocoles expérimentaux**

---

1. MATERIAUX D'ETUDE.....	57
1.1. Composition chimique.....	57
1.2. Microstructures.....	59
1.2.1. T40.....	60
1.2.2. TA6V.....	61
2. PROTOCOLE D'IRRADIATIONS AUX IONS.....	61
2.1. Utilisation des particules chargées pour simuler les neutrons.....	61
2.1.1. Avantages.....	62
2.1.2. Inconvénients.....	62
2.1.3. Conclusions.....	63
2.2. Présentation de la plateforme JANNuS – Saclay.....	63
2.3. Choix des paramètres d'irradiation.....	64
2.3.1. Température d'irradiation.....	65
2.3.2. Ion incident et énergie.....	65
2.3.3. Bilan des conditions expérimentales choisies.....	67
2.4. Mise en place des échantillons et déroulement de l'irradiation.....	69
3. ANALYSE MICROSTRUCTURALE A DIFFERENTES ECHELLES.....	73
3.1. Préparation métallographique.....	73
3.2. Taille de grains et texture.....	73
3.3. Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	74
3.3.1. Préparation des lames minces.....	74
3.3.1.1. Préparation des lames minces par polissage électrolytique.....	74
3.3.1.2. Spécificités liées à la préparation des échantillons irradiés par polissage électrolytique.....	75
3.3.2. Conditions d'observation.....	76
3.3.3. Quantification des défauts.....	77
3.3.3.1. Mesure de l'épaisseur des échantillons par EELS.....	77
3.3.3.2. Analyse quantitative des défauts.....	78
4. ANALYSE CHIMIQUE.....	80
4.1. Microsonde de Castaing.....	80
4.2. Sonde atomique tomographique (SAT).....	80
4.2.1. Principe.....	80
4.2.2. Préparation des pointes SAT par FIB.....	81
4.2.3. Conditions expérimentales.....	81
5. TESTS MECANIQUES : MESURES DE DURETE.....	82

Dans ce chapitre, les matériaux d'étude de la thèse sont présentés succinctement ainsi que le protocole d'irradiation utilisé et les différentes techniques de caractérisation de ces matériaux. L'ensemble des expérimentations détaillées dans ce chapitre a été mené au CEA Saclay et plus particulièrement au Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux (LA2M) du Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) du Département des Matériaux pour le Nucléaire (DMN), à l'exception des expérimentations SAT menées à l'Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence (IM2NP) de l'Université Aix-Marseille. Une attention plus particulière est portée sur la quantification par analyse d'image des défauts observés par Microscopie Electronique en Transmission (MET), qui constitue le cœur de la thèse.

## 1. MATERIAUX D'ETUDE



Deux alliages de titane ont été considérés dans cette étude : un alliage commercialement pur (grade 2), nommé T40 et un alliage de titane Ti-6Al-4V (grade 5), communément appelé TA6V en France. Afin d'être proche du procédé d'élaboration qui serait appliqué dans le cas d'une utilisation des alliages de titane comme matériau pour les structures internes des Réacteurs à Eau Légère, les matériaux ont été élaborés sous la forme de barre laminée et de tôle. Seules les barres laminées ont été étudiées dans ce travail de thèse. Ces matériaux d'étude, fournis par TIMET Savoie, ont été prélevés dans des barres laminées dont les dimensions initiales sont Ø100 x 1322 mm pour l'alliage T40 et Ø100 x 1262 mm pour l'alliage TA6V. Les prélèvements dans les barres laminées nous ont été fournis sous la forme d'un tronçon de barre de 100 mm de hauteur pour chacun des deux alliages de titane.

### 1.1. Composition chimique

Les compositions chimiques portées sur les Tableau II- 1 et Tableau II- 2 correspondent respectivement aux alliages T40 et TA6V et sont celles tirées des certificats matière fournis par les laboratoires des usines de laminage (Waunarlwydd, Timet UK). Il est à noter que les teneurs en carbone et azote sont sensiblement similaires pour les deux alliages. En revanche, la teneur en fer est plus importante pour l'alliage TA6V.

Tableau II- 1. Composition chimique (% en poids) de l'alliage T40 barre laminée [98].

Barre laminée	Fe	O	C	N	OE <sup>4</sup>	OT <sup>5</sup>
Tête	0,02	0,17	0,006	0,0025	< 0,05	< 0,20
Pied	0,02	0,17	0,006	0,0030	< 0,05	< 0,20

<sup>4</sup> OE (*Other Elements*) correspond aux données des autres éléments (impuretés) considérés séparément.

<sup>5</sup> OT (*Other Total*) correspond à la somme de tous les OE de chacune des impuretés décelées.

Tableau II- 2. Composition chimique (% en poids) de l'alliage TA6V barre laminée [99].

Barre laminée	Fe	V	Al	O	C	N	Y	OE	OT
<b>Tête</b>	0,14	4,04	6,48	0,18	0,008	0,0045	< 0,001	< 0,05	< 0,20
<b>Pied</b>	0,15	4,04	6,45	0,17	0,009	0,0035	< 0,001	< 0,05	< 0,20

Des analyses complémentaires ont été réalisées sur les deux lots de matière par TIMET Savoie. Les teneurs en carbone et en soufre ont été déterminées par combustion dans un four à induction haute fréquence sous un flux d'oxygène et par quantification ( $\text{CO}_2 + \text{SO}_2$ ) à l'aide d'une détection infrarouge. Quant au dosage de l'oxygène et de l'azote, leur teneur a été dosée simultanément par fusion sous gaz neutre dans un four à effet Joule. La teneur des éléments substitutionnels (Al, V, Fe, Ni, Cr) a été mesurée par spectroscopie d'émission optique (ICP : *Inductively Coupled Plasma*).

Les analyses complémentaires sont globalement en accord avec celles des certificats matière (Tableau II- 3).

Tableau II- 3. Comparaison des compositions chimiques (% en poids) obtenues par TIMET lors des analyses complémentaires avec les compositions issues des certificats matière, pour les alliages T40 et TA6V barre laminée.

T40			TA6V	
	Analyses complémentaires	Certificat matière	Analyses complémentaires	Certificat matière
<b>V</b>	0,01	-	4,12	4,04
<b>Al</b>	0,009	-	6,38	6,47
<b>Fe</b>	0,028	0,02	0,16	0,15
<b>O</b>	0,16	0,17	0,17	0,18
<b>C</b>	0,003	0,006	0,008	0,009
<b>N</b>	0,0029	0,0027	0,004	-

Sur la Figure II- 1 sont portés en particulier les éléments que sont l'oxygène, le nickel et le chrome. Le contrôle de la teneur en oxygène est primordiale (ajout de  $\text{TiO}_2$  lors de l'élaboration) car elle conditionne fortement les caractéristiques mécaniques. Le nickel et le chrome sont quant à eux des éléments de contamination dont la présence provient du conteneur en acier utilisé pour la fabrication de l'éponge de titane. Les différences de teneurs constatées entre l'alliage T40 et l'alliage TA6V peuvent être dues à la variabilité « naturelle » des teneurs dans l'éponge mais aussi de la partie de l'éponge utilisée (le cœur de l'éponge est moins pollué, par exemple). Toutefois, quel que soit l'alliage de titane considéré (T40 ou TA6V), les teneurs en éléments O, Cr et Ni sont assez proches. De plus, nous pouvons constater que la macro-ségrégation chimique est relativement limitée pour les deux alliages.

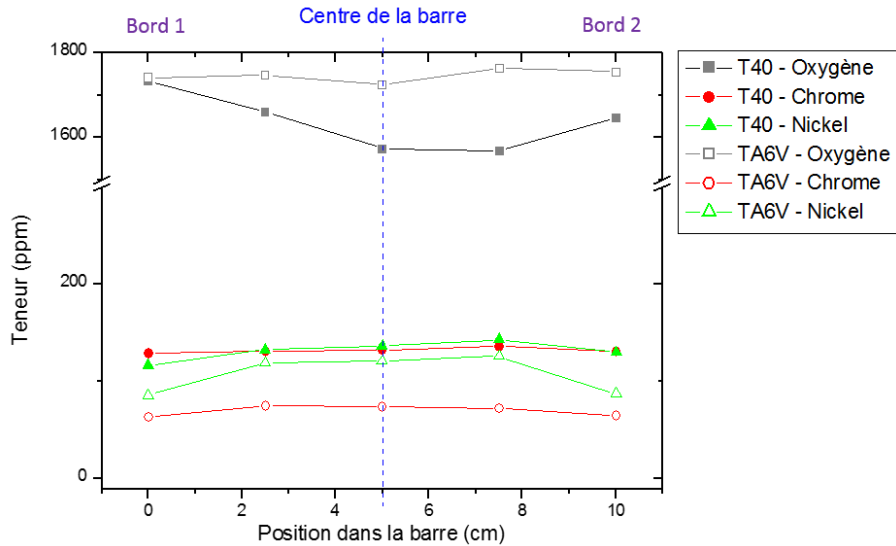


Figure II- 1. Teneurs massiques en oxygène, chrome et nickel dans les alliages T40 et TA6V.

### 1.2. Microstructures

L'ensemble des observations a été réalisée dans le sens longitudinal à l'exception de l'état brut de réception où des observations ont été conduites à la fois dans les sens longitudinal et transverse.

Les découpes ont été réalisées sur les deux matériaux, comme présentées sur la Figure II- 2 : en sens longitudinal et en sens transverse.

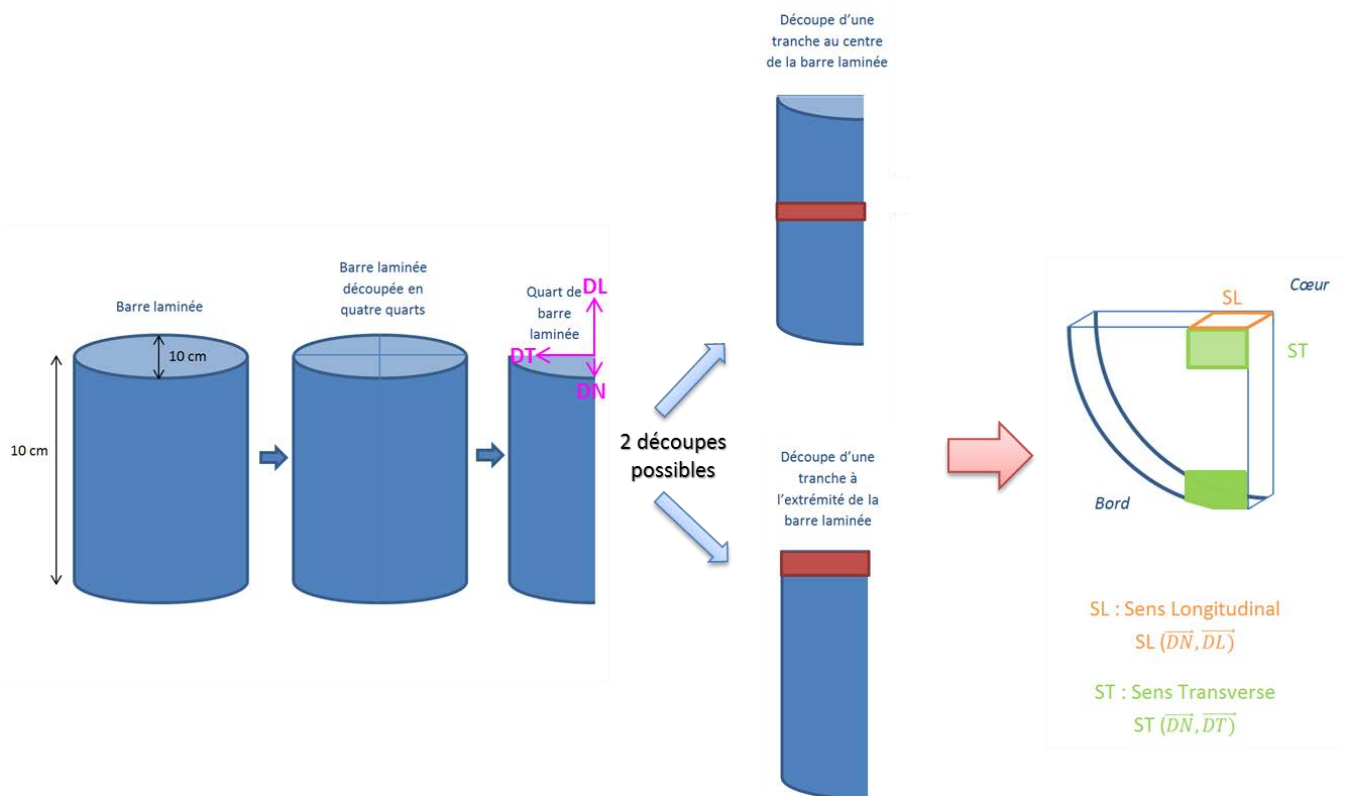


Figure II- 2. Plans de découpe des barres laminées des alliages T40 et TA6V.



Dans la suite de l'étude, on pourra aussi voir apparaître ponctuellement les abréviations DL, DT, DN, respectivement pour Directions de Laminage (= Sens Longitudinal), Transverse et Normale.

### 1.2.1. T40

Les observations métallographiques ont été réalisées au microscope optique en lumière polarisée. L'appareillage utilisé est un microscope Reichert MeF 3A accompagné d'une caméra numérique ColorView. La microstructure de l'alliage T40 dans le sens longitudinal à l'état brut de réception est monophasée et est constituée de grains équiaxes  $\alpha$  d'environ 60  $\mu\text{m}$  en moyenne (Figure II- 3). Cette microstructure est comparable à celle rencontrée dans la littérature [21].

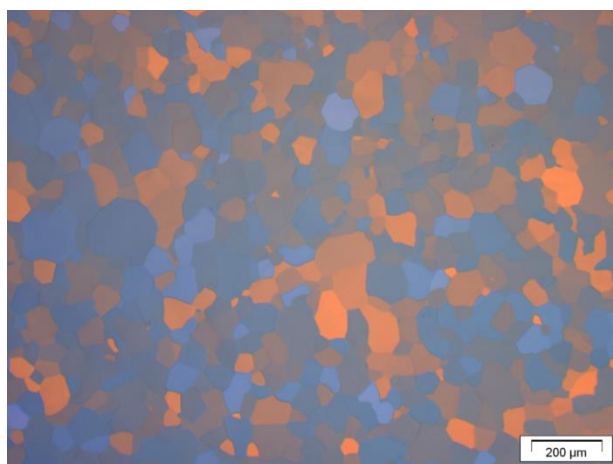


Figure II- 3. Microstructure de l'alliage T40 à l'état brut de réception. Prélèvement à cœur de la barre laminée. Observation dans le sens longitudinal en lumière polarisée au microscope optique.

### 1.2.2. TA6V

La microstructure observée au microscope optique (Figure II- 4) est duplex, composée d'une phase  $\alpha$ , nodulaire (dizaines de  $\mu\text{m}$  de diamètre) et lamellaire (quelques  $\mu\text{m}$  de large sur environ 10  $\mu\text{m}$  de long), décorée de phase  $\beta$ . La phase  $\alpha$  apparaît en clair et la phase  $\beta$  en sombre.

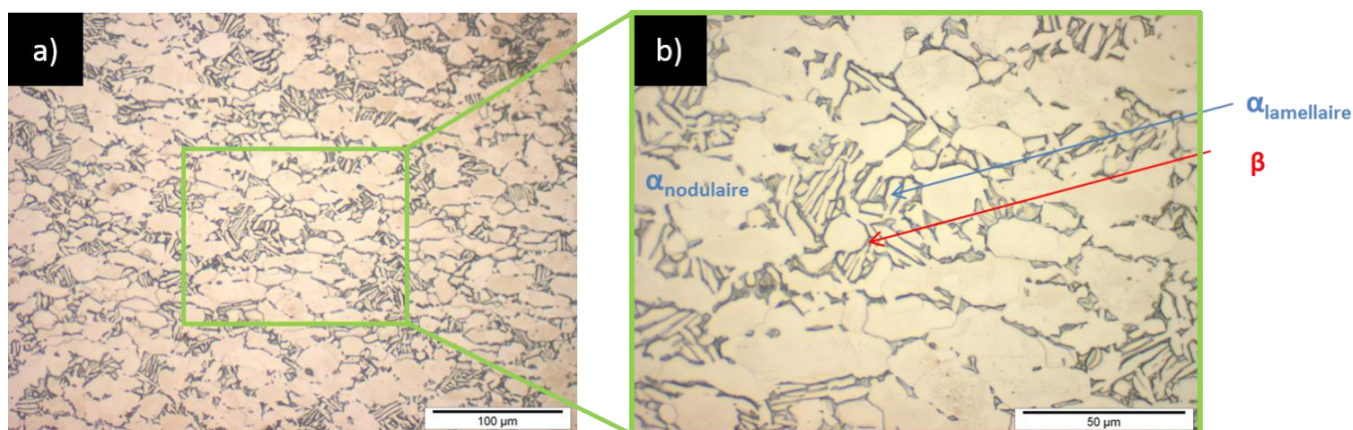


Figure II- 4. Microstructure de l'alliage TA6V à l'état brut de réception. Barre laminée observée dans le sens longitudinal au microscope optique après attaque chimique au réactif de Kroll à a) faible grossissement et b) à plus fort grossissement.

## 2. PROCOLE D'IRRADIATIONS AUX IONS

Dans le but de recréer les microstructures obtenues après irradiation neutronique, des irradiations aux ions ont été conduites. Ces irradiations aux ions ont été réalisées sur la plateforme JANNuS – Saclay.

### 2.1. Utilisation des particules chargées pour simuler les neutrons

Le but des irradiations ioniques réalisées dans ce travail de thèse étant de simuler les irradiations en réacteurs (irradiations neutroniques), il est important de connaître la transférabilité aux irradiations neutroniques des effets observés avec des irradiations aux ions.

#### 2.1.1. Avantages

L'utilisation de particules chargées, et plus particulièrement d'ions lourds<sup>6</sup>, pour simuler les microstructures obtenues aux neutrons [51] dans les réacteurs, présente des avantages [100,101] notables sur :

- l'aspect radiologique (les échantillons irradiés aux ions ne sont pas ou peu activés et peuvent donc être manipulés plus librement, sans l'utilisation d'équipements spéciaux) ;
- la réduction des durées d'irradiation [47], allant de pair avec les fortes doses atteignables rapidement (jusqu'à quelques dizaines de dpa/an pour les irradiations aux neutrons, jusqu'à une centaine de dpa par jour pour les irradiations aux ions [51]) ;
- le coût associé [51] ;

<sup>6</sup> Les ions lourds permettent de reproduire plus précisément la distribution en énergie des atomes de recul dans le cas de neutrons, que les ions légers [51].

- la relative flexibilité des paramètres tels que la dose, le débit de dose (= flux) ou encore la température. L'utilisation d'irradiations ioniques les rendent facilement modifiables et peuvent être choisis sur une large gamme de valeurs.

### 2.1.2. Inconvénients

On relève cinq inconvénients majeurs quant à l'utilisation d'un faisceau d'ions pour simuler les effets de l'irradiation par les neutrons.

- Les interactions entre les particules chargées et la matière diffèrent de celles avec les neutrons (section I- 2.1.1). Par conséquent, l'endommagement dépendra du type de particules utilisées et de son énergie [49,51]. Ceci peut induire un effet de flux pouvant conduire à un décalage en température des phénomènes observés après irradiation aux ions par rapport à une irradiation aux neutrons (section I-2.3).
- Les irradiations aux ions sont unidirectionnelles et conduisent à un profil de dommage hétérogène en profondeur [51].
- Le faisceau d'ions créé dans un accélérateur de particules est mono-énergétique alors que les neutrons dans un réacteur sont poly-énergétiques.
- La profondeur d'irradiation est relativement limitée compte-tenu du parcours moyen réduit [51] des particules chargées dans la matière (une centaine de  $\mu\text{m}$  pour des électrons de 1 MeV, une dizaine de  $\mu\text{m}$  pour des protons de 1 MeV et inférieur au  $\mu\text{m}$  pour des ions  $\text{Ni}^{2+}$  de 1 MeV, comparée aux neutrons pouvant parcourir des distances de l'ordre du centimètre [102]).
- Le dernier inconvénient porte sur l'effet des interstitiels injectés lors des irradiations aux ions. En effet, les ions provenant du faisceau d'irradiation peuvent modifier l'évolution de la microstructure en perturbant l'équilibre entre interstitiels et lacunes, qui sont mobiles vers les puits de défauts (on peut avoir un effet de surface qui peut conduire à l'élimination de défauts en surface). Les ions incidents agissent comme une source d'atomes interstitiels supplémentaires, capables d'affecter la germination et la croissance des amas [56].

### 2.1.3. Conclusions

La microstructure résultant de l'irradiation aux ions, et par conséquent le degré avec lequel les irradiations aux ions simulent celles aux neutrons, dépend de la nature des particules incidentes et du taux de dommage [51]. Du fait des différences potentielles des effets de l'irradiation aux ions avec ceux obtenus aux neutrons, une validation en conditions réelles avec des neutrons reste indispensable.

Toutefois, les expériences d'irradiations aux ions permettent une première approche des mécanismes mis en jeu [51].

2.2. Présentation de la plateforme JANNuS – Saclay

Les irradiations aux ions réalisées dans le cadre de ce travail de thèse ont été menées à JANNuS (*Jumelage d'Accélérateurs pour les Nanosciences, le Nucléaire et la Simulation*) de Saclay (DEN–DANS–DMN–SRMP). JANNuS est une plateforme multi-irradiation d'accélérateurs de très haute performance pour étudier le comportement des matériaux sous irradiation [103–106]. Elle fait partie du réseau national d'accélérateurs dédié à l'Etude du comportement des Matériaux sous IRradiation (EMIR).

Pour simuler les différents processus physico-chimiques rencontrés lors de l'irradiation neutronique, la plate-forme JANNuS – Saclay associe trois accélérateurs électrostatiques d'ions avec des gammes larges et complémentaires de particules et d'énergie (Figure II- 5).

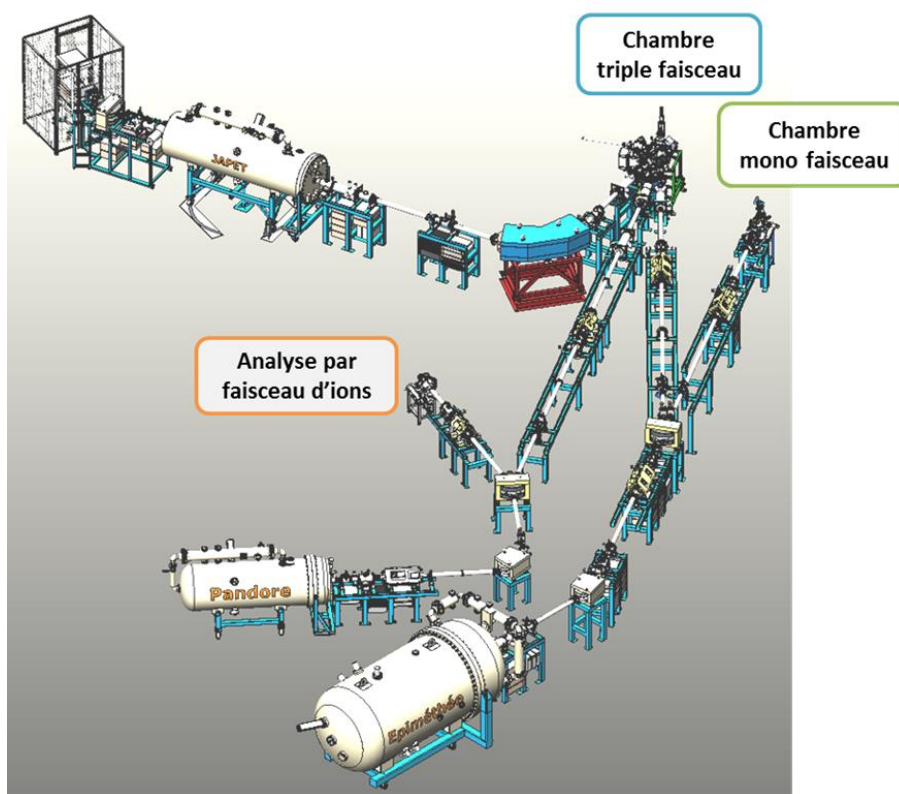


Figure II- 5. Représentation schématique de la plateforme d'accélérateurs JANNuS à Saclay [107].

Ainsi convergent autour d'une chambre d'expériences commune les faisceaux de :

- Epiméthée, Pelletron™ simple étage de 3 MeV à source d'ions multichargés ;
- Pandore, Pelletron™ de 2,5 MeV pouvant délivrer six gaz : hydrogène, deutérium, hélium-3 et -4, carbone et azote ;
- Japet, Pelletron™ tandem de 2 MeV à source d'ions à échange de charge. C'est ce dernier accélérateur qui est utilisé dans le cadre de ce travail de thèse.

Nous avons utilisé la chambre triple faisceau, en mode mono-faisceau pour nos irradiations. Dans cette chambre triple faisceau, une large gamme de température est disponible : de la température de l'azote liquide à 800°C [107].

### 2.3. Choix des paramètres d'irradiation

Les conditions d'irradiation des alliages de titane T40 et TA6V ont été choisies afin qu'elles soient compatibles avec les observations MET et avec les essais de nano-indentation pour lesquels les épaisseurs à considérer sont respectivement de 200 nm et 500 nm.

L'établissement du protocole d'irradiation, décrit ci-après, a fait l'objet d'un stage de fin d'études, réalisé par D. Durand de mars à août 2013 [108].

#### 2.3.1. Température d'irradiation

Dans l'état de l'art (section I- 2.3), nous avons mentionné qu'il existait deux domaines de température d'irradiation. Ces deux domaines se traduisent dans l'alliage T40 par des comportements mécaniques différents et dans l'alliage TA6V par des microstructures présentant différents types de défauts [80,84,85]. Dans le cas d'irradiations neutroniques, la transition entre les deux domaines est comprise entre 250°C et 350°C. La température exacte n'est pas connue mais des observations à 250°C et à des températures inférieures révèlent une microstructure dite « basse température » et celles à 350°C une microstructure dite « haute température ».

En outre, il a été montré que pour observer des phénomènes similaires, les températures des irradiations aux ions doivent être plus élevées que celles des irradiations neutroniques (section I- 2.3) [49,51]. Ainsi, pour une température donnée, les défauts sont en principe plus petits lors d'irradiation aux ions qu'aux neutrons. De fait, il est nécessaire d'irradier au-dessus de 250°C pour simuler les « basses températures » et éviter l'obtention de défauts trop petits pour être quantifiables. Cependant, il faut garder à l'esprit qu'au-delà de 300°C, il existe un risque de former de plus grosses boucles de dislocations que ce à quoi l'on pourrait s'attendre, d'après la littérature [85,109]. Nous avons donc choisi une température de 300°C pour les irradiations dites « basse température ». Pour les irradiations dites « haute température », nous nous sommes de nouveau appuyés sur la littérature pour choisir la température de 450°C. Certains auteurs ont observé, lors d'irradiation aux ions aluminium d'une énergie de 9 MeV et à des températures comprises entre 450°C et 700°C, une fine précipitation dans la phase  $\alpha$  de l'alliage de titane TA6V [64].

#### 2.3.2. Ion incident et énergie

Dans le cadre de cette étude, une dose de l'ordre de plusieurs dpa (*déplacement par atome*) pour la première expérience de la première campagne d'irradiation, servant de référence dans l'élaboration de ce protocole expérimental, était visée. En complément, le choix des paramètres d'irradiation devait rester compatible avec les contraintes de l'installation, à savoir la durée d'une journée d'irradiation et le flux maximum d'ions atteignable. De fait, il a été décidé de réaliser ces irradiations en conditions de flux maximum pour obtenir une dose importante en une journée.

En se référant à la littérature, nous savons que les défauts sont déjà présents en quantité importante dès 0,1 dpa, lors d'irradiations neutroniques [85]. Cependant, afin d'exacerber les phénomènes observés dans la littérature, nous avons visé des doses relativement importantes de l'ordre de plusieurs dpa (3 dpa) pour la première irradiation réalisée dans cette étude et de



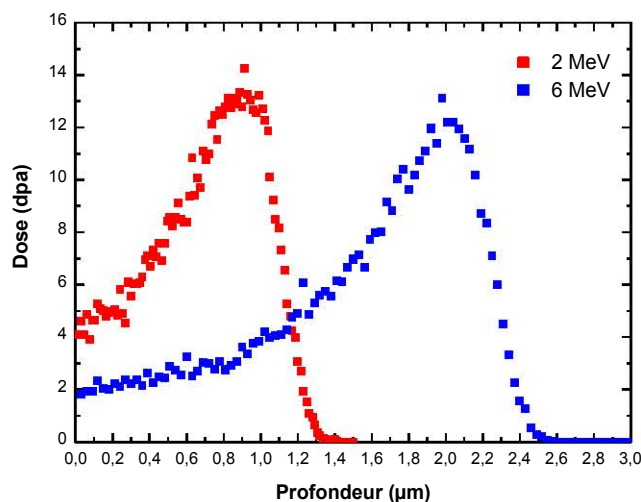
l'ordre d'un dpa pour les plus faibles doses (0,6 dpa). Or, la dose est d'autant plus faible que l'énergie est importante, à flux et durée constants. Il nous a alors fallu établir un compromis entre la dose de défauts créés et la profondeur d'irradiation, c'est-à-dire l'énergie des particules ioniques, en prenant en compte les contraintes imposées par l'installation, à savoir la durée (une journée d'irradiation en continu correspond globalement à 6 heures) et le flux moyen habituel de l'ordre de  $5.10^{11}$  ions. $\text{cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ . Dans un second temps, et pour compléter l'étude paramétrique, un deuxième flux d'irradiation a été considéré. Ce flux est 15 fois plus faible que le flux moyen habituel.

Afin de ne pas modifier grandement la chimie des alliages de titane, il a été décidé de réaliser les irradiations aux ions lourds titane. Trois énergies différentes sont disponibles : 1 MeV ou 2 MeV (avec les ions Ti<sup>+</sup>) ou 6 MeV (avec les ions Ti<sup>2+</sup>) sur la plateforme JANNuS. Il est à noter que lorsque l'énergie cinétique augmente, la profondeur de pénétration des ions est plus grande et le pic de dommages dus à l'irradiation est plus éloigné de la surface, ce qui se traduit par un profil d'irradiation à faible profondeur (proche de la surface) plus homogène.

Afin de sélectionner l'énergie la plus adaptée, nous avons simulé la propagation des dommages et son évolution au sein de la matière irradiée pour connaître avec précision la profondeur irradiée et la dose reçue. Le code de simulation SRIM<sup>7</sup> [110 112] a été utilisé pour ces simulations.

Ces simulations ont été réalisées en mode Kinchin Pease en prenant 3000 atomes, une énergie de déplacement  $E_d$  de 25 eV et une fluence de  $10^{16}$  atomes/ $\text{cm}^2$ .

Les simulations SRIM réalisées avec des ions Ti<sup>+</sup> portés à une énergie de 1 MeV ont montré que cette énergie ne répond pas à nos besoins car le pic de défauts est trop proche de la surface de la lame mince donnant un profil trop hétérogène sur l'épaisseur d'intérêt. La Figure II- 6 présente l'évolution de la dose d'irradiation en fonction de l'épaisseur de l'échantillon (titane pur), et ce pour les deux énergies restantes parmi celles disponibles : 2 MeV (ions Ti<sup>+</sup>) et 6 MeV (ions Ti<sup>2+</sup>).



**Figure II- 6.** Irradiation aux ions Ti<sup>+</sup> (2 MeV) et Ti<sup>2+</sup> (6 MeV) sur du titane pur : Evolution de la dose d'irradiation en fonction de la profondeur. Simulations SRIM.

<sup>7</sup> *Stopping and Range of Ions in Matter.*

Avec des ions  $Ti^{+}$  à une énergie de 2 MeV, nous pouvons constater que le dommage est hétérogène quelle que soit la profondeur. En revanche, l'utilisation d'ions  $Ti^{2+}$  à une énergie de 6 MeV permet d'obtenir un pic de défauts suffisamment éloigné de la surface (profondeur d'implantation plus importante) pour obtenir un dommage homogène sur 1  $\mu m$ . Ces conditions paraissent donc plus favorables pour les essais de nano-indentation.

Toutefois, l'utilisation d'ions très énergétiques a pour conséquence une baisse importante de la dose d'irradiation. La solution adoptée a été d'accoler une feuille d'aluminium aux échantillons. Le rôle de cette feuille est d'agir comme un dégradeur et permet de déplacer le pic de dommages vers la surface.

Comme illustré sur la Figure II- 7, le pic de défauts est décalé vers la surface lorsqu'on augmente l'épaisseur de la feuille d'aluminium. L'intérêt du dégradeur est donc de réajuster la dose d'irradiation en l'augmentant tout en conservant un gradient de défauts relativement limité. C'est avec une épaisseur de 0,8 microns que l'on obtient la dose la plus élevée avec un dommage raisonnablement homogène sur environ 500 nm. L'épaisseur de 0,8  $\mu m$  (qui n'est pas certifiée à 100% par le fournisseur) pour le dégradeur a été vérifiée par RBS. Pour cela, on a placé un petit morceau de la feuille d'aluminium utilisée comme dégradeur sur une pastille de carbone. Pour la reconstruction du spectre expérimental, le logiciel SIMNRA a été utilisé.

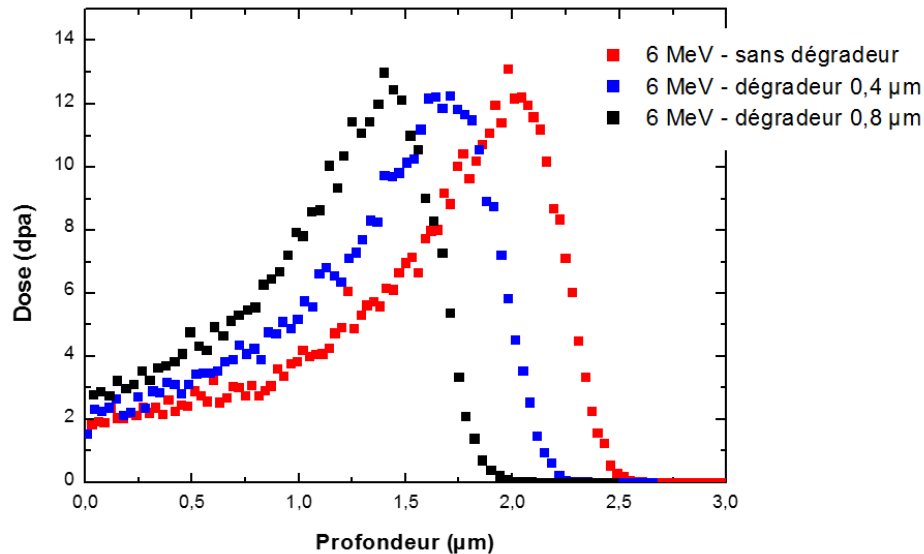


Figure II- 7. Irradiation aux ions  $Ti^{2+}$  (6 MeV) sur du titane pur : Influence de l'épaisseur d'une feuille d'aluminium sur l'évolution de la dose d'irradiation en fonction de la profondeur du matériau. Simulations SRIM.

### 2.3.3. *Bilan des conditions expérimentales choisies*

Les conditions d'irradiation suivantes ont donc été choisies : irradiations aux ions  $Ti^{2+}$  à une énergie de 6 MeV, avec une feuille d'aluminium de 0,8  $\mu m$  utilisée comme dégradeur, pour deux températures. Un bon compromis entre la quantité de défauts créés et l'homogénéité du profil sur le premier micron est ainsi attendu. Deux flux sont considérés dans ce travail de thèse. Le bilan des conditions expérimentales choisies pour les irradiations est présenté Figure II- 8.

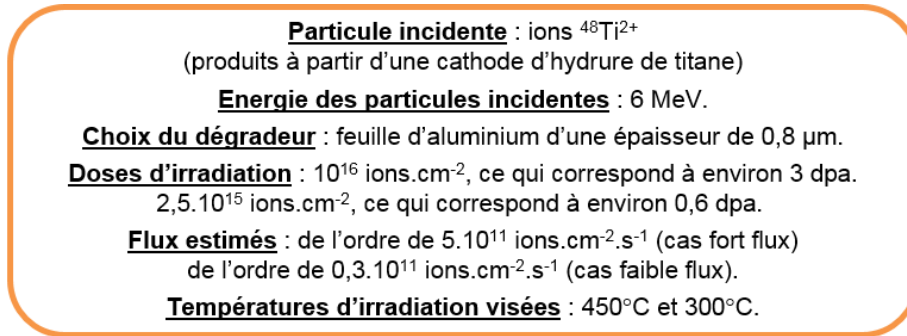
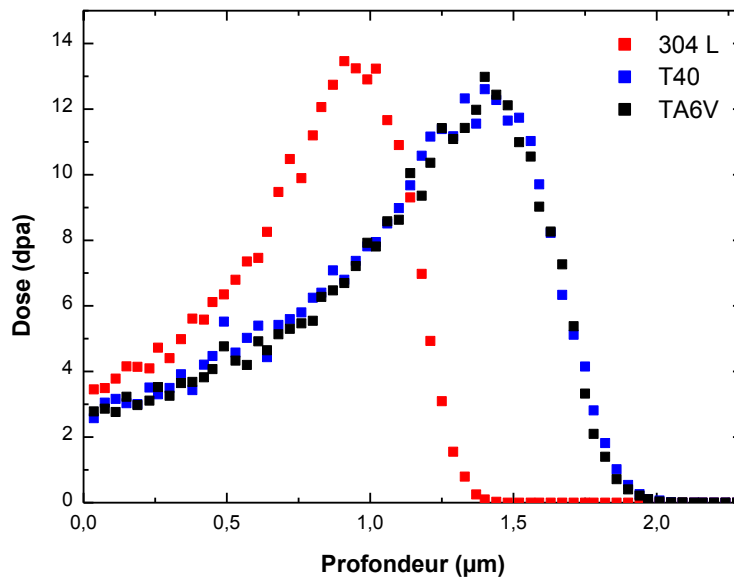


Figure II- 8. Bilan des conditions d'irradiation choisies.

Les simulations SRIM présentées Figure II- 6 et Figure II- 7 reposent sur l'exemple du titane pur. La Figure II- 9 montre, quant à elle, les simulations de l'irradiation aux ions  $\text{Ti}^{2+}$  avec les conditions choisies pour la suite de l'étude, sur l'ensemble des matériaux étudiés : les alliages T40 et TA6V et l'acier 304L (matériau utilisé comme comparaison).

Figure II- 9. Irradiation aux ions  $\text{Ti}^{2+}$  (6 MeV) avec présence d'une feuille d'aluminium de 0,8  $\mu\text{m}$  sur les trois matériaux considérés de l'étude : acier 304L, alliages T40 et TA6V. Simulations SRIM.

Les quantités de défauts créés sur les épaisseurs d'intérêt : pour le MET (200 nm) et la nano-indentation (500 nm), sont résumées dans le Tableau II- 4. Il apparaît que les taux de dommage obtenus sont similaires dans les deux alliages base titane étudiés que l'on considère les 200 premiers nanomètres ou les 500 premiers nanomètres. Les irradiations sont donc comparables pour les alliages base titane. Pour le 304L, les doses sont légèrement supérieures, tout en restant dans la même gamme. Seuls les alliages de titane seront étudiés dans ces travaux de thèse.



Tableau II- 4. Récapitulatif des défauts créés sur des épaisseurs de 200 et 500 nm.

	Feuille d'Aluminium (0,8 $\mu\text{m}$ ) + T40	Feuille d'Aluminium (0,8 $\mu\text{m}$ ) + TA6V	Feuille d'Aluminium (0,8 $\mu\text{m}$ ) + 304L
Dose moyenne (dpa) sur 200 nm	2,9	2,9	3,8
Dose moyenne (dpa) sur 500 nm	3,6	3,4	4,7

#### 2.4. Mise en place des échantillons et déroulement de l'irradiation

Les échantillons (sous forme de lames minces, disques de 3 mm de diamètre), au nombre de dix-neuf, sont placés sur un porte-échantillons en acier (Figure II- 10). Les échantillons ont été prélevés à cœur de barre.

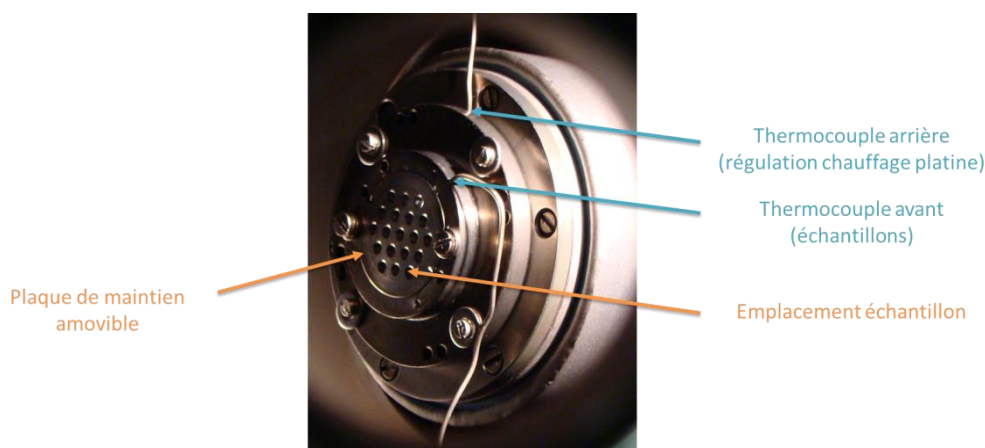
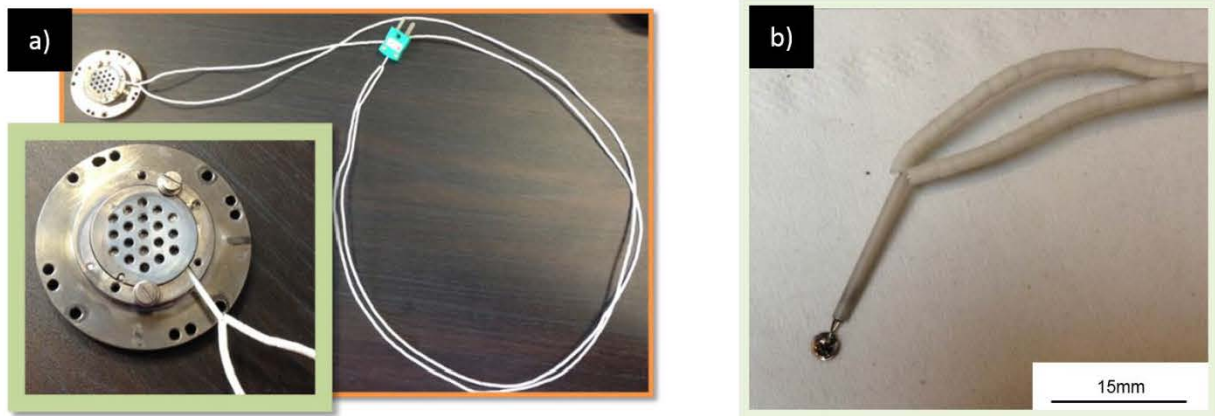


Figure II- 10. Porte-échantillons dans la chambre triple faisceau

Toutes les lames placées sur le porte-échantillons ont été irradiées simultanément. La feuille d'aluminium servant de dégradeur a été placée sous la plaque de maintien amovible. Deux thermocouples de type K sont présents. Le premier, placé en face arrière du porte-échantillons, permet la régulation en température de la platine chauffante. Le second, placé en face avant du porte-échantillons a pour objectif de rendre compte des différences en température entre les faces avant et arrière. Il est normalement simplement au contact d'un des échantillons. Pour les besoins spécifiques de la thèse, il a été remplacé par un thermocouple soudé sur une des lames minces (T40 tôle) comme illustré sur la Figure II- 11. L'objectif est de mesurer au mieux en temps réel la température des échantillons au cours de l'irradiation en température. En complément, le dispositif est équipé d'une caméra thermique permettant l'enregistrement d'images thermiques et de fait de déceler d'éventuelles zones chaudes.

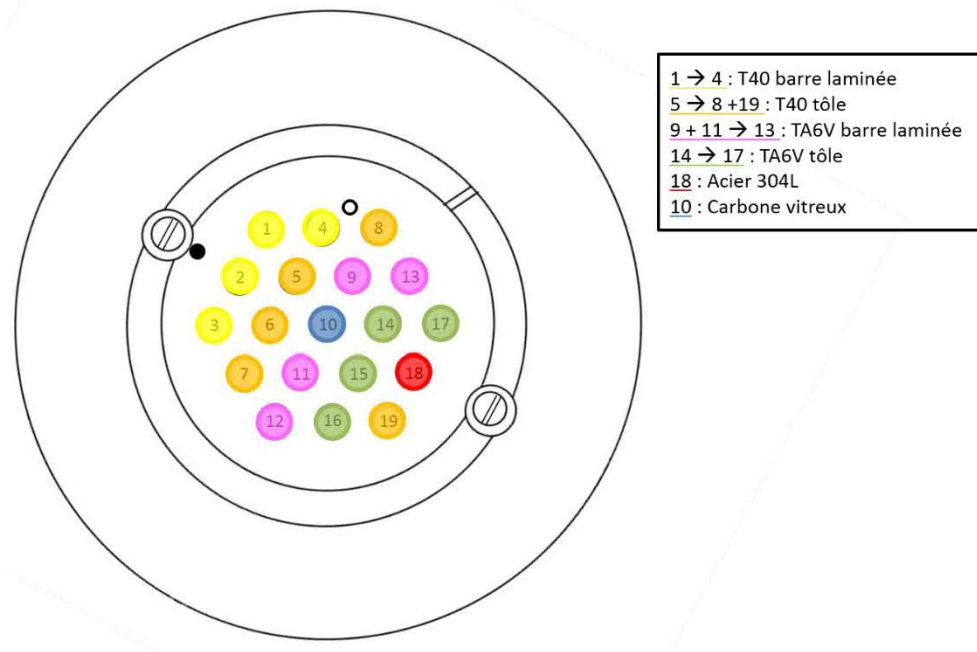


**Figure II- 11. Porte-échantillon avec un thermocouple de type K soudé sur une lame mince en T40 tôle : a) Vue générale et b) vue de la soudure par point du thermocouple sur la lame mince de T40 tôle.**

La répartition des échantillons pour les irradiations a été la suivante (Figure II- 12) :

- 4 lames de T40 barre laminée (lames 1 à 4)
- 4 lames de TA6V barre laminée (lames 9 et 11 à 13)
- 4 lames de T40 tôle (lames 5 à 7 et 19)
- 4 lames de TA6V tôle (lames 14 à 17)
- 1 lame avec thermocouple soudé (lame 8)
- 1 pastille de carbone vitreux (emplacement 10)
- 1 lame d'acier 304L hypere trempé considéré comme matériau de référence (lame 18) (pour l'irradiation à 450°C et 0,6 dpa, 2 lames de 304L supplémentaires étaient présentes à la place de la lame avec thermocouple soudé et de la pastille de carbone vitreux).

Pour rappel, seules les barres laminées ont été étudiées dans ce travail de thèse.



**Figure II- 12. Disposition des échantillons sur le porte-échantillons d'irradiation.**

La pastille de carbone vitreux est destinée à mesurer par spectroscopie de rétrodiffusion de Rutherford (RBS : *Rutherford Backscattering Spectrometry*) la quantité réelle de titane implantée dans l'échantillon (et donc la dose correspondante) lors des irradiations. La technique RBS [47,113,114] repose sur l'utilisation du phénomène de diffusion élastique que subissent les particules incidentes lorsqu'elles pénètrent dans le champ coulombien des noyaux contenus dans la cible. Elle permet de déterminer le nombre et l'énergie des ions rétrodiffusés après interaction avec la matière. Etant donné que les alliages de titane sont irradiés aux ions  $Ti^{2+}$ , la mesure ne peut être faite sur ces derniers car la contribution liée à l'irradiation ne pourra pas être déconvoluée. Par ailleurs, pour pallier à une éventuelle implantation de l'aluminium (provenant du dégradeur) dans les alliages de titane étudiés, il faut également que l'échantillon à analyser ne contienne pas d'aluminium. Il faut aussi que le pic d'implantation des ions  $Ti^{2+}$  utilisés soit contenu dans l'épaisseur du matériau sélectionné et que cette épaisseur soit atteignable par RBS. En s'appuyant sur des simulations SRIM, le pic d'implantation des ions  $Ti^{2+}$  se situe autour de 1,8  $\mu m$ . Le choix d'un carbone vitreux d'environ 1 mm d'épaisseur satisfait donc ce critère.

En complément de ces irradiations, et dans le but de réaliser des mesures de nano-indentation sur échantillons irradiés, un second porte-échantillons a été utilisé (Figure II- 13). La disposition des échantillons a été la suivante :

- 3 lames minces de T40 barre laminée
- 3 lames minces de TA6V barre laminée
- 1 plaquette de 2 x 0,5 x 0,15 cm de T40 barre laminée
- 1 plaquette de 2 x 0,5 x 0,15 cm de TA6 barre laminée.

De même que pour le porte-échantillons précédemment présenté (constitué de 19 lames), une feuille d'aluminium servant de dégradeur est placée sous la plaque de maintien amovible.

Dans le but d'obtenir plusieurs doses d'irradiation sur une même plaquette, un système de cache a été utilisé. Ce cache a dévoilé différentes parties des échantillons au fur et à mesure de l'irradiation, de manière à obtenir 5 zones : une zone non irradiée (non dévoilée au cours de l'irradiation en température) et 4 doses différentes : 0,6 dpa (50 min sous le faisceau), 1,3 dpa (1h30 sous le faisceau), 2 dpa (2h30 sous le faisceau) et 3 dpa (3h30 sous le faisceau). Ainsi chacune des lames de T40 et TA6V présente une dose différente et les plaquettes 5 zones (4 doses + 1 une zone non irradiée).

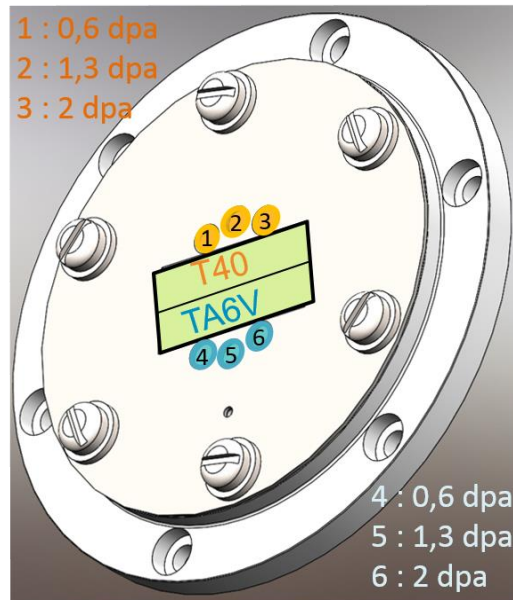


Figure II- 13. Représentation schématique de la disposition des échantillons pour les irradiations devant servir aux mesures ultérieures de nano-indentation.

Au cours de l'irradiation, le flux est mesuré à intervalle de temps constant (10 min) sur sept cages de Faraday. L'emplacement des cages de Faraday dans la chambre triple faisceau est présentée sur la Figure II- 14.

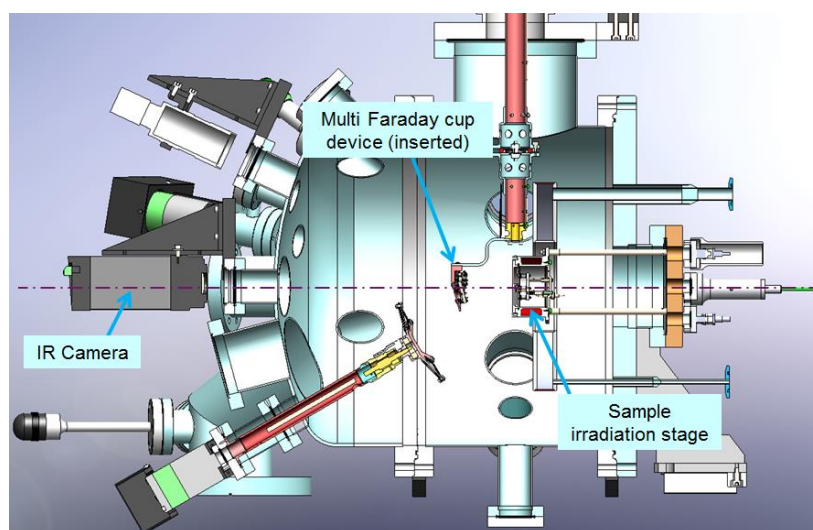


Figure II- 14. Représentation schématique de la chambre triple faisceau avec les cages de Faraday insérées.

### 3. ANALYSE MICROSTRUCTURALE A DIFFERENTES ECHELLES

Différentes techniques ont été utilisées pour observer et comparer qualitativement et quantitativement à différentes échelles les microstructures à l'état brut de réception et à l'issue des différentes conditions d'irradiation.

#### 3.1. Préparation métallographique

Pour les observations métallographiques en microscopie optique, les échantillons massifs ont été polis mécaniquement jusqu'au papier abrasif de granulométrie 1200, suivi d'un polissage automatique sur un disque de pré-polissage alvéolé STRUERS de type Largo et Mol avec une suspension diamantée de granulométrie 9  $\mu\text{m}$  et 3  $\mu\text{m}$ . La phase finale de polissage diffère en fonction de l'alliage de titane considéré.

Pour les observations métallographiques de l'alliage T40, le polissage est poursuivi pendant quelques minutes sur un feutre lubrifié avec une solution d'OPS (solution de silice colloïdale) et de 20% d'eau oxygénée ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ).

Dans le cas de l'alliage TA6V, une attaque chimique a été nécessaire pour les observations au microscope optique en lumière blanche. La microstructure a été révélée avec le réactif de Kroll (4% d'acide fluorhydrique (HF), 6% d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) accompagné de 90% d'eau distillée ( $\text{H}_2\text{O}$ )).

Pour les observations au MEB et en particulier pour les analyses EBSD, les échantillons ont été polis électrolytiquement en complément du polissage mécanique afin d'éliminer la couche d'écrouissage formée lors de ce polissage mécanique et ainsi faciliter l'observation des lignes de Kikuchi à l'EBSD. Ce polissage électrolytique a été réalisé avec une solution contenant 90% d'éthanol pur et 10% d'acide perchlorique, à une tension de 30 V et une température de - 10°C.

Pour les analyses chimiques à la microsonde de Castaing, le polissage mécanique initial est poursuivi par un polissage avec un feutre et une suspension d'alumine de granulométrie 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  pendant 30 min. La finition est assurée par un polissage vibrant avec une suspension d'alumine de granulométrie 0,1  $\mu\text{m}$  pendant 6 heures.

#### 3.2. Taille de grains et texture

En première approche, des observations métallographiques ont été réalisées au microscope optique afin d'obtenir des informations qualitatives sur les tailles de grains des alliages de titane étudiés. L'appareillage utilisé est un microscope Reichert MeF 3A accompagné d'une caméra numérique ColorView, couplée au logiciel d'analyse d'images Analysis.

Dans un second temps, et afin d'obtenir des données quantitatives sur les tailles de grains, des analyses EBSD (*Electron BackScatter Diffraction*) ont été conduites. Ces analyses ont aussi permis d'accéder à la microtexture (répartition spatiale des orientations cristallines des différentes phases) et à la désorientation intragranulaire et intergranulaire [115]. Les observations ont été faites sur un MEB JEOL JSM 6400 pour l'alliage T40 et un MEB ZEISS Sigma HD pour l'alliage TA6V, équipés d'une caméra EBSD eFlash Bruker. Ce dernier offre



une meilleure résolution pour l'indexation de la phase  $\beta$ . Les analyses EBSD et les *post* traitements ont été réalisés via le système Channel5 de HKL Technology.

Le mode de représentation des cartographies d'orientation (en indice de qualité ou en orientations de plans), la procédure de nettoyage et reconstruction de ces cartographies et enfin la détermination de la taille des grains, sont détaillés en annexe A1.

Les conditions d'observation MEB et d'analyses EBSD utilisées sont résumées dans le Tableau II- 5 pour les alliages T40 et TA6V.

Tableau II- 5. Conditions d'observation MEB et d'analyse EBSD pour les alliages T40 et TA6V.

	Conditions d'observation MEB	Conditions d'analyses EBSD
<b>T40</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tension : 20 kV</li> <li>• Distance de travail : 25 mm</li> <li>• Grandissement : x100</li> <li>• Echantillon incliné à 70°</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Taille de la cartographie : <math>\approx 2800 \times 800 \mu\text{m}^2</math></li> <li>• Pas de déplacement : 4 <math>\mu\text{m}</math></li> <li>• Phases d'indexation : hcp (194)</li> <li>• Nombre de bandes ayant servi à l'indexation : 7</li> </ul>
<b>TA6V</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tension : 20 kV</li> <li>• Distance de travail : 25 mm</li> <li>• Grandissement : x300 – x1000</li> <li>• Echantillon incliné à 70°</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Taille des cartographies : <math>\approx 567 \times 425 \mu\text{m}^2 - 113 \times 85 \mu\text{m}^2</math></li> <li>• Pas de déplacement : 0,95 <math>\mu\text{m} - 0,14 \mu\text{m}</math></li> <li>• Phases d'indexation : hcp (194) et cc (229)</li> <li>• Nombre de bandes ayant servi à l'indexation : 7</li> </ul>

### 3.3. Microscopie Electronique en Transmission (MET)

#### 3.3.1. Préparation des lames minces

Les échantillons ont été prélevés au cœur de la barre laminée dans le sens longitudinal. Les observations au MET ont été faites sur les états non irradiés et irradiés aux ions. La préparation des lames minces de ces deux états diffère.

Dans les deux cas, la première étape a consisté à polir mécaniquement une plaquette d'environ 1 cm<sup>2</sup> jusqu'à l'obtention d'une épaisseur avoisinant les 100  $\mu\text{m}$ . Ensuite, des disques de 3 mm de diamètre (l'épaisseur est toujours de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$ ) ont été poinçonnés dans cette plaquette pour être polis électrolytiquement.

##### 3.3.1.1. Préparation des lames minces par polissage électrolytique

Le disque de 3 mm de diamètre a été placé dans une polisseuse électrolytique à double jet immergé STRUERS TENUOL-3, où il a été soumis sur les deux faces à un jet d'électrolyte. La Figure II- 15 résume les étapes de l'amincissement électrolytique et le Tableau II- 6

rapporte les conditions choisies pour l'amincissement. L'électrolyte le plus concluant pour nos alliages est composé de 90% d'éthanol pur et 10% d'acide perchlorique. Les amincissements ont été menés à une température de  $-10^{\circ}\text{C}$  pour limiter la précipitation d'hydrure à l'interface  $\alpha/\beta$  et une tension de 30 V. La solution utilisée lors de l'amincissement électrolytique peut en effet conduire à la diffusion d'hydrogène [116], entraînant ainsi la formation de ces hydrures.

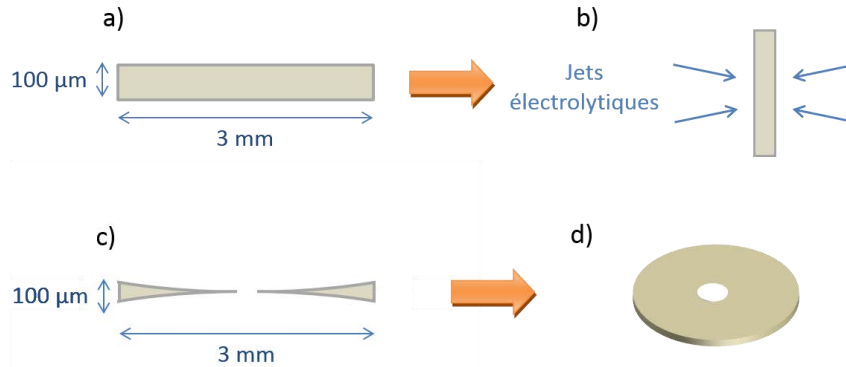


Figure II- 15. Etapes de l'amincissement électrolytique : a) lame après le poinçonnage, avant amincissement électrolytique, b) positionnement des jets électrolytiques sur la lame, c) perçage de la lame : formation du trou, d) lame percée de la figure c vue du dessus.

Tableau II- 6. Conditions choisies pour l'amincissement électrolytique [108].

Conditions d'amincissement électrolytique	
Bain électrolytique	90% d'éthanol et 10% d'acide perchlorique
Température	$-10^{\circ}\text{C}$
Tension	30 V

### 3.3.1.2. Spécificités liées à la préparation des échantillons irradiés par polissage électrolytique

Afin de caractériser la microstructure d'irradiation par MET, les échantillons à irradier se présentent sous la forme de lames minces, de  $3\ \text{mm}$  de diamètre, polis électrolytiquement sur une seule face. L'amincissement d'une seule face a été réalisé en plaçant deux lames dos à dos dans l'amincisseur électrolytique (Figure II- 16). Une cuvette est ainsi créée sur cette face (Figure II- 17b).

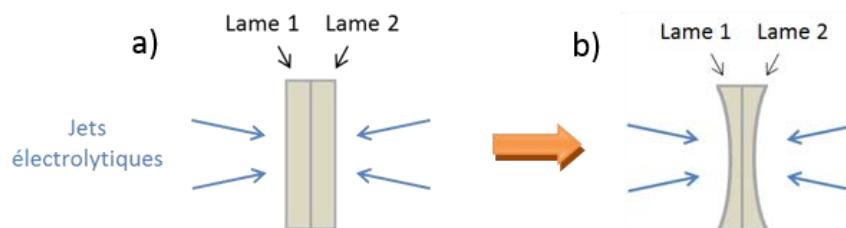
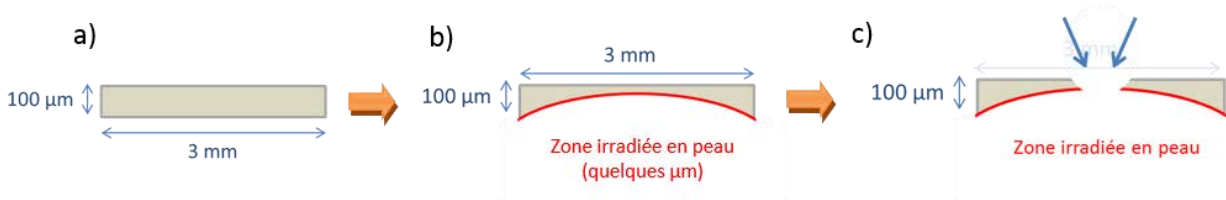


Figure II- 16. Positionnement des lames dos à dos pour l'amincissement d'une seule face : a) avant l'amincissement, b) après l'amincissement.

Après irradiation, la face irradiée aux ions  $Ti^{2+}$  est protégée par un vernis (LACOMIT) afin d'éviter le polissage de cette face lors du perçage de la lame. Seule la face non irradiée de la lame est amincie électrolytiquement (Figure II- 17c).



**Figure II- 17. Etapes de l'amincissement électrolytique : a) lame après le poinçonnage, avant amincissement électrolytique, b) Amincissement de la 1<sup>ère</sup> face et irradiation sur cette face, c) Amincissement de la seconde face (non irradiée) et formation du trou.**

Un stage préliminaire à la thèse [108] a permis de déterminer les conditions d'amincissement électrolytique des deux alliages de titane étudiés : le T40 et le TA6V, qui sont résumées dans le Tableau II- 6.

### 3.3.2. Conditions d'observation

Nous avons observé les lames minces sous un microscope JEOL 2010 équipé d'une pointe en  $LaB_6$  émettant des électrons accélérés à 200 kV. Un piège à azote liquide a systématiquement été utilisé pour limiter la contamination en surface des lames minces (piégeage des impuretés).

Les observations ont été réalisées majoritairement en champ clair mais aussi en champ sombre ou faible.

Une orientation cristalline proche de l'axe de zone  $B = [1120]$ , ou  $B = [1123]$  plus ponctuellement, a été choisie pour imager les boucles de dislocations.

- Les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  ont été imagées selon  $\vec{g} = 10\bar{1}1$  proche de l'axe de zone  $B = [1120]$  ou  $B = [1123]$ , dans la phase  $\alpha$  car le contraste de diffraction est marqué.
- Les boucles à composante  $\langle c \rangle$  ont été mises en évidence, dans la phase  $\alpha$ , selon  $\vec{g} = 0002$ , proche de  $B = [1120]$  car cela permet d'éliminer le contraste de diffraction associé aux défauts de type  $\langle a \rangle$ . Avec cette orientation, les boucles à composante  $\langle c \rangle$  ont été imagées sur la tranche et apparaissent comme des segments. Cependant, leur comptage (notamment la mesure de leur taille) s'est avéré délicat pour certaines conditions d'irradiations (notamment à  $450^\circ C$ ) compte-tenu de l'aspect sinueux de ces boucles à composante  $\langle c \rangle$ . Ainsi, pour faciliter le comptage, des observations ont été réalisées selon  $\vec{g} = 10\bar{1}1$ , proche de l'axe de zone  $B = [1120]$ . Les boucles à composante  $\langle c \rangle$  apparaissent fautées ou non, en fonction de la condition d'irradiation.

Les états de précipitation, dans l'alliage TA6V, ont été observés en s'écartant légèrement de l'axe de zone  $[2113]$  de la phase  $\alpha$  de façon à mettre la phase  $\alpha$  hors contraste et ainsi plus



facilement distinguer les fins précipités éventuels. Quelques clichés ont toutefois été acquis proche de l'axe de zone B = [1120].

### 3.3.3. Quantification des défauts

Pour quantifier les défauts, il est nécessaire de connaître le volume sondé. Dans ce travail, l'ensemble des épaisseurs a été déterminé par EELS.

#### 3.3.3.1. *Mesure de l'épaisseur des échantillons par EELS*

La méthode EELS (*Electron Energy Loss Spectrometry*) repose sur la perte d'énergie des électrons incidents (provenant du faisceau d'électrons du MET) lors de leur traversée dans la lame mince due à l'interaction inélastique avec le nuage électronique des atomes de l'échantillon considéré [117]. Ces pertes d'énergie peuvent être mesurées à l'aide d'un spectromètre localisé sous le MET. Le système utilisé dans cette étude est un filtre GIF (*Gatan Imaging Filter*), dont le MET JEOL 2100 est équipé.

Cette technique considère donc, plus particulièrement, la distribution en énergie des électrons qui ont traversé l'échantillon. Le logiciel Digital Micrograph (GATAN), pilotant l'EELS, permet de déconvoluer le pic élastique (ou *zero loss*) du pic de pertes et fournit la valeur de  $t/\lambda$  sur un point précis de l'échantillon observé au MET, où  $\lambda$  est le libre parcours moyen des électrons diffusés inélastiquement et  $t$  l'épaisseur de l'échantillon. Cette valeur de  $t/\lambda$  correspond à  $\ln(I/I_0)$  avec  $I$  l'aire totale sous le spectre et  $I_0$  l'aire sous le pic d'électrons n'ayant pas perdu d'énergie (*zero loss*) selon le modèle « log-ratio ». Le libre parcours moyen dépend de l'énergie cinétique des électrons compensée par un facteur de correction relativiste (tension d'accélération élevée), de l'angle de collection (focalisation) ainsi que de la nature de l'alliage [118]. Il est donné par l'expression [119] :

$$\lambda = \frac{200.F.E_0}{11.\rho^{0,3} \ln\left(\frac{\alpha^2 + \beta^2 + 2\theta_E^2 + |\alpha^2 - \beta^2|}{\alpha^2 + \beta^2 + 2\theta_C^2 + |\alpha^2 - \beta^2|} \times \frac{\theta_C^2}{\theta_E^2}\right)} \quad (\text{Equation II- 1})$$

Pour les alliages de titane étudiés (T40 et TA6V) et dans les conditions d'obtention du spectre EELS choisies (une tension d'accélération  $E_0$  de 200 keV, un angle de convergence  $\alpha$  de 0 mrad, un angle de collection du détecteur  $\beta$  de 100 mrad, un facteur de correction relativiste  $F$  de 0,62 calculé à partir du  $E_0$ , une densité massique  $\rho$  de 4,5 g.cm<sup>-3</sup>, un coefficient  $\theta_E = 5,5.\rho^{0,3}/F.E_0 = 0,07$  mrad et  $\theta_C = 20$  mrad), le libre parcours moyen  $\lambda$  vaut 126,9 nm.

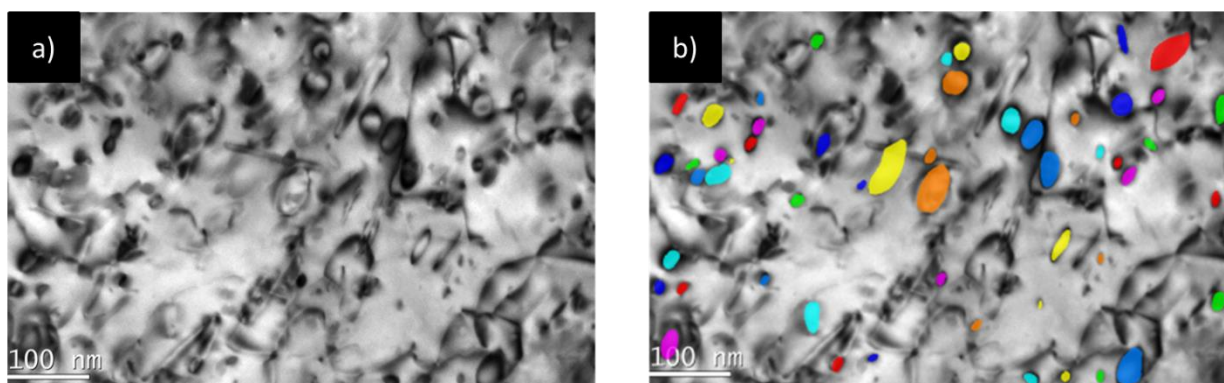
Les mesures d'épaisseur tiennent compte de l'angle d'inclinaison  $\theta$  de l'échantillon lors des observations de défauts :

$$\frac{t}{\lambda}(\text{réel}) = \frac{\left(\frac{t}{\lambda}\right)(\text{à tilt nul})}{\cos(\theta)} \quad (\text{Equation II- 2})$$

Ainsi, cette valeur de  $\lambda$  multipliée par la valeur moyenne  $t/\lambda$  mesurée donne l'épaisseur moyenne de la zone observée.

### 3.3.3.2. Analyse quantitative des défauts

Différents types de défauts ont été quantifiés dans cette étude : dislocations, boucles de dislocations  $\langle a \rangle$ , boucles à composante  $\langle c \rangle$  et précipités. Le comptage des défauts, à proprement parlé, a été réalisé par analyses d'images en utilisant les fonctionnalités du logiciel Noesis Visilog<sup>TM</sup>. Afin d'obtenir une bonne statistique de comptage, les observations de défauts ont été menées dans différents grains de phase  $\alpha$  et/ou sur plusieurs lames. Un exemple de comptage de boucles de dislocations  $\langle a \rangle$  est donné Figure II- 18. Après avoir sélectionné une zone d'étude sur le cliché MET, les défauts ont été sélectionnés et dessinés manuellement grâce à l'utilisation d'une tablette graphique. La prise en compte des défauts sélectionnés ainsi que leurs dimensions ont été réalisées automatiquement. Il faut mentionner que l'influence de la superposition des défauts ainsi que de la troncature des défauts par la surface de la lame est négligeable (tout du moins pour les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et les précipités)



**Figure II- 18. Illustration du comptage des boucles de dislocations  $\langle a \rangle$  dans l'alliage T40 irradié :**  
**a) Image en champ clair montrant les boucles de dislocations  $\langle a \rangle$ , b) Image en champ clair montrant le dessin des boucles de dislocations  $\langle a \rangle$  réalisé sur la tablette graphique (utilisation du logiciel Visilog). Les formes colorées correspondent aux boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  considérées.**

Toutefois, l'identification des défauts dans les zones observées s'est avérée plus complexe. Pour lever les ambiguïtés, des clichés en champs clair et faible ont été enregistrés. Un exemple de clichés MET (champ clair et en champ faible) pour lesquels des doutes subsistaient quant à la nature des défauts est donné Figure II- 19.

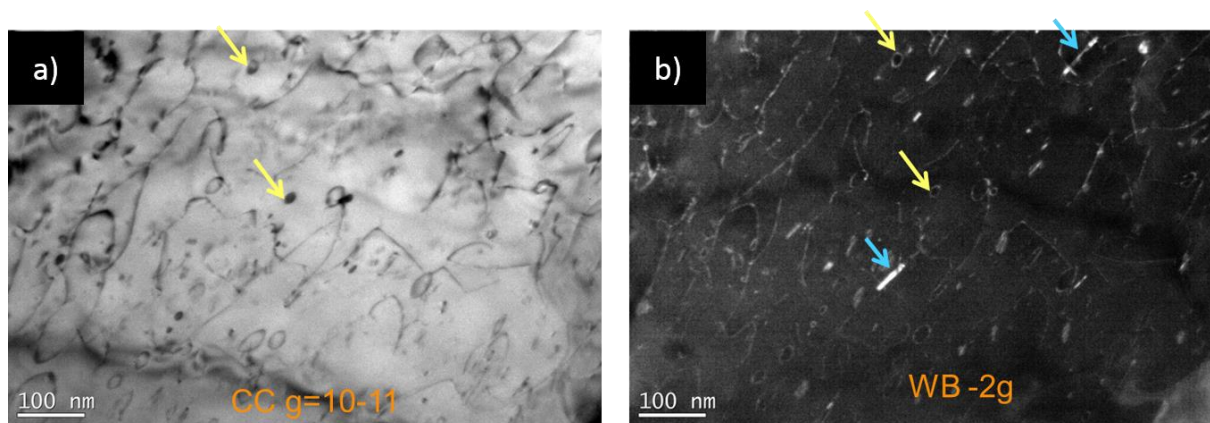


Figure II- 19. Méthode de comptage des défauts : a) Image en champ clair, b) Image en champ faible. Observations MET pour l'alliage T40 irradié 3 dpa 450°C à fort flux.

Le champ clair de la Figure II- 19a a été pris avec une orientation cristalline permettant de visualiser les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . La phase  $\alpha$  apparaît en clair et les défauts en sombre. En champ faible (Figure II- 19b), les défauts apparaissent en clair et la phase  $\alpha$  en sombre. Les défauts repérés par les flèches jaunes du cliché a) peuvent faire penser à des précipités ou des *black dots*. En revanche, l'observation en champ faible (cliché b) permet de lever cette ambiguïté car ces derniers apparaissent sous la forme d'ellipse aux contours assez fins (boucles de dislocations). Il est à noter que le champ faible permet également de mettre en évidence les hydrures (flèches bleues sur le cliché b) alors que ces derniers sont indiscernables sur l'image en champ clair (cliché a).

Dans la zone observée, le contraste d'une partie des défauts (dislocations, boucles de dislocations ou encore précipités) n'est pas suffisant pour apparaître clairement. Afin de les prendre en compte lors du comptage et plus particulièrement pour le calcul de la densité de défauts présents, un facteur correctif est appliqué. Dans le cas des boucles de dislocations  $\langle a \rangle$ , seules 2/3 de ces boucles sont en condition de Bragg et donc visibles en condition d'observation avec un réflecteur de type  $(10\bar{1}1)$ . Le facteur correctif à appliquer dans le calcul de la densité de boucles est égal à 3/2. Ce facteur correctif s'applique aussi pour le calcul de la densité de dislocations.

Concernant les boucles à composante  $\langle c \rangle$ , la troncature des défauts par la surface de la lame n'étant pas négligeable (diamètre des boucles à composante  $\langle c \rangle$  du même ordre de grandeur que l'épaisseur de la lame), la densité volumique de défauts n'est pas utilisée au profit de la densité linéique. Cette dernière s'exprime en mètre par m<sup>3</sup>.

En ce qui concerne l'observation des précipités dans l'alliage TA6V, un seul couple de variant pour l'orientation cristalline considérée est pris en compte pour le comptage. Cependant, trois couples de variants peuvent potentiellement précipiter au cours de l'irradiation (section I- 2.6.1.2). En considérant que la présence des trois couples de variants est équiprobable, nous avons tout simplement multiplié par 3 le nombre de particules par unité de volume mesuré (pour simplifier l'écriture, nous indiquerons par la suite *densité volumique* pour nombre de particules par unité de volume). Nous avons vérifié cette hypothèse d'équiprobabilité à la fois en taille et en densité pour deux des couples de variants ; le troisième couple de variants de précipités est difficile à observer mais l'équivalence en

taille a été vérifiée. Les résultats MET (densités) donnés dans le chapitre III correspondent aux comptages d'un seul variant.

## 4. ANALYSE CHIMIQUE

### 4.1. Microsonde de Castaing

Des analyses chimiques à l'échelle du micron (cartographies X, filiations quantitatives en mode table et faisceau, et pointés), d'un échantillon donné, ont été réalisées grâce à la microsonde de Castaing [120,121].

Dans le cadre de cette étude, les analyses ont été réalisées avec une microsonde SX 100 CAMECA. La tension d'accélération et le courant de sonde choisis sont respectivement de 15 kV et 20 nA pour l'alliage T40 et de 10 kV et 40 nA pour l'alliage TA6V. Les raies considérées, les cristaux choisis et les temps de comptage pour les alliages sont reportés dans le Tableau II- 7. Il est à noter que l'énergie de la raie  $K_{\beta}$  du vanadium a été considérée car celle de la raie  $K_{\alpha}$  est proche de celle de la raie  $K_{\alpha}$  du titane. Les analyses quantitatives ont été faites en appliquant une correction PAP (*Pouchou and Pichoir*) et en considérant les témoins que sont le vanadium, le titane, le fer et l'oxyde d'aluminium  $Al_2O_3$ .

Tableau II- 7. Conditions expérimentales utilisées pour les analyses en microsonde de Castaing.

	Raie considérée	Monochromateur	Temps de comptage (s)
T40	C $K_{\alpha}$	LPC2	10
	Fe $K_{\alpha}$	LIF	10
	Ti $K_{\alpha}$	PET	10
	O $K_{\alpha}$	LPC1	10
TA6V	V $K_{\beta}$	LPET	20
	Ti $K_{\alpha}$	PET	10
	Al $K_{\alpha}$	TAP	10
	Fe $K_{\alpha}$	LLIF	20

### 4.2. Sonde atomique tomographique (SAT)

Des analyses en SAT ont été réalisées afin d'accéder à la composition chimique et à la morphologie des précipités dans l'alliage TA6V.

#### 4.2.1. Principe

La SAT repose sur l'évaporation par effet de champ des atomes de surface d'un échantillon. L'application d'un champ électrique très intense sur des pointes de petites dimensions (rayon de courbure de l'ordre de 50 nm) permet d'ioniser les atomes et de les arracher de la surface. Plus précisément, les atomes sont évaporés lors de pulses électriques (augmentation du potentiel électrique) ou d'impulsions laser (augmentation de la température) superposés à un champ électrique continu.

Un détecteur récupère ces atomes projetés. Les informations telles que le temps de vol et la position de l'impact sont enregistrées. Le temps de vol rend compte du rapport masse/charge par spectrométrie de masse à temps de vol, rapport permettant l'identification des atomes (ou molécules) évaporés [122]. La position de l'impact sur le détecteur nous informe sur la position qu'occupait l'atome dans la pointe et sera utile pour la reconstruction 3D (traitement des données).

#### 4.2.2. Préparation des pointes SAT par FIB

Les pointes SAT ont été préparées par FIB (*Focused Ion Beam*). Des sections de dimensions  $10 \times 2 \times 2 \mu\text{m}$  ont été extraites de la phase  $\alpha$  des échantillons en utilisant le FIB double faisceau FEI Helios Nanolab 650 du CEA Saclay. Des sections de dimensions  $2 \times 2 \times 2 \mu\text{m}$  ont été placées sur les plots de micro coupons. Chaque échantillon a ensuite été aminci par polissage annulaire ionique en utilisant le FIB FEI Helios Nanolab 600 de l'IM2NP, à Marseille. Un exemple de pointe finalisée avant analyse SAT est donné Figure II-20.

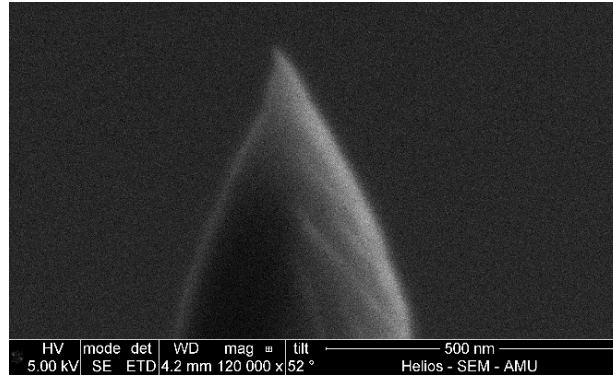


Figure II- 20. Image MEB d'une pointe SAT préparée au FIB.

#### 4.2.3. Conditions expérimentales

Les analyses SAT ont été menées à l'IM2NP de l'Université Aix-Marseille, en utilisant une sonde LEAP 3000X HR. Les analyses ont été réalisées en mode laser ( $\lambda = 532 \text{ nm}$ ), à une énergie laser de 1,1 nJ, à une température de 40 K et un taux de détection d'évaporation de 0,2-1%. Onze pointes ont été analysées. Le nombre total d'ions collectés pour chacune des pointes est compris entre 5 et 22 millions. Le logiciel IVAS développé par CAMECA a été utilisé pour la reconstruction spatiale en 3D des pointes. Matrice et précipités sont alors visualisables. La méthode de séparation maximale a été utilisée pour l'identification des clusters. La distance  $d_{\text{max}}$  choisie correspond à la distance maximale pour laquelle deux atomes de solutés appartiennent au même cluster (deux atomes séparés d'une distance supérieure à  $d_{\text{max}}$  n'appartiennent pas au même cluster). Un cluster est supposé contenir un minimum de  $N_{\text{min}}$  atomes. Les valeurs choisies pour ces paramètres dans cette étude sont :  $d_{\text{max}} = 0,5 \text{ nm}$  et  $N_{\text{min}} = 80$  pour les échantillons irradiés à  $430^\circ\text{C}$  ; et  $d_{\text{max}} = 0,6 \text{ nm}$  et  $N_{\text{min}} = 40$  pour les échantillons irradiés à  $300^\circ\text{C}$ .

Concernant le calcul des densités des précipités, il est important de mentionner qu'un précipité présent dans le volume, mais tronqué, a été compté pour  $\frac{1}{2}$ .

## 5. TESTS MECANQUES : MESURES DE DURETE

Dans un premier temps, des empreintes de dureté ont été réalisées sous une charge de 294,2 N, correspondant à HV30 à l'aide d'un microduromètre de type Vickers. Avec cette charge, un nombre important de grains de l'échantillon est considéré. La valeur de dureté sera donc une moyenne de la dureté des grains de la zone considérée.

En complément de ces mesures de dureté à l'échelle macroscopique, des mesures à l'échelle du grain ont été réalisées à l'aide de la nano-indentation. L'utilisation de la nano-indentation est bien adaptée à l'étude des échantillons irradiés aux ions car les profondeurs irradiées sont faibles (pour rappel, le dommage est supposé homogène sur une profondeur de l'ordre de 500 nm) [123,124]. Deux profondeurs ont été testées dans la thèse : 150 nm et 300 nm. Les charges d'indentation appliquées correspondantes sont les suivantes : 2 mN et 7 mN, respectivement pour une profondeur de 150 nm et 300 nm dans l'alliage T40 ; 3-4 mN et 9-11 mN, respectivement pour une profondeur de 150 nm et 300 nm dans l'alliage TA6V. La dureté est déterminée en faisant le rapport entre la charge maximale appliquée et l'aire de contact  $A_c$  à profondeur et charge maximale. L'une des difficultés de la mesure est la détermination de l'aire de contact. Elle est calculée de façon indirecte, pour un indenteur Berkovich, à partir de la connaissance de la géométrie de l'indenteur et de la profondeur de pénétration (asservissement sur la profondeur d'indentation ou la force appliquée) [125,126], grâce aux relations :

$$A_c = 24,56 h_c^2 \quad (\text{Equation II- 3})$$

$$h_c = h_{max} - 0,727 \frac{F_{max}}{S} \quad (\text{Equation II- 4})$$

où  $h_{max}$  est la profondeur de pénétration maximale,  $F_{max}$  la force maximale appliquée et  $S$  la raideur de contact correspondant à la tangente de la courbe à la décharge.

L'appareillage Anton Paar NHT<sup>2</sup> a été utilisé sur les deux nuances de titane étudiées. L'étalonnage de l'indenteur a été mené sur de la silice fondue. Les résultats des mesures de nano-indentation tiennent compte des valeurs obtenues sur 150 pointés de mesure, pour les échantillons irradiés et non irradiés et/ou recuits à la température d'irradiation. De plus, il est important de mentionner que tous les essais de nano-indentation ont été réalisés à la suite les uns des autres, sur une plage de temps donné, de manière à limiter l'effet de la modification du diamètre de l'indenteur et de la surface de contact [123].

Le logiciel de dépouillement utilisé est le logiciel associé à l'équipement Anton Paar. Pour une plus grande précision des résultats, le point de contact de l'indenteur sur l'échantillon lors de la charge est déterminé pour chacun des pointés.



---

## Chapitre III – Résultats

---



1. PROPRIETES INTRINSEQUES DES MATERIAUX ETUDIES.....	87
1.1. T40.....	87
1.1.1. Microstructure .....	87
1.1.2. Texture et cristallographie.....	89
1.1.3. Taille de grains.....	90
1.1.4. Analyse chimique WDS.....	91
1.1.5. Dureté Vickers.....	91
1.2. TA6V .....	92
1.2.1. Microstructure .....	92
1.2.2. Texture et cristallographie.....	94
1.2.3. Analyse chimique WDS.....	95
1.2.4. Dureté Vickers.....	98
1.3. Bilan des propriétés intrinsèques des alliages T40 et TA6V .....	99
2. IRRADIATIONS AUX IONS: RE-ESTIMATION <i>POST</i> IRRADIATION DE LA TEMPERATURE, DU FLUX ET DE LA DOSE .....	100
2.1. Ré-estimation <i>post</i> irradiation de la température .....	101
2.2. Ré-estimation <i>post</i> irradiation du flux et de la dose.....	102
2.3. Bilan des ré-estimations <i>post</i> irradiation .....	104
3. MICROSTRUCTURES OBTENUES DANS LES DIFFERENTES CONDITIONS D'IRRADIATION.....	105
3.1. T40.....	105
3.1.1. Influence de la température à la dose de 3 dpa, sans TTh préalable .....	106
3.1.1.1. Boucles de dislocations de type <a> .....	106
3.1.1.2. Boucles à composante <c> .....	107
3.1.2. Influence de la dose, du flux et du TTh préalable .....	108
3.1.2.1. A 300°C, sans TTh préalable .....	109
3.1.2.2. A 430°C .....	111
3.1.2.2.1. Dislocations <a> et boucles de dislocations de type <a> .....	111
3.1.2.2.2. Boucles à composante <c> .....	118
3.2. TA6V.....	119
3.2.1. Influence de la température à la dose de 3 dpa, sans TTh préalable .....	120
3.2.1.1. Boucles de dislocations de type <a> .....	120
3.2.1.2. Précipités .....	121
3.2.1.2.1. Grandeurs microstructurales .....	121
3.2.1.2.2. Cristallographie .....	126
3.2.1.2.3. Composition chimique .....	127
3.2.1.2.4. Synthèse sur l'influence de la température à une dose de 3 dpa .....	128
3.2.2. Influence de la dose, du flux et du TTh préalable .....	129
3.2.2.1. Boucles de dislocations de type <a> .....	129
3.2.2.1.1. Irradiations sans TTh préalable .....	129
3.2.2.1.2. Irradiations avec TTh préalable .....	131
3.2.2.2. Précipitation et ségrégation à 430°C .....	133
3.2.2.2.1. Irradiations sans TTh préalable .....	133
3.2.2.2.2. Irradiations avec TTh préalable .....	137
3.3. T40 vs TA6V .....	142
4. NANO-INDENTATION.....	144
4.1. T40.....	144
4.2. TA6V .....	145
4.3. T40 vs TA6V .....	146
5. BILAN .....	147

Dans ce chapitre, une première partie est consacrée aux propriétés intrinsèques des deux nuances de titane de l'étude, à l'état de réception. Ensuite, la ré-estimation *post* irradiation des différents paramètres d'irradiation (température, dose, flux d'irradiation) est détaillée. La troisième partie de ce chapitre traite des différentes microstructures obtenues après irradiation, pour les deux nuances de titane considérées et de leur évolution sous irradiation en fonction de la température, de la dose et du flux. La quatrième partie donne une première approche mécanique, à travers la réalisation d'essais de nano-indentation sur échantillons irradiés.

## 1. PROPRIETES INTRINSEQUES DES MATERIAUX ETUDIES

Dans cette section, les caractéristiques intrinsèques des matériaux d'étude sont détaillées, tant sur l'aspect microstructural que sur les aspects chimiques et mécaniques.

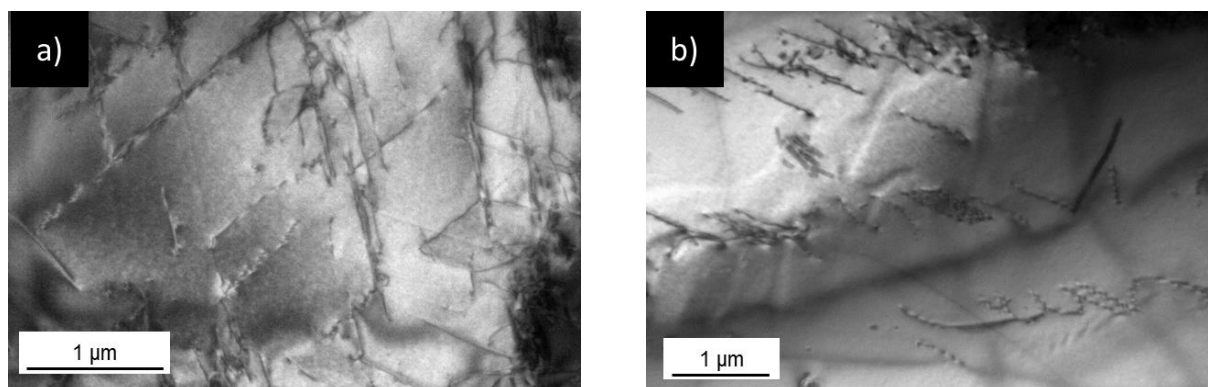
### 1.1. T40

#### 1.1.1. Microstructure

Comme montré dans la section II- 1.2.1, la microstructure de l'alliage T40 à l'état brut de réception est monophasée et composée de grains  $\alpha$  équiaxes d'environ 60  $\mu\text{m}$  (Figure II- 3). L'homogénéité morphologique a été vérifiée au sein de la barre (cœur et périphérie de la barre provenant d'une tranche du milieu ou de son extrémité, en sens longitudinal et en sens transverse).

A l'intérieur des grains  $\alpha$ , nous avons rencontré des réseaux de dislocations vis  $\langle a \rangle P$  ( $10^{13}$  dislocations.m<sup>2</sup>, Tableau III- 1 et Figure III- 1a). D'autres systèmes de glissement sont présents dans l'alliage T40 et des empilements de dislocations peuvent être observés (Figure III- 1b). Toutefois, aucun système de glissement  $\langle c+a \rangle$  n'est visible sur les micrographies prises proches d'une orientation prismatique.

La présence de précipités riche en fer n'a pas été décelée dans les zones observées.



**Figure III- 1.** Microstructure de dislocations observées au MET, au sein des grains  $\alpha$  de l'alliage T40, à l'état brut de réception : a) Observation proche du plan de base : systèmes de dislocations vis  $\langle a \rangle P$  et b) Empilement de dislocations  $\langle a \rangle$ .

Avec pour objectif de dissocier les éventuels effets de l'irradiation à 450°C des effets thermiques, deux traitements thermiques (notés par la suite, TTh) ont été réalisés à 450°C pour des temps comparables à ceux de l'irradiation : 6 heures (représentatif des irradiations à 3 dpa fort flux) et 30 heures (représentatif des irradiations à 0,6 dpa faible flux). La totalité du cycle thermique (y compris le refroidissement) a été réalisée sous un vide secondaire à 10<sup>-6</sup> mbar. Les échantillons de dimension 1 cm de côté et 2 mm d'épaisseur sont placés dans une nacelle. Quatre thermocouples sont également placés le long de la nacelle dont un est proche de l'échantillon et sert de régulation.

Après des TTh de 6h et 30h à la température de 450°C, la microstructure résultante est similaire à celle obtenue pour l'état de réception, mais la densité de dislocations est plus faible à l'issue des TTh (Tableau III- 1). Les densités de dislocations obtenues pour les deux durées de TTh sont comparables. Ceci signifie donc que le traitement thermique conduit à une restauration des dislocations au sein de l'alliage de titane T40 avec une évolution peu significative au-delà de 6h (probablement bien avant ce temps de maintien isotherme). L'incertitude associée à chacun des résultats des différentes conditions observées correspond à l'écart-type des mesures.

On peut noter qu'après 30h de TTh, une montée hélicoïdale des dislocations <a> vis semble être observée (Figure III- 2). Cette montée peut être expliquée par l'effet du TTh et semble conduire à la formation de grandes boucles de dislocations grâce à l'interaction entre les dislocations.

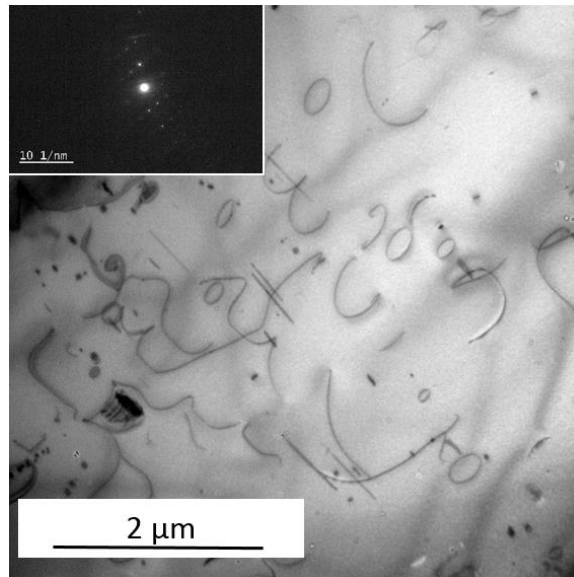


Figure III- 2. Microstructure observée au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}210]$ , au sein des grains  $\alpha$  de l'alliage T40, maintenu en température pendant 30h à la température de 450°C.

Tableau III- 1. Evolution de la densité de dislocations dans l'alliage de titane T40 à l'état de réception et après TTh 6h et 30h à 450°C.

	Densité de dislocations (dislocations.m <sup>-2</sup> )
Témoin, non irradié, sans TTh	$3,3 \pm 2,7 \times 10^{13}$
TTh 6h 450°C, non irradié	$0,87 \pm 0,45 \times 10^{13}$
TTh 30h 450°C, non irradié	$0,79 \pm 0,1 \times 10^{13}$

### 1.1.2. *Texture et cristallographie*

La détermination des orientations cristallines des grains  $\alpha$  dans les plans  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  et  $(\overline{DN}, \overline{DT})$  de la barre laminée d'alliage de titane T40 a été réalisée par EBSD. L'obtention des cartographies d'orientations est détaillée en annexe A1. Une représentation schématique de la texture résultant de l'exploitation des cartographies EBSD est présentée Figure III- 3. Ainsi, la barre laminée de l'alliage T40 présente une texture marquée pour laquelle la direction  $\overline{DL}$  appartient aux plans  $\{0002\}$  et est parallèle soit aux directions  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  soit aux directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Il est à noter que ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par TIMET Savoie (annexe A1). Cette texture a aussi été confirmée par diffraction des rayons X (diffractogramme donné en Figure III- 4). Elle se manifeste par le renforcement de certaines familles de pics de diffraction et exclue toute exploitation des diffractogrammes pour accéder aux taux de phases. Nous pouvons tirer du diffractogramme de rayons X les paramètres de mailles moyens de la phase  $\alpha$  ( $a = 2,9513 \pm 0,0001 \text{ \AA}$  et  $c = 4,6878 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ ) dont le rapport  $c/a$  (1,588) est en accord à celui tiré de la littérature (section I- 1.1.1).

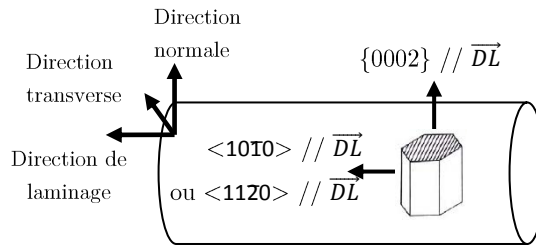


Figure III- 3. Représentation schématique de la texture de la barre laminée de l'alliage T40.

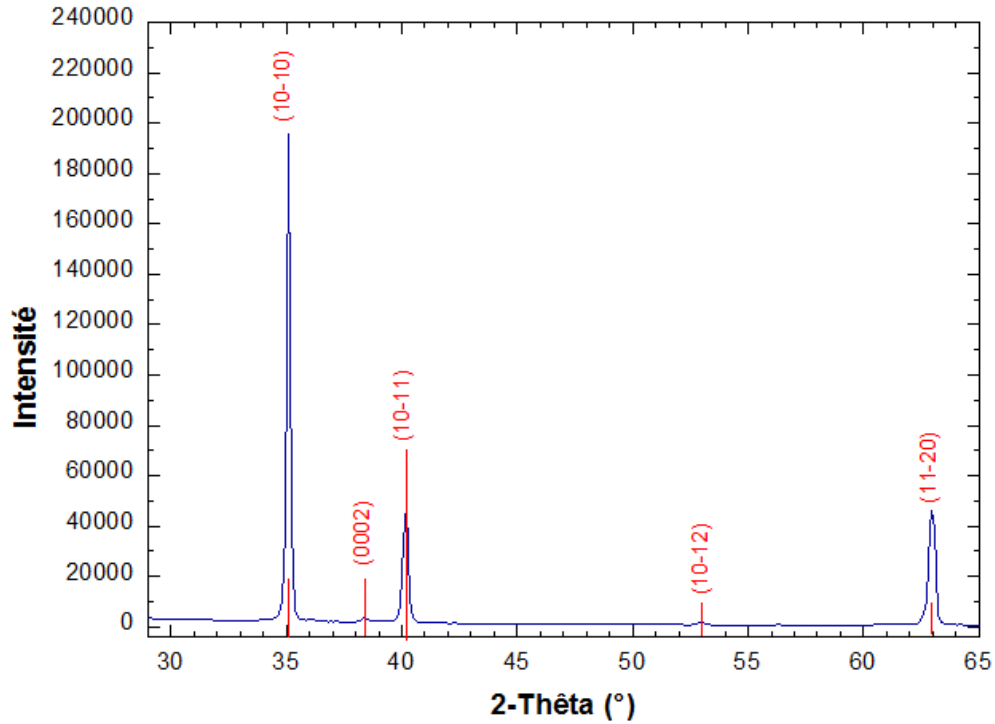


Figure III- 4. Diffractogramme de rayons X obtenu pour l'alliage T40.

### 1.1.3. Taille de grains

A partir des cartographies d'orientation cristallographique des plans  $\{hkl\}$  obtenues en EBSD, il est possible de déterminer une distribution de taille de grains  $\alpha$  apparent (comme décrit en annexe A1). Les distributions pour les sens longitudinal et transverse, sont présentées en Figure III- 5. Il est à noter que la taille d'un pixel vaut  $4 \mu\text{m}$ . Les valeurs moyennes du diamètre équivalent apparent des grains  $\alpha$  sont données dans le Tableau III- 2.

La disparité en taille pour les prélèvements SL et ST sont équivalents. Elle s'étale entre  $20 \mu\text{m}$  et  $180 \mu\text{m}$  avec une proportion majoritaire de grains  $\alpha$  (65% environ) ayant un diamètre équivalent apparent de  $30 - 60 \mu\text{m}$ . La taille moyenne des grains  $\alpha$  est égale à  $60 \mu\text{m}$ , avec un écart type de 30.

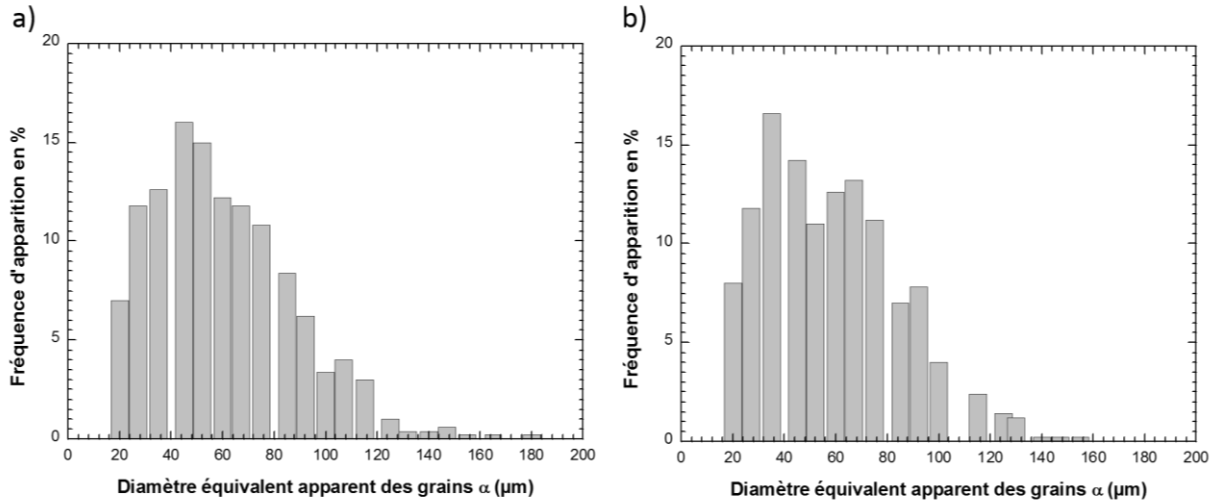


Figure III- 5. Histogrammes de distribution de taille de grains dans l'alliage T40, dans le plan : a)  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  et b)  $(\overline{DT}, \overline{DN})$ .

Tableau III- 2. Diamètre équivalent apparent moyen des grains  $\alpha$  de l'alliage T40 obtenu à partir de cartographies EBSD pour les plans  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  et  $(\overline{DT}, \overline{DN})$ .

	$(\overline{DL}, \overline{DN})$	$(\overline{DT}, \overline{DN})$
Nombre de grains considérés	633	630
Diamètre équivalent apparent moyen (μm)	60,8	58,6

#### 1.1.4. *Analyse chimique WDS*

L'homogénéité en composition chimique dans l'alliage de titane T40 a été vérifiée à la microsonde de Castaing pour différentes zones de prélèvement (tranche provenant du milieu du cylindre et à son extrémité ainsi qu'au cœur et au bord externe de la barre, dans les sens longitudinaux et transverses). Nous n'avons pas décelé de différence notable quelle que soit la zone de prélèvement considérée. Les teneurs en titane et en fer sont respectivement égales à 99,7% et 0,03% massique et sont en accord avec celles données par le fournisseur (Tableau II- 1).

#### 1.1.5. *Dureté Vickers*

Des essais de dureté Vickers HV 30 ont été réalisés à différentes zones de prélèvement dans la barre laminée (milieu et extrémité du cylindre, en sens longitudinal et en sens transverse) dans le but de vérifier l'homogénéité mécanique. Les barrettes (correspondent à des rayons de la barre laminée) ainsi prélevées dans ces deux zones ont été testées comme présenté Figure III- 6. Les valeurs de dureté sont quant à elles reportées sur la Figure III- 7 pour chaque zone et sens considérés. Les valeurs de dureté obtenues sont globalement homogènes au milieu et à l'extrémité du cylindre, avec des valeurs légèrement supérieures en sens longitudinal pour une dureté HV 30 de 160 en moyenne (150 – 180). Les valeurs de

dureté plus élevées en sens longitudinal qu'en sens transverse sont cohérentes avec la texture de l'alliage T40 (Figure III- 3) [127,128].

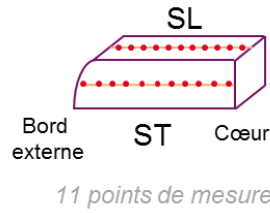


Figure III- 6. Représentation schématique de la localisation des points de dureté HV 30.

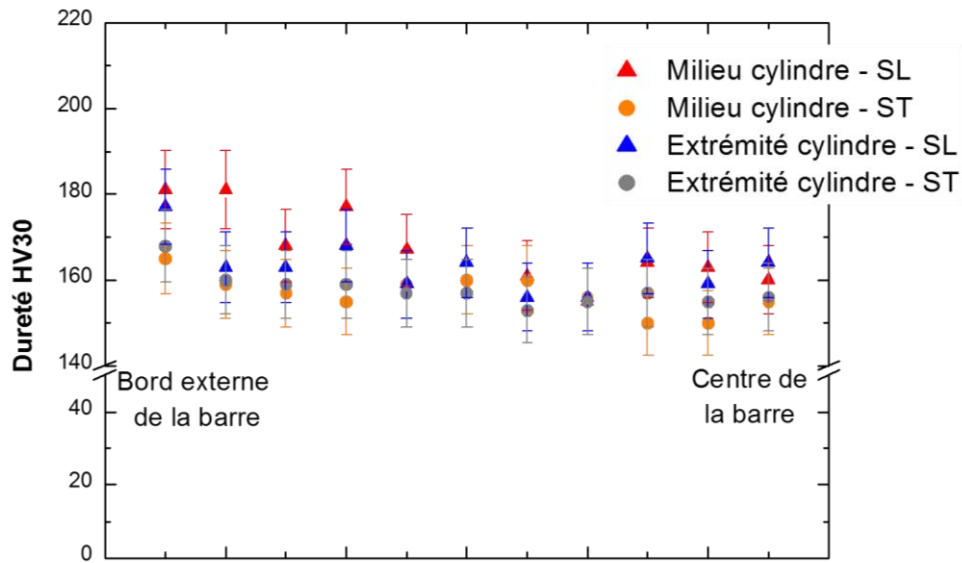


Figure III- 7. Dureté HV30 et écart-type dans l'alliage de titane T40 prélevé en sens longitudinal et transverse au milieu et à l'extrémité du cylindre.

## 1.2. TA6V

### 1.2.1. *Microstructure*

La microstructure (Figure II- 4) est duplex, composée d'une phase  $\alpha$ , nodulaire (environ 10  $\mu\text{m}$  de diamètre) et lamellaire (quelques  $\mu\text{m}$  d'épaisseur sur environ 10  $\mu\text{m}$  de long), décorée de phase  $\beta$ . La fraction surfacique de phase  $\beta$  obtenue par analyse d'image à partir d'image en mode BSE est de l'ordre de 10%. Cette valeur est classiquement celle mesurée pour un chemin thermomécanique équivalent [129]. L'homogénéité microstructurale au sein de la barre a été vérifiée en prélevant puis observant au microscope optique différentes zones (cœur et bord de la barre provenant d'une tranche du milieu ou de son extrémité, en sens longitudinal et en sens transverse).

La microstructure a également été observée par MET. Sur le champ clair de la Figure III- 8a, la phase  $\alpha$  apparaît en sombre et la phase  $\beta$  en clair. A l'intérieur des nodules de phase  $\alpha$  (Figure III- 8b), on observe la présence de sous-grains (lattes d'environ 300 – 500 nm de large), dans lesquels des réseaux de petites dislocations sont visibles (empilements de

dislocations illustrés sur la Figure III- 9a). Ces réseaux de dislocations sont distribués de manière hétérogène (Figure III- 8b). La microstructure est similaire à celle observée dans la littérature [24,31,35], en particulier dans les travaux de Leguey pour un alliage élaboré dans des conditions similaires, par TIMET.

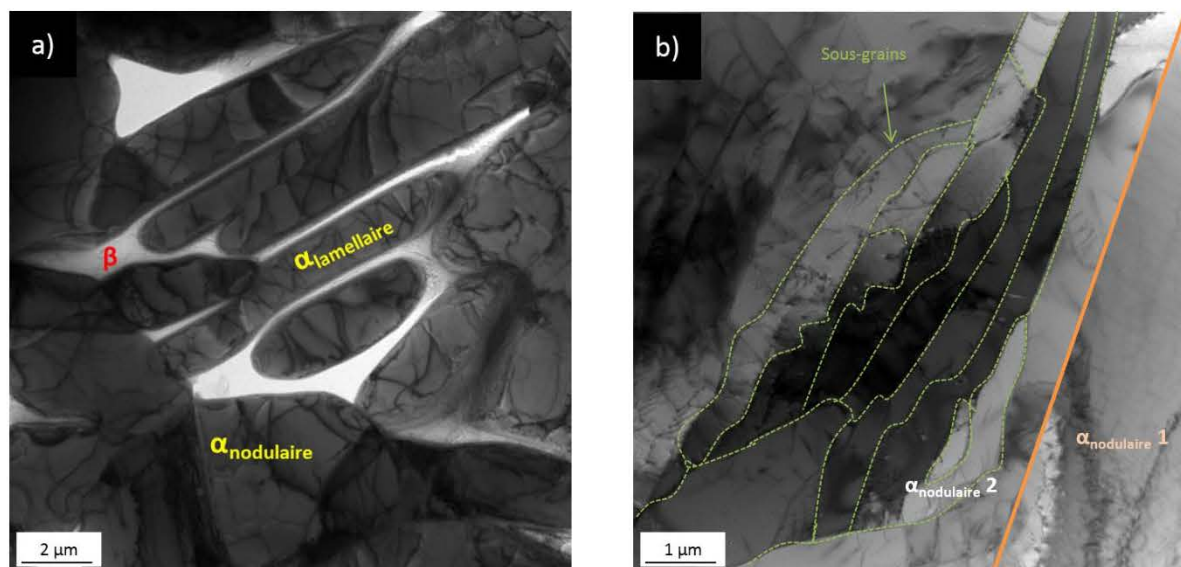


Figure III- 8. TA6V : Observations en MET : a) Microstructure duplex et b) Sous-joints de grains et réseaux de dislocations.

Après un TTh de 6h à 450°C, des dislocations sont toujours observables et peuvent être rencontrées sous la forme d'empilements de dislocations (Figure III- 9b), comme dans l'alliage TA6V à l'état de réception (Figure III- 9a). Leur densité, reportée dans le Tableau III- 3, est comparable à celle obtenue à l'état de réception.

On retrouve sur la Figure III- 9, des empilements de dislocations similaires à ceux observés dans la section I- 1.4.1 caractéristiques de l'ordre à courte distance (SRO). Leur présence n'est pas surprenante puisque la teneur nominale en aluminium dans l'alliage TA6V est suffisante pour induire un ordre à courte distance.

Tableau III- 3. Evolution de la densité de dislocations dans l'alliage TA6V à l'état de réception et après maintien isotherme de 6h à 450°C.

	Densité de dislocations (dislocations.m <sup>-2</sup> )
Témoin, non irradié, sans TTh	$3,4 \pm 1,7 \times 10^{13}$
TTh 6h 450°C, non irradié	$4,0 \pm 2,4 \times 10^{13}$



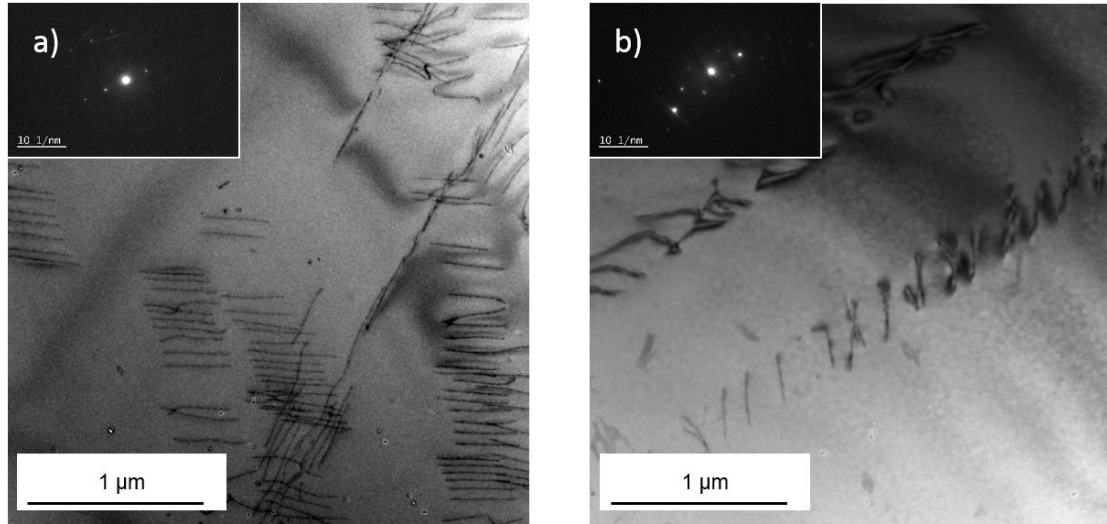


Figure III- 9. Empilements de dislocations observés au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}10$  et proche de  $B = [1\text{-}213]$  dans l’alliage TA6V : a) à l’état de réception et b) après TTh 6h à 450°C.

### 1.2.2. *Texture et cristallographie*

La détermination des orientations cristallines de la phase  $\alpha$  dans les plans  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  et  $(\overline{DN}, \overline{DT})$  de la barre de l’alliage TA6V a été réalisée par EBSD. Les cartographies d’orientations sont présentées en détails en annexe A1. Au même titre que pour l’alliage T40, l’alliage TA6V présente une texture (schématisée sur la Figure III- 10), pour laquelle la direction  $\overline{DL}$  appartient aux plans  $\{10\overline{1}0\}$  et est parallèle aux directions  $\langle 0002 \rangle$ . Il est à noter que ces résultats sont également en accord avec la texture de fibre obtenue par TIMET Savoie (annexe A1).

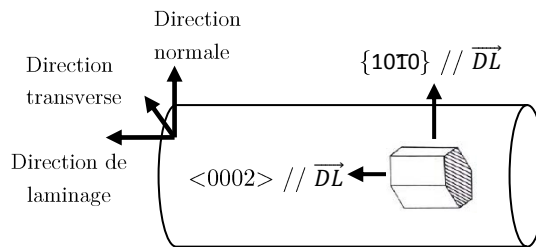


Figure III- 10. Représentation schématique de la texture de la barre laminée de l’alliage TA6V.

La présence d’une texture a aussi été confirmée par diffraction des rayons X. Un exemple de diffractogramme est donné en Figure III- 11. L’exploitation des diffractogrammes ont permis d’extraire les paramètres de maille moyens de la phase  $\alpha$  ( $a = 2,9246 \pm 0,0001 \text{ \AA}$  et  $c = 4,6697 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ ) et de la phase  $\beta$  ( $a = 3,2173 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ ).

Les valeurs de paramètre de maille moyen obtenues pour la phase  $\alpha$  sont inférieures à celles obtenues pour l’alliage T40 (section III- 1.1.2). Le rapport  $c/a$  de la phase  $\alpha$  est égal à 1,596 et est légèrement supérieur à celui de l’alliage T40, donc plus proche de la compacité maximale. Ces résultats sont en accord avec ceux donnés dans la littérature (I- 1.1.1), qui prévoient bien une contraction du paramètre  $a$  de la phase  $\alpha$  avec la présence de vanadium.

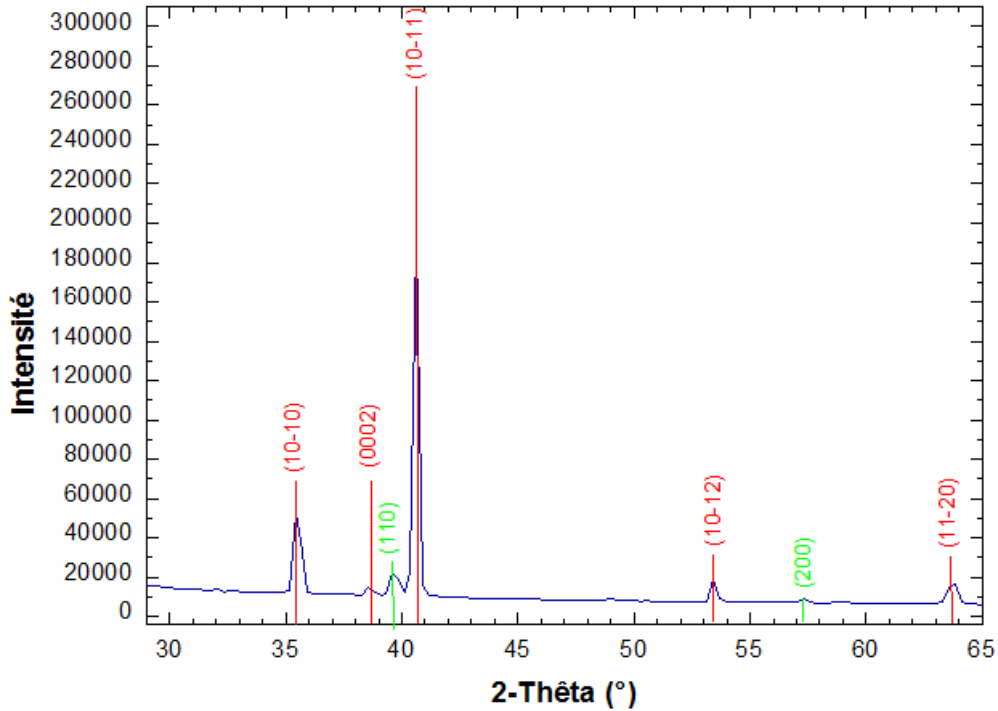


Figure III- 11. Diffractogramme de rayons X obtenu pour l'alliage TA6V.

### 1.2.3. Analyse chimique WDS

La répartition des éléments solutés (à l'exception des éléments interstitiels) de l'alliage de titane TA6V a été déterminée à la microsonde de Castaing. A titre d'exemple, la Figure III-12 montre la microstructure et la cartographie chimique des éléments vanadium, aluminium et fer à l'état brut de réception (milieu du cylindre, cœur de barre, sens longitudinal).

La surface analysée contient à la fois la phase  $\alpha$  nodulaire et lamellaire. Nous pouvons constater un enrichissement en vanadium et en fer dans la phase  $\beta$  et un enrichissement en aluminium dans la phase  $\alpha$ . Par ailleurs, la distribution des éléments solutés semble homogène. Cette répartition chimique des éléments solutés a été confirmée à cœur en sens longitudinal et transverse et en périphérie dans le sens transverse de la barre, dans une tranche provenant du milieu du cylindre.

Des profils de concentration ont été également réalisés pour les trois prélèvements différents et de nouveau aucune différence significative n'a été relevée. Un exemple de profil de concentration est porté sur la Figure III- 13. La mesure a été faite avec un pas de 1  $\mu\text{m}$  sur une distance de 500  $\mu\text{m}$ .

Les teneurs maximales relevées en vanadium et en fer sont respectivement voisines de 18 à 19 mass.% et de 1,4 à 1,6 mass.% pour la phase  $\beta$ . Des valeurs similaires ont été mesurées par EDX au MET.

A partir du profil de concentration, nous avons classé les compositions chimiques mesurées dans l'ordre décroissant en vanadium afin de délimiter les mesures associées aux phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Ces teneurs sont résumées dans le Tableau III- 4. En tenant compte du pourcentage de chacune des phases ( $\alpha$  et  $\beta$ ) présentes dans le matériau ainsi que leur concentration respective

en vanadium, et en faisant un bilan matière sur le vanadium, on retrouve bien les 4% de vanadium insérés dans le matériau lors de l'élaboration.

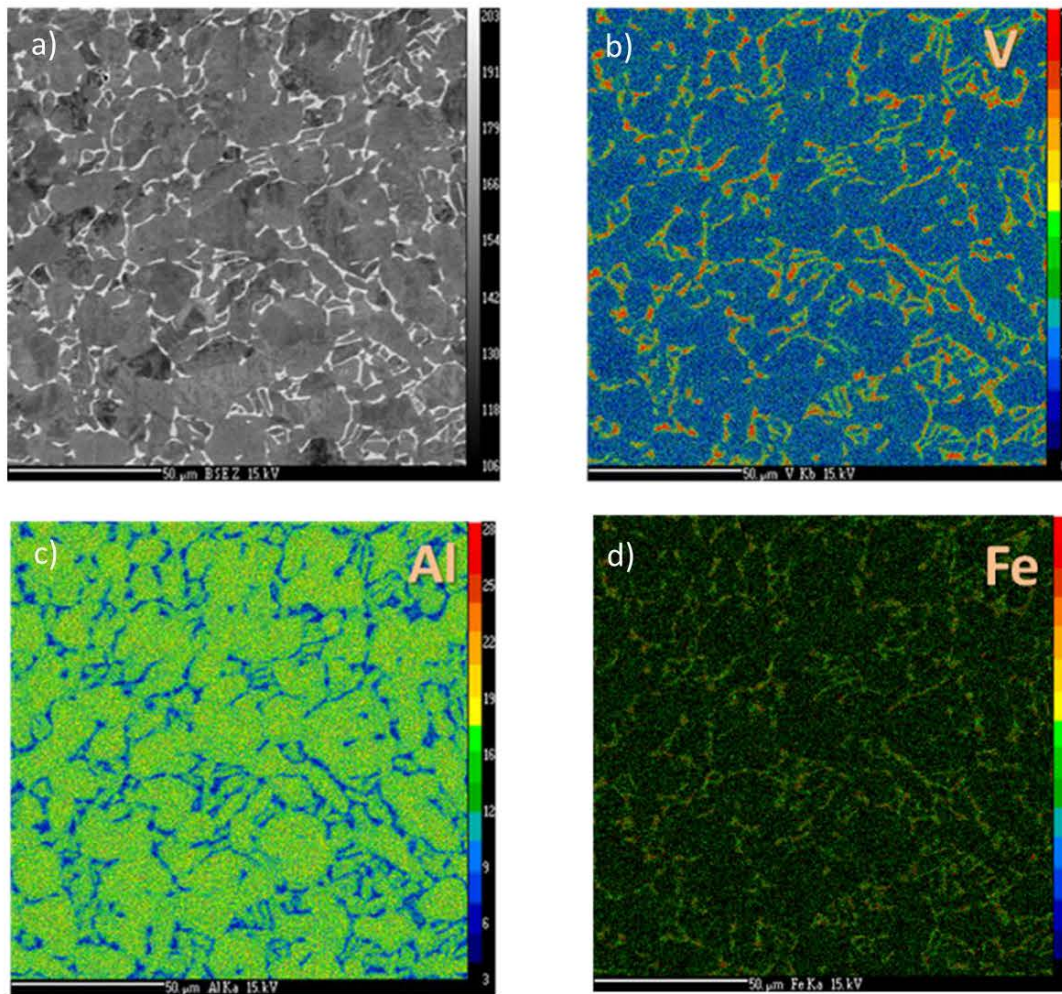


Figure III- 12. Microsonde de Castaing : a) image BSE de la zone étudiée pour l'analyse chimique, et distribution des éléments solutés dans les phases : b) vanadium V, c) aluminium Al et d) fer Fe, dans l'alliage TA6V barre laminée (milieu de cylindre, cœur de barre, sens longitudinal).

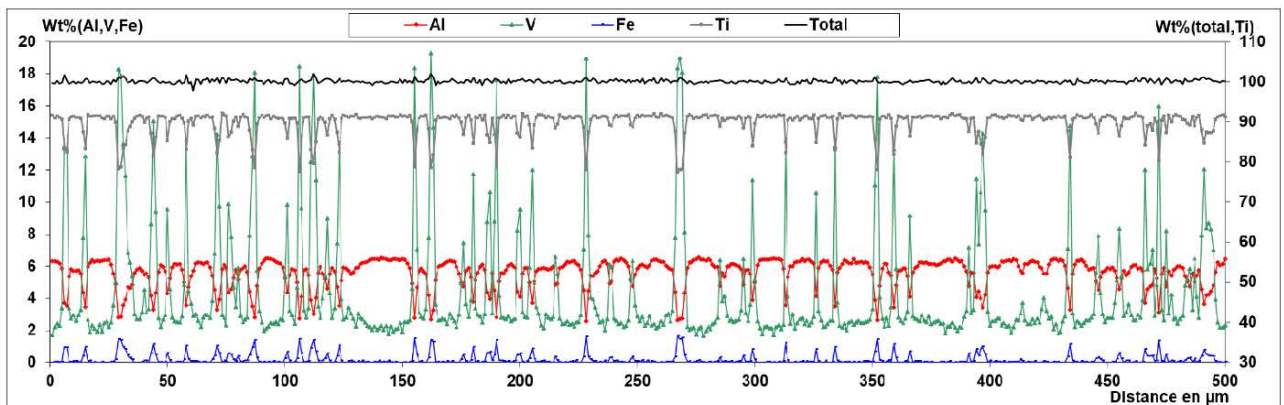


Figure III- 13. Profil de concentration réalisé sur l'alliage TA6V à l'état brut de réception (pas de mesure 1 μm). Tranche étudiée provenant du milieu du cœur de la barre, SL.



Tableau III- 4. Composition chimique moyenne (% massique) des phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

% massique		Al	Ti	V	Fe
Phase $\alpha$	Moyenne	6,3	91,3	2,3	0,1
	Ecart-type	0,2	0,3	0,3	0,1
Phase $\beta$	Moyenne	2,8	78,2	17,6	1,4
	Ecart-type	0,1	0,8	0,8	0,1

Afin d'évaluer plus précisément la différence de composition chimique éventuelle entre les lamelles  $\alpha$  et les nodules  $\alpha$ , des profils de concentration de chaque élément le long d'une ligne traversant à la fois la phase  $\alpha$  lamellaire et la phase  $\alpha$  nodulaire ont été réalisés avec un pas de mesure de 0,5  $\mu\text{m}$  ainsi que des pointés dans chacune des phases. Une image d'une des zones considérées ainsi que le profil de concentration de chaque élément associé à cette zone sont donnés respectivement sur les Figure III- 14a. et Figure III- 14b. Les zones notées 1 et 7 correspondent à des nodules  $\alpha$  et les zones 2, 3, 4, 5 et 6 à des lamelles  $\alpha$ .

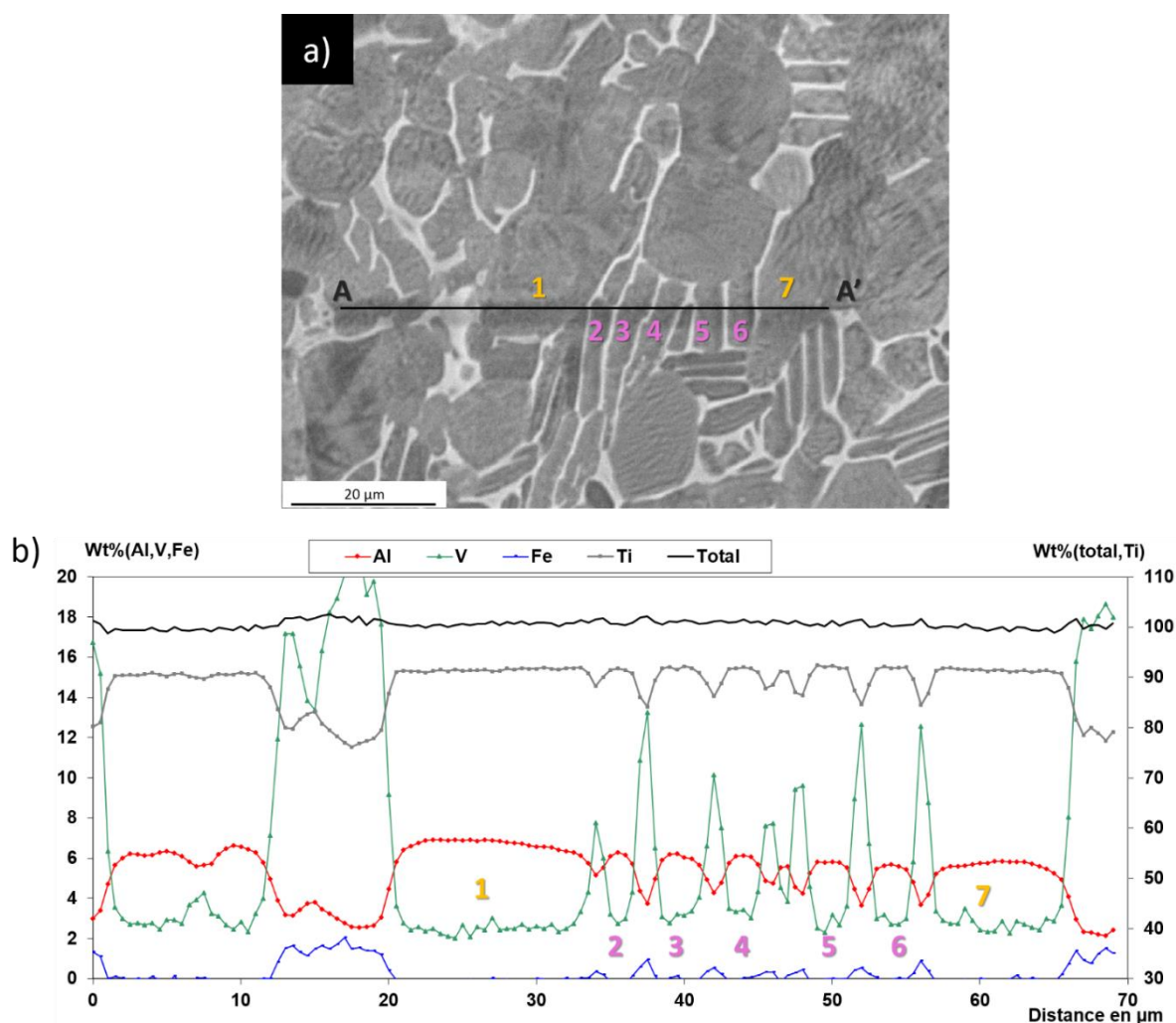


Figure III- 14. a) Micrographie à la microsonde de Castaing et b) profil de concentration le long d'une ligne (AA') traversant les nodules  $\alpha$  et les lamelles  $\alpha$  pour l'alliage TA6V à l'état brut de réception (pas de mesure 0,5  $\mu\text{m}$ ). Tranche étudiée provenant du milieu du cœur de la barre, SL : Teneur en % massique de Al, V, Fe, Ti et total.

Le Tableau III- 5 donne les compositions chimiques moyennes des nodules  $\alpha$  et des lamelles  $\alpha$  (compositions issues des valeurs obtenues pour les profils de concentration ainsi que les pointés dans les lamelles  $\alpha$ ).

Tableau III- 5. Composition chimique moyenne (% massique) des nodules et lamelles  $\alpha$ .

% massique		Al	V	Fe	Ti
Nodule $\alpha$	Moyenne	<b>6,94</b>	<b>2,26</b>	<b>90,77</b>	<b>0,03</b>
	Ecart-type	0,13	0,34	1,07	0,08
Lamelle $\alpha$	Moyenne	<b>6,35</b>	<b>2,85</b>	<b>90,79</b>	<b>0,01</b>
	Ecart-type	0,18	0,23	0,88	0,07

La différence de composition chimique moyenne entre les deux morphologies de la phase  $\alpha$  est faible, ce qui suppose que la composition chimique de la phase  $\alpha$  évolue peu dans le domaine de transformation. Pour rappel, les fabricants forgent dans le domaine  $\alpha+\beta$ , de manière à fragmenter les lamelles de phase  $\alpha$  pour obtenir une microstructure partiellement nodulaire à l'issue du refroidissement. Par ailleurs, cette différence peut être attribuée à une contribution de la phase  $\beta$  dans le cas de la morphologie lamellaire car leur épaisseur est moindre en comparaison au diamètre des nodules  $\alpha$ .

#### 1.2.4. *Dureté Vickers*

De la même façon que pour l'alliage T40, des empreintes de dureté Vickers HV 30 ont été réalisées à plusieurs localisations dans la barre laminée de l'alliage TA6V (milieu et extrémité du cylindre, dans les sens longitudinal et transverse). Une filiation de dureté (correspondant à une succession de 11 points de mesure) pour chaque localisation et sens de prélèvement a été réalisée comme illustrée sur la Figure III- 6. L'ensemble des filiations de dureté est regroupé sur la Figure III- 15. Les valeurs de dureté obtenues sont globalement homogènes au sein du matériau, avec des valeurs légèrement supérieures en sens transverse pour une dureté HV 30 de 300 en moyenne. Les valeurs de dureté plus élevées en sens transverse qu'en sens longitudinal sont en accord avec la texture de l'alliage TA6V (texture de fibre vue en section III- 1.2.2). Ces valeurs de dureté sont également en accord avec celles données dans la littérature, pour une microstructure similaire [130].

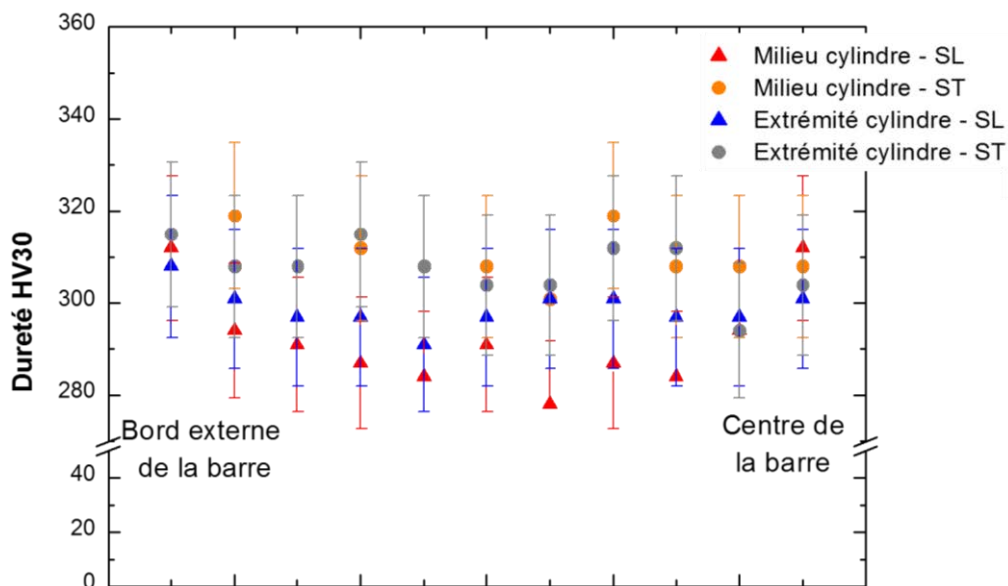


Figure III- 15. Filiation de dureté dans l'alliage TA6V à l'état brut de réception pour chaque localisation et sens de prélèvement.

### 1.3. Bilan des propriétés intrinsèques des alliages T40 et TA6V

L'ensemble des grandeurs déterminées pour les deux alliages de titane est résumé dans le Tableau III- 6. Globalement, ces grandeurs sont celles attendues au vu de l'histoire thermomécanique.

Ainsi, les deux alliages présentent des microstructures notablement différentes. L'alliage T40 est monophasé  $\alpha$  avec un diamètre apparent moyen de 60  $\mu\text{m}$  et l'alliage TA6V présente une microstructure dite duplex avec une taille de nodule  $\alpha$  d'une dizaine de microns et des lamelles  $\alpha$  de quelques microns d'épaisseur et de 10  $\mu\text{m}$  de long en moyenne. Les phases  $\alpha$  de l'alliage T40 et de l'alliage TA6V présentent des paramètres de maille moyens assez proches (légèrement inférieur pour l'alliage TA6V, comme attendu du fait de la présence de vanadium). La composition chimique de la phase  $\alpha$  dans les deux alliages diffère notablement. Mécaniquement, l'ensemble de ces différences conduit à une dureté clairement plus élevée pour l'alliage de titane TA6V.

Tableau III- 6. Récapitulatif des propriétés intrinsèques des alliages T40 et TA6V.

	T40 barre laminée	TA6V barre laminée
<b>Microstructure</b>	Monophasée	Duplex
<b>Taille caractéristique</b>	Grains équiaxes $\alpha$ d'environ 60 $\mu\text{m}$ de diamètre	<b><math>\alpha</math> nodulaire</b> (une dizaine de $\mu\text{m}$ de diamètre) <b><math>\alpha</math> lamellaire</b> (quelques $\mu\text{m}$ d'épaisseur et environ 10 $\mu\text{m}$ de long) décorée de <b>phase <math>\beta</math></b>
<b>Orientation cristalline – texture</b>	{0002} // <1010> // DL {0002} // <1120> // DL	{1010} // <0002> // DL
<b>Paramètre de maille moyen</b>	$a = b = 2,9513 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ $c = 4,6878 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ $\gamma = 120^\circ$	<b>Phase <math>\alpha</math> :</b> $a = b = 2,9246 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ $c = 4,6697 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ $\gamma = 120^\circ$ <b>Phase <math>\beta</math> :</b> $a = 3,2173 \pm 0,0001 \text{ \AA}$
<b>Composition chimique (mass. %)</b>	<b>Phase <math>\alpha</math> :</b> Ti : 99,7 Fe : 0,03	<b>Phase <math>\alpha</math> :</b> Ti : 91,3 – V : 2,3 – Al : 6,3 – Fe : 0,1 <b>Phase <math>\beta</math> :</b> Ti : 78,2 – V : 17,6 – Al : 2,8 – Fe : 1,4
<b>Dureté HV<sub>30</sub></b>	160	300

## 2. IRRADIATIONS AUX IONS : RE-ESTIMATION POST IRRADIATION DE LA TEMPERATURE, DU FLUX ET DE LA DOSE

Pour rappel, les irradiations aux ions ont été réalisées avec des ions  $\text{Ti}^{2+}$  portés à une énergie de 6 MeV.

Au cours de la thèse, six campagnes d'irradiation ont été menées en faisant varier les paramètres que sont la température, la dose et le flux. Les irradiations à une dose visée de 3 dpa et 0,6 dpa ont été réalisées aux températures visées de 300°C et 450°C, à fort flux ( $5.10^{11}$  ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>). Les irradiations à 0,6 dpa ont aussi été réalisées pour un flux visé 15 fois plus faible ( $0,3.10^{11}$  ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>). Une irradiation à une dose de 0,6 dpa fort flux dure 1h30 alors qu'une irradiation faible flux dure 30h.

La ré-estimation *post* irradiation de la température a pu être réalisée grâce aux informations données par les thermocouples et la caméra thermique. La ré-estimation *post* irradiation du flux et de la dose a, quant à elle, été effectuée à partir des informations données par les cages de Faraday. Le flux est directement mesuré par les cages.



2.1. Ré-estimation *post* irradiation de la température

Pour les irradiations réalisées, deux points importants sont à mentionner :

- Hors flux, il y a une différence notable en température entre la consigne (thermocouple de régulation) et celle mesurée par le thermocouple échantillon. L'écart de température dépend de la température d'irradiation visée : 300°C (vingtaine de degrés) ou 450°C (soixantaine de degrés).
- Sous flux, un échauffement des échantillons se produit dès la mise en place du faisceau d'ions. Cet échauffement tend alors à réduire l'écart entre la consigne et la température de l'échantillon. Cet échauffement est fonction du flux choisi (échauffement moindre dans le cas des irradiations à faible flux).

La température de consigne a donc été ajustée en fonction des conditions d'irradiation souhaitées afin d'être au plus proche de la température visée, et d'obtenir des températures d'irradiation proches pour les deux conditions de flux d'irradiation. Il est à noter que la température des lames peut varier légèrement en fonction de la position de la lame sur le porte-objet. Toutefois, elles restent comparables et proches de la température visée. La température évolue également au cours de l'irradiation. La ré-estimation *post* irradiation de l'intervalle en température au cours de l'irradiation pour les différentes conditions d'irradiation (irradiations « classiques » utilisant le porte-échantillons 19 lames – lignes jaunes et orange et irradiations destinées aux essais ultérieurs de nano-indentation – lignes rose –) est donnée dans le Tableau III- 7.

**Tableau III- 7. Ré-estimation *post* irradiation de l'intervalle de température au cours de l'irradiation pour les différentes conditions d'irradiation. Les six premières irradiations correspondent aux irradiations « classiques » (porte-échantillons 19 lames) et les quatre dernières aux irradiations destinées aux essais de nano-indentation ultérieurs.**

Conditions d'irradiation	Ré-estimation <i>post</i> irradiation de l'intervalle de température
3 dpa, 300°C, flux max	300 – 310
3 dpa, 450°C, flux max	430 – 450
0,6 dpa, 300°C, flux max	270 – 280
0,6 dpa, 300°C, flux min	270 – 280
0,6 dpa, 450°C, flux max	410 – 430
0,6 dpa, 450°C, flux min	410 – 430
0,6 dpa, 450°C, flux max	410 – 430
1,3 dpa, 450°C, flux max	410 – 430
2 dpa, 450°C, flux max	410 – 430
3 dpa, 450°C, flux max	410 – 430

2.2. Ré-estimation *post* irradiation du flux et de la dose

Le flux, mesuré au cours des irradiations grâce aux cages de Faraday et modifié en conséquence pendant l'irradiation, si besoin, a été réévalué *post* irradiation pour chaque échantillon. Lorsque l'échantillon est situé en face d'une cage de Faraday, le flux indiqué correspond directement à la valeur donnée par la cage. Lorsque l'échantillon est situé entre deux cages de Faraday, la valeur du flux correspond à la moyenne des flux enregistrés par chacune des cages adjacentes. Pour l'irradiation 0,6 dpa 450°C fort flux, des difficultés d'enregistrement sur un certain nombre de cages de Faraday ont conduit à fournir une valeur moyenne pour l'ensemble des échantillons.

Au cours des irradiations, le flux a été relativement homogène sur l'ensemble des échantillons. Le flux, exprimé en ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup> et déterminé pour chacun des échantillons considérés, peut être converti en un taux de dommage exprimé en dpa/s, par la relation [131] :

$$\text{taux de dommage (dpa/s)} = \frac{(\text{nombre lacunes}/\text{\AA}/\text{ions}) \times \text{flux (ions.cm}^{-2}\text{.s}^{-1})}{\text{densité atomique} \times 10^{-8}} \quad (\text{Equation III-1})$$

Où :

Le nombre de lacunes/ $\text{\AA}$ /ion correspond au nombre de lacunes créées lors du passage d'un ion et

$$\text{densité atomique} = \frac{\text{masse volumique} \times \text{nombre d'atomes constitutifs du matériau} \times N_A}{\text{masse molaire}} \quad (\text{en cm}^{-3}) \quad (\text{Equation III-2})$$

Il est alors possible d'obtenir la dose, la dose étant égale à l'intégration du taux de dommage sur la durée de l'irradiation.

Le Tableau III- 8 donne la ré-estimation des conditions expérimentales (flux, dose et taux de dommage en dpa/s) faite *post* irradiation. Lorsque cela a été possible, une ré-estimation de la dose *post* irradiation a été menée, par le biais de la technique RBS, sur une pastille de carbone vitreux, placé au milieu du porte-objet lors des irradiations. Les valeurs reportées pour l'alliage T40 et l'alliage TA6V correspondent à celles des lames caractérisées au MET pour chacune des conditions d'irradiation (et non la valeur moyenne de l'ensemble des lames en alliage T40 ou TA6V).

Tableau III- 8. Ré-estimation des conditions expérimentales (flux, dose) *post* irradiation pour les lames caractérisées au MET ultérieurement et taux de dommage associé à chacune des irradiations. Les six premières irradiations correspondent aux irradiations « classiques » (porte-objet 19 lames) et les quatre dernières aux irradiations destinées aux essais de nano-indentation ultérieurs.

Conditions d'irradiation	Ré-estimation <i>post</i> irradiation du flux ( $10^{11}$ ions.cm <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> )			Ré-estimation <i>post</i> irradiation de la dose (dpa)		Taux de dommage moyen pour l'irradiation (dpa/s)
	T40	TA6V	Flux moyen pour l'ensemble de l'irradiation	T40	TA6V	
3 dpa, 300°C, flux max (08/04/2014)	7,2	7,8	7,2	3,0	4,0	$2,2 \cdot 10^{-4}$
				Mesures RBS : 2,28		
3 dpa, 450°C, flux max (26/08/2014)	8,4	8,09	7,7	3,2	3,1	$2,3 \cdot 10^{-4}$
0,6 dpa, 300°C, flux max (28/08/2014)	7,3	6,0	6,5	0,68	0,56	$1,6 \cdot 10^{-4}$
				Mesures RBS : 0,42		
0,6 dpa, 300°C, flux min (23-24/07/2015)	0,34	0,33	0,33	0,66	0,63	$7,5 \cdot 10^{-6}$
0,6 dpa, 450°C, flux max (27/09/2013)	4,4			0,6		$2,0 \cdot 10^{-4}$
0,6 dpa, 450°C, flux min (10-11/04/2014)	0,37	0,37	0,37	0,61	0,62	$8,6 \cdot 10^{-6}$
0,6 dpa, 450°C, flux max (02/10/2015)	8,4	9,2	8,3	0,61	0,65	$2,1 \cdot 10^{-4}$
1,3 dpa, 450°C, flux max (02/10/2015)	8,3	8,0	8,2	1,3	1,2	$2,2 \cdot 10^{-4}$
2 dpa, 450°C, flux max (02/10/2015)	8,2	7,0	8,1	2,0	1,6	$2,1 \cdot 10^{-1}$
3 dpa, 450°C, flux max (02/10/2015)	8,0	8,0	8,0	3,0	3,0	$2,5 \cdot 10^{-4}$

### 2.3. Bilan des ré-estimations *post irradiation*

Après ré-estimation des conditions réelles au cours des irradiations, on peut remarquer que deux domaines se distinguent pour la température cible de « 300°C » : 270-280°C et 300-310°C. Cependant, nous pouvons considérer que les écarts de température sont suffisamment faibles pour ne pas induire une modification significative de la microstructure et donc du paysage des défauts. Nous considérerons donc ces deux domaines en température comme appartenant au régime de « basse température » (section I- 2.3). La température cible « 450°C » correspond à 410-430°C et sera noté par la suite 430°C. On est dans le cas du régime « haute température ». Ainsi, les deux températures d'étude sont **300°C et 430°C**.

Concernant le flux, on distingue deux domaines :

$4.10^{11} \rightarrow 8.10^{11}$  ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup> (pour les études avec un flux maximum)

$3.10^{10} \rightarrow 4.10^{10}$  ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup> (pour les études avec un flux minimum)

Les valeurs dans chacun de ces deux domaines sont du même ordre de grandeur, ce qui permettra de comparer les lames des différentes conditions d'irradiation (flux maximum et flux minimum pris séparément). Le rapport des flux pour une dose fixée à 0,6 dpa à une température de 430°C est de l'ordre de 12 alors qu'il est de 21 pour la température de 300°C.

La ré-estimation des doses pour chacune des lames semblent converger vers des doses comparables à la dose visée (même s'il faut garder à l'esprit qu'il peut y avoir des fluctuations de dose en fonction de la lame observée, pour une même irradiation). Toutefois, des analyses par faisceaux d'ions (analyses RBS) réalisées pour deux conditions d'irradiation, tendent à montrer que la dose d'irradiation réelle est inférieure à la dose visée, du fait d'un défaut de conception des cages de Faraday. Cette valeur « réelle » obtenue par RBS semble correspondre à 70 – 75% de la valeur visée. On peut supposer que ces écarts sont du même ordre pour les autres conditions d'irradiation. Pour s'en assurer, il faudrait systématiquement faire une analyse RBS pour chaque condition d'irradiation. Malheureusement, ces analyses n'ont pu être conduites avant le rendu de ce manuscrit. Par souci de clarté, nous continuerons à utiliser les doses 0,6 dpa et 3 dpa, respectivement pour les « faible » et « forte » doses dans la suite du manuscrit.

Le Tableau III- 8 montre que malgré quelques différences, toutes les irradiations à fort flux ont été réalisées à flux comparables, et ont donc des vitesses d'endommagement similaires (dernière colonne du Tableau III- 8), aussi bien pour la dose de 3 dpa que pour celle de 0,6 dpa. De même, dans le cas des irradiations faible flux, les valeurs de flux moyen, et par voie de conséquence le taux de dommage, sont comparables. Deux taux de dommage sont donc à distinguer et sont fonction du flux considéré :  $2.10^{-4}$  dpa/s (cas des irradiations fort flux) et  $8.10^{-6}$  dpa/s (cas des irradiations faible flux).

## 3. MICROSTRUCTURES OBTENUES DANS LES DIFFERENTES CONDITIONS D'IRRADIATION

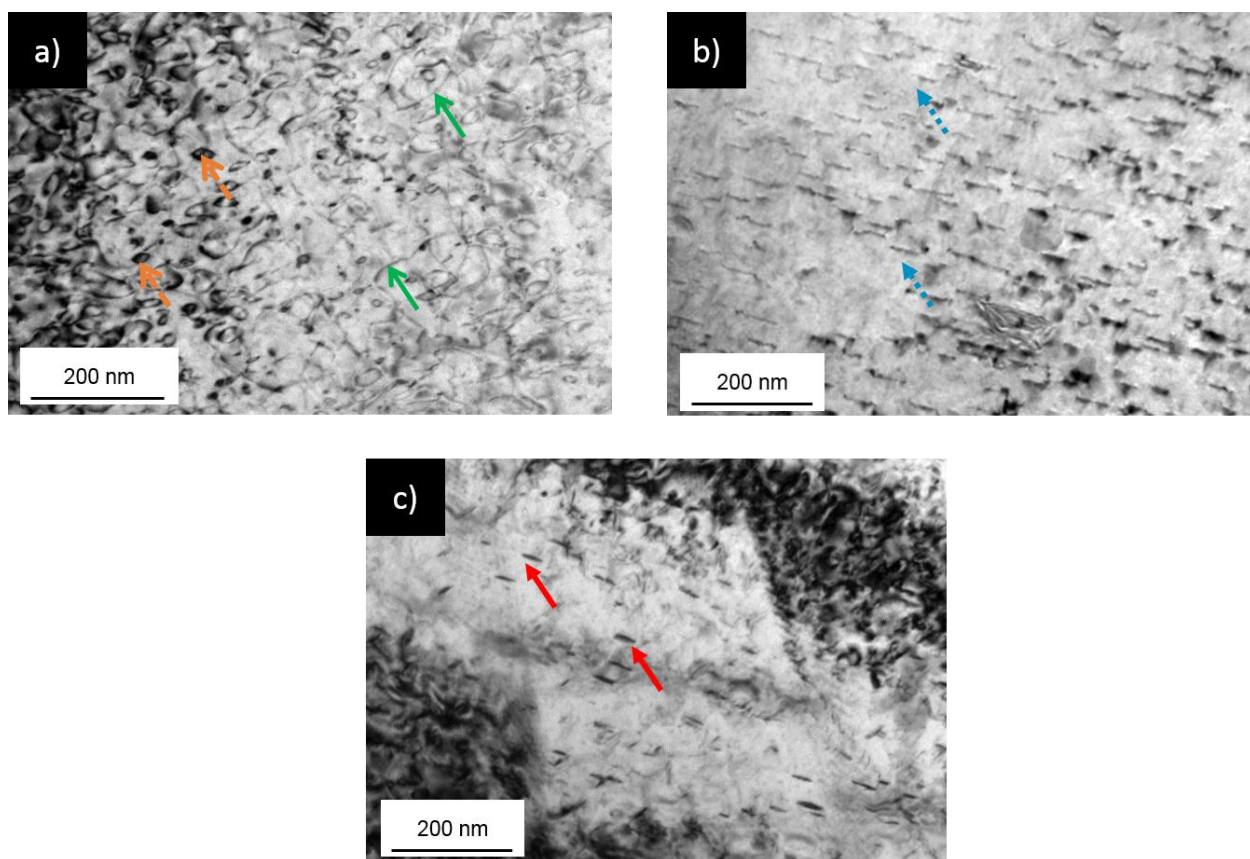
Différents types de défauts ont été rencontrés à l'état irradié et peuvent être observés sur les micrographies de la Figure III- 16 :

- Dislocations (T40 et TA6V)



- Boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (T40 et TA6V)
- Boucles à composante  $\langle c \rangle$  (T40 et TA6V)
- Précipités (TA6V).

Les boucles à composante  $\langle c \rangle$  dans l'alliage TA6V n'ont pas fait l'objet d'une étude approfondie et quantitative car il est très délicat de les mettre en évidence, contrairement à l'alliage T40.



**Figure III- 16.** Différents types de défauts observés au MET dans l'alliage T40 et dans l'alliage TA6V : a) dislocations (flèches vertes) et boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (flèches orange) (exemple de l'alliage T40 irradié à 3 dpa 430°C fort flux), b) boucles à composante  $\langle c \rangle$  (flèches bleues – exemple de l'alliage T40 irradié à 3 dpa 300°C fort flux) et c) précipités (flèches rouges – exemple de l'alliage TA6V irradié à 0,6 dpa 430°C faible flux).

### 3.1. T40

Les microstructures de dislocations, boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et boucles à composante  $\langle c \rangle$  vont être présentées, en fonction des différents paramètres d'irradiation.

Le nombre de boucles analysées pour chacune des conditions d'irradiation est donné dans le Tableau III- 9. Les dislocations ont aussi été quantifiées pour les irradiations réalisées à 430°C. A 300°C, les dislocations n'ont pu être quantifiées à cause de la forte densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  rendant difficile un comptage précis.

Tableau III- 9. Nombre de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et boucles à composante  $\langle c \rangle$  comptées ainsi que de grains  $\alpha$  considérés pour chacune des conditions d'irradiation dans l'alliage T40.

Condition d'irradiation	Dislocation	Boucle de dislocations de type $\langle a \rangle$	Boucle à composante $\langle c \rangle$	
Sans TTh précédant l'irradiation	3 dpa 300°C fort flux	–	2322 – 5 grains	285 – 6 grains
	0,6 dpa 300°C fort flux	–	2014 – 6 grains	248 – 5 grains
	0,6 dpa 300°C faible flux	–	938 – 2 grains	472 – 4 grains
	3 dpa 430°C fort flux	2 grains	1087 – 3 grains	380 – 2 grains
	0,6 dpa 430°C fort flux	5 grains	–	–
	0,6 dpa 430°C faible flux	4 grains	1070 – 4 grains	788 – 2 grains
Avec TTh précédant l'irradiation	2 dpa 430°C fort flux	2 grains	519 – 2 grains	624 – 2 grains
	1,3 dpa 430°C fort flux	2 grains	2194 – 2 grains	382 – 2 grains
	0,6 dpa 430°C fort flux	2 grains	–	264 – 2 grains

3.1.1. Influence de la température à la dose de 3 dpa, sans TTh préalable

3.1.1.1. *Boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$*

Sous irradiation, les défauts de type  $\langle a \rangle$  évoluent (Figure III- 17). A basse température (300°C), des dislocations  $\langle a \rangle$  enchevêtrées semblent être présentes mais sont difficilement observables compte-tenu du fort contraste résultant de la forte densité de petites boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et de *black dots* ( $\approx 2 \times 10^{22}$  boucles.m<sup>-3</sup>, diamètre équivalent moyen  $\approx 10$  nm, Figure III- 17a). A plus haute température (430°C), des dislocations sont toujours présentes mais le système de dislocations vis  $\langle a \rangle P$  (présent à l'état de réception, comme illustré Figure III- 1) a laissé place à un réseau dense de dislocations enchevêtrées ( $\sim 10^{14}$  dislocations.m<sup>-2</sup>) et à de grandes boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (Figure III- 17b). Ces boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  sont plus grosses et moins nombreuses qu'à 300°C ( $\approx 3.5 \times 10^{21}$  boucles.m<sup>-3</sup>, diamètre équivalent moyen  $\approx 16$  nm).

L'augmentation de la température a donc eu pour conséquence d'augmenter la taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et de diminuer leur densité.

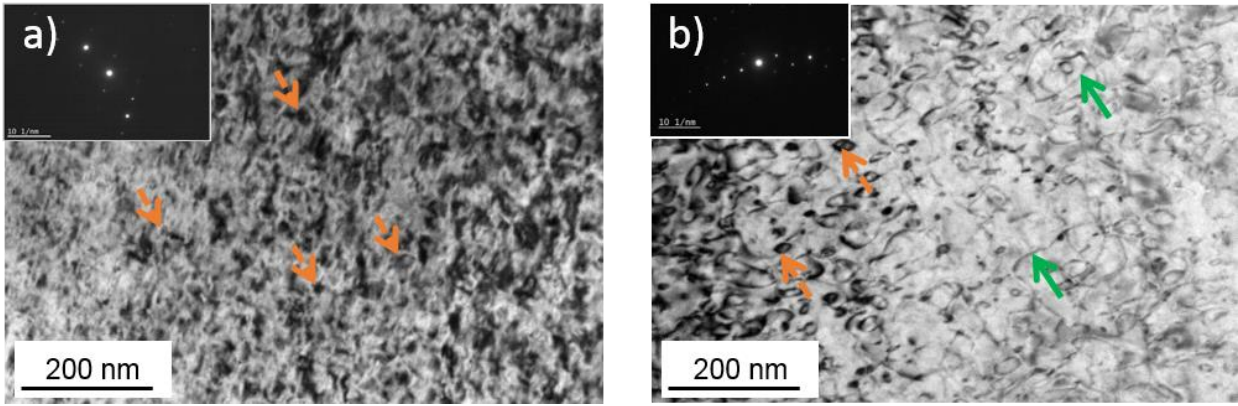


Figure III- 17. Boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observées au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}210]$  dans l’alliage T40 après irradiation à la dose de 3 dpa, fort flux, sans TTh préalable, à la température de : a) 300°C et b) 430°C. Les flèches orange montrent les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (a et b) et les flèches vertes les dislocations (b).

### 3.1.1.2. Boucles à composante $\langle c \rangle$

Concernant les boucles à composante  $\langle c \rangle$ , elles sont observées en densité importante dans les échantillons de l’alliage T40 irradiés alors qu’elles ne sont pas présentes avant irradiation. A notre connaissance, un seul auteur a recensé la présence de boucles à composante  $\langle c \rangle$  dans les alliages de titane, dans la littérature [132]. Ces boucles apparaissent après irradiation à 300°C sous la forme de segments parallèles à la trace des plans de base (Figure III- 18a), selon  $\vec{g} = 0002$ . Avec cette orientation cristalline, elles sont observées sur la tranche. La présence de marches dans ces boucles à composante  $\langle c \rangle$  est à noter (fléchées sur la Figure III- 18a). La densité linéique de ces boucles basales de l’ordre de  $2 \cdot 10^{14} \text{ m.m}^{-3}$  est très importante. Leur taille respective est difficile à déterminer précisément, avec cette orientation cristalline ( $\vec{g} = 0002$ ) en raison de la présence de marches. Cependant, elle peut être estimée à environ 100 nm. A 430°C, ces boucles sont toujours présentes (Figure III- 18b), mais offrent un aspect plus sinueux qu’à 300°C à cause d’un nombre plus important de marches.

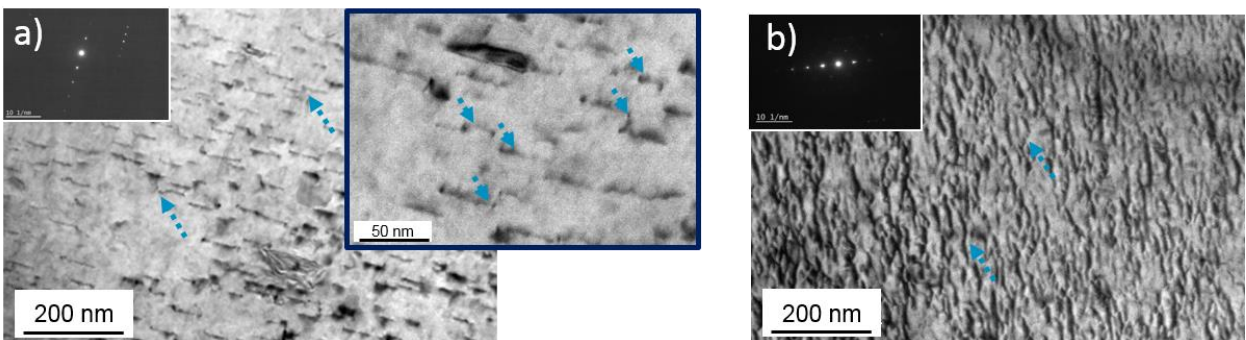


Figure III- 18. Boucles à composante  $\langle c \rangle$  observées au MET avec un  $\vec{g} = 0002$  et proche de  $B = [1\text{-}210]$  dans l’alliage T40 après irradiation à la dose de 3 dpa, fort flux, sans TTh, à la température de : a) 300°C et b) 430°C. Les flèches bleues illustrent les boucles à composante  $\langle c \rangle$ .

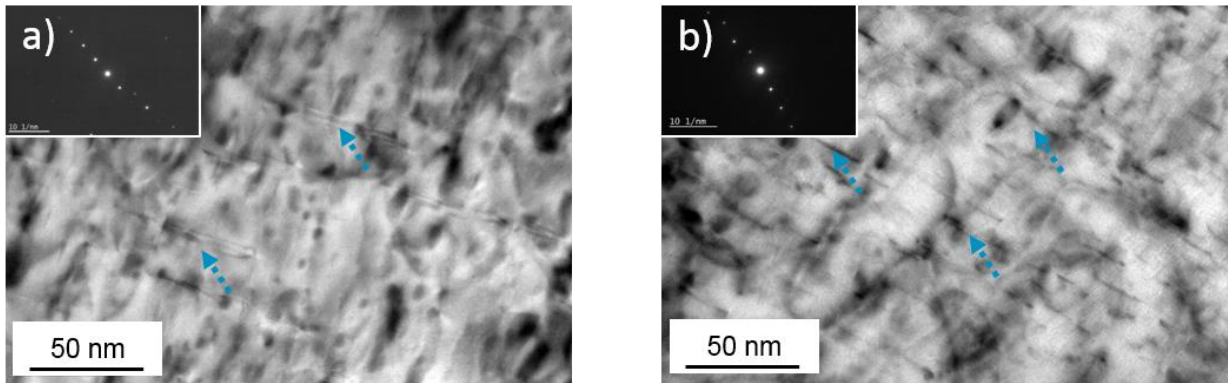
En observant les boucles à composante  $\langle c \rangle$ , non plus selon  $\vec{g} = 0002$ , mais selon  $\vec{g} = 10\text{T}1$ , proche de l’axe de zone  $[1\text{Z}10]$ , les fautes d’empilement de ces boucles sont clairement



observables et se présentent sous la forme de franges de Moiré (indiquées par les flèches sur la Figure III- 19a), après irradiation à 300°C. Après irradiation à 430°C, les boucles à composante  $\langle c \rangle$  semblent défautées : sur la Figure III- 19b les boucles apparaissent comme des segments ne présentant pas de franges de Moiré.

Avec cette orientation  $\vec{g} = 10\bar{1}0$  (Figure III- 19), les boucles à composante  $\langle c \rangle$  perdent leur aspect sinueux et apparaissent, sur les micrographies, similaires à la fois en taille et en densité, pour les deux températures d'irradiation. Les comptages suivant cette orientation ont permis de le confirmer. La densité apparente plus importante des boucles à composante  $\langle c \rangle$  dans le cas des irradiations à 430°C sur la Figure III- 18b est due à l'épaisseur plus importante de la zone considérée comparée à celle à 300°C (200 nm à 430°C et 100 nm à 300°C).

L'augmentation de la température d'irradiation conduit donc à dé-fauter les boucles à composante  $\langle c \rangle$  et à augmenter le nombre de marches.



**Figure III- 19.** Boucles à composante  $\langle c \rangle$  observées au MET avec un  $\vec{g} = 10\bar{1}1$  et proche de  $B = [1\bar{2}10]$  dans l'alliage T40 irradié à 3 dpa, fort flux, sans TTh préalable : a) 300°C et b) 430°C. Les flèches montrent les boucles à composante  $\langle c \rangle$  avec les fautes d'empilement (a) ou sans faute d'empilement (b).

### 3.1.2. *Influence de la dose, du flux et du TTh préalable*

#### 3.1.2.1. *A 300°C, sans TTh préalable*

Dans le cas des irradiations à 300°C, les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et les boucles à composante  $\langle c \rangle$  sont observées dès la dose de 0,6 dpa fort et faible flux (Figure III- 20b et c et Figure III- 22b et c) et sont similaires à celles observées après irradiation à 3 dpa fort flux, à la fois en taille et en densité (Figure III- 20a et Figure III- 22a). Ce constat est confirmé par les valeurs quantitatives de la densité et de la taille moyenne de ces défauts (Tableau III- 10 – boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et Tableau III- 11 – boucles à composante  $\langle c \rangle$ ), ainsi que par la distribution en taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (Figure III- 21). Une densité linéique de boucles à composante  $\langle c \rangle$  plus faible (mais la différence reste dans l'écart-type) est à noter dans l'alliage T40 irradié à 0,6 dpa fort flux, comparé au 3 dpa fort flux (Tableau III- 11) ainsi qu'une dispersion plus importante en taille. Nous pouvons ainsi conclure que lorsque l'irradiation est effectuée à 300°C, l'augmentation de

la dose et du flux (dans le domaine de valeurs étudié) ne modifient pas significativement la taille et la densité des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et des boucles à composante  $\langle c \rangle$ .

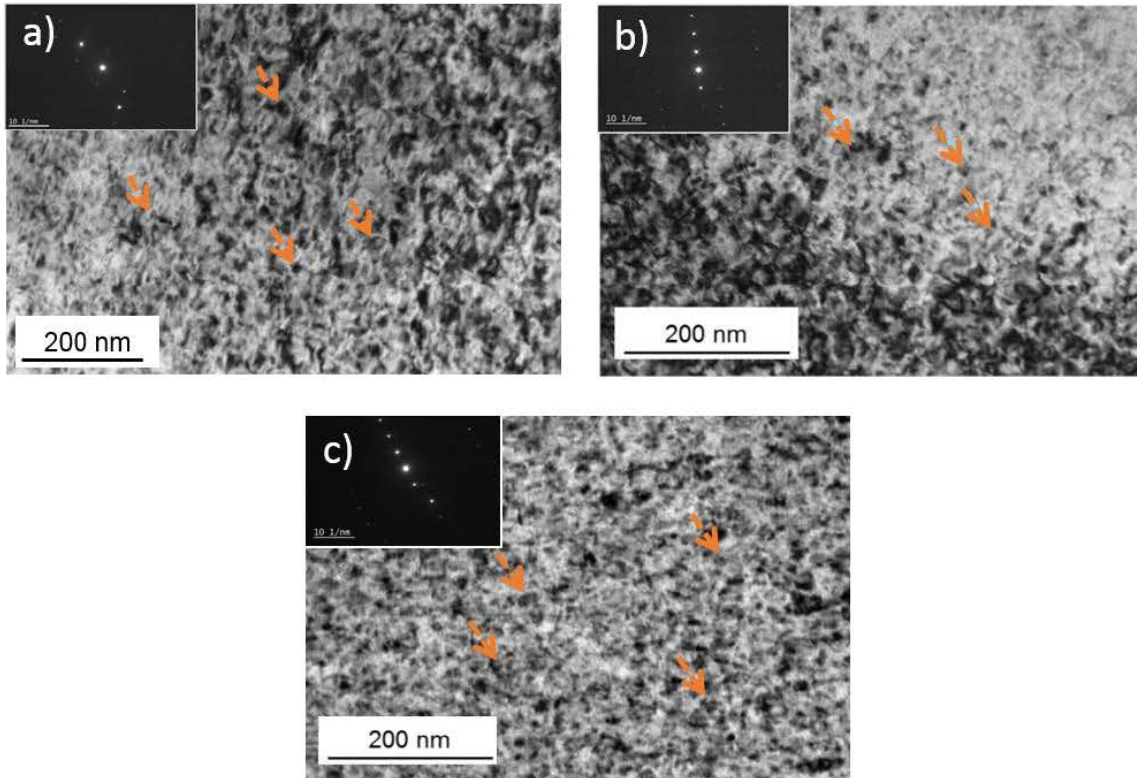


Figure III- 20. Boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observées au MET avec un  $\vec{g} = 10\bar{1}1$  et proche de  $B = [1\bar{2}10]$  dans l'alliage T40 après irradiation à la température de 300°C, aux doses de a) 3 dpa fort flux, b) 0,6 dpa fort flux et c) 0,6 dpa faible flux. Les flèches indiquent les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ .

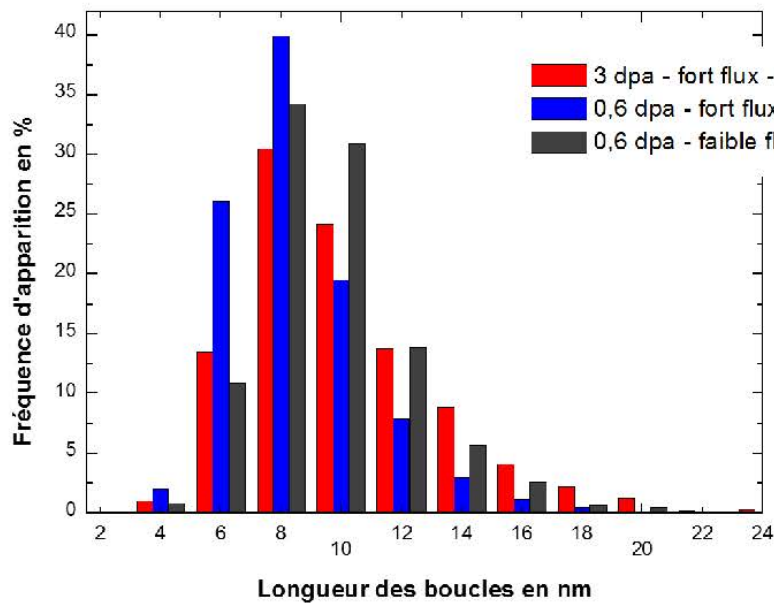


Figure III- 21. Distribution en taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans l'alliage T40 irradié à 300°C aux doses de 3 dpa fort flux et 0,6 dpa (fort et faible flux).

Tableau III- 10. Densité, diamètre équivalent moyen et intervalle en taille des boucles de dislocations de type <a> dans l'alliage T40 irradié à 300°C.

Condition d'irradiation	Densité de boucles (boucles.m <sup>-3</sup> )	Diamètre équivalent moyen (nm)	Intervalle en taille (nm)
3 dpa 300°C fort flux	$1,9 \pm 0,3 \times 10^{22}$	$9 \pm 3$	2 – 31
0,6 dpa 300°C fort flux	$1,3 \pm 0,5 \times 10^{22}$	$7 \pm 2$	2 – 22
0,6 dpa 300°C faible flux	$1,6 \pm 0,5 \times 10^{22}$	$9 \pm 2$	3 – 20

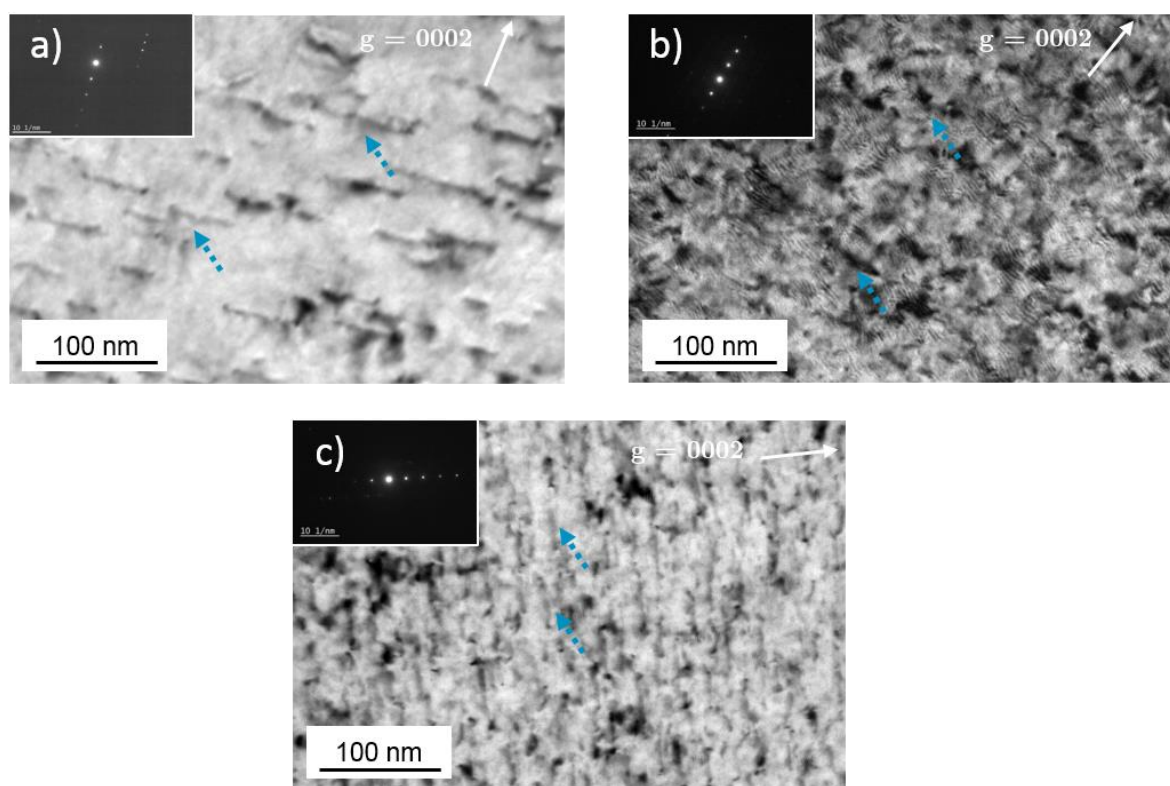


Figure III- 22. Microstructure de boucles à composante <c> observée au MET avec un  $\vec{g} = 0002$  et proche de  $B = [1-210]$  dans l'alliage T40 irradié à 300°C : a) 3 dpa fort flux, b) 0,6 dpa fort flux et c) 0,6 dpa faible flux. Les flèches indiquent les boucles à composante <c>. Les franges observées ne sont pas dues aux fautes d'empilement mais correspondent aux Moirés issus de la contamination en surface.

**Tableau III- 11. Densité linéique de boucles à composante  $\langle c \rangle$  observées selon  $\vec{g} = 0002$ , dans l'alliage T40 irradié à 300°C.**

Condition d'irradiation	Densité linéique ( $m.m^{-3}$ )
<b>3 dpa 300°C fort flux</b>	$2,1 \times 10^{14} \pm 0,6 \times 10^{14}$
<b>0,6 dpa 300°C fort flux</b>	$1,3 \times 10^{14} \pm 0,9 \times 10^{14}$
<b>0,6 dpa 300°C faible flux</b>	$1,9 \times 10^{14} \pm 0,7 \times 10^{14}$

### 3.1.2.2. A 430°C

#### 3.1.2.2.1. Dislocations $\langle a \rangle$ et boucles de dislocations de type $\langle a \rangle$

Pour les irradiations réalisées à la température de 430°C, d'importantes différences sont notables à la fois sur le réseau de dislocations et sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observés à 0,6 dpa fort flux (avec ou sans TTh préalable à l'irradiation) et faible flux (sans TTh préalable, Figure III- 23a et b), et aux doses de 1,3, 2 et 3 dpa fort flux (Figure III- 23c, d (avec TTh préalable) et e (sans TTh préalable)). A la dose de 0,6 dpa et avec un fort flux (avec ou sans TTh préalable), aucune boucle de dislocations de type  $\langle a \rangle$  n'est observée (Figure III- 23a). Ce résultat a été confirmé par l'étude de plusieurs échantillons provenant de la même campagne d'irradiation mais aussi par l'étude d'un échantillon d'une seconde irradiation réalisée dans des conditions similaires (deuxième campagne d'irradiation où un TTh a précédé l'irradiation). La microstructure de l'alliage de titane T40 irradié à 0,6 dpa fort flux est similaire à celle d'un état non irradié et est caractérisée par un réseau de dislocations  $\langle a \rangle$  vis.

En revanche, une quantité importante de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  accompagnées d'un réseau de dislocations enchevêtrées sont présents après irradiation à 3 dpa fort flux sans TTh préalable (Figure III- 23e), à 0,6 dpa faible flux sans TTh préalable (Figure III- 23b), et également à 1,3 dpa et 2 dpa avec TTh préalable.

En résumé, deux types de microstructures  $\langle a \rangle$  peuvent être distingués après irradiation à 430°C : microstructure contenant des dislocations  $\langle a \rangle$  après irradiation à fort flux à 430°C 0,6 dpa, comme le non irradié avant et après TTh, ou microstructure contenant des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et un réseau dense de dislocations enchevêtrées pour les autres conditions d'irradiation.

D'un point de vue quantitatif, nous avons déterminé la densité de dislocations  $\langle a \rangle$  comme la densité, le diamètre équivalent moyen et la distribution en taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  en fonction des conditions d'irradiation. La Figure III- 24 et le Tableau III- 12 illustrent l'évolution de la densité de dislocations  $\langle a \rangle$  en fonction de la dose et du flux d'irradiation, à la température de 430°C. Ainsi, nous pouvons constater que la densité de dislocations  $\langle a \rangle$  après une irradiation de 1h30 à 430°C (0,6 dpa fort flux, avec ou sans TTh préalable) est comparable à celle obtenue après un TTh d'une durée de 6h ou 30h (Tableau III- 1 et Tableau III- 12). La similarité des résultats obtenus à la dose de 0,6 dpa, avec ou sans TTh préalable, nous laisse donc penser que le TTh préalable ne semble pas avoir d'effet sur l'évolution du réseau de dislocations. La densité de dislocations  $\langle a \rangle$



augmente significativement (d'un facteur 10) entre 0,6 dpa et 1,3 dpa puis progressivement avec la dose, jusqu'à tendre vers une saturation autour de  $17.10^{13}$  dislocations.m<sup>-2</sup>, pour les doses de 2 et 3 dpa. Lors d'une irradiation à faible flux, la densité de dislocations obtenue à la dose de 0,6 dpa est presque 6 fois supérieure à celle obtenue dans le cas d'une irradiation à la dose de 0,6 dpa fort flux.

Ainsi, on peut constater un effet notable de la dose et du flux sur l'évolution du réseau de dislocations puisqu'une augmentation de la dose d'un facteur 5 conduit à une augmentation de la densité de dislocations d'un facteur 14 et une diminution de flux d'un facteur 15 conduit à une augmentation d'un facteur 6 de la densité de dislocations. Le TTh préalable, ne semble, quant à lui, pas avoir d'effet notable sur l'évolution de la densité de dislocations.

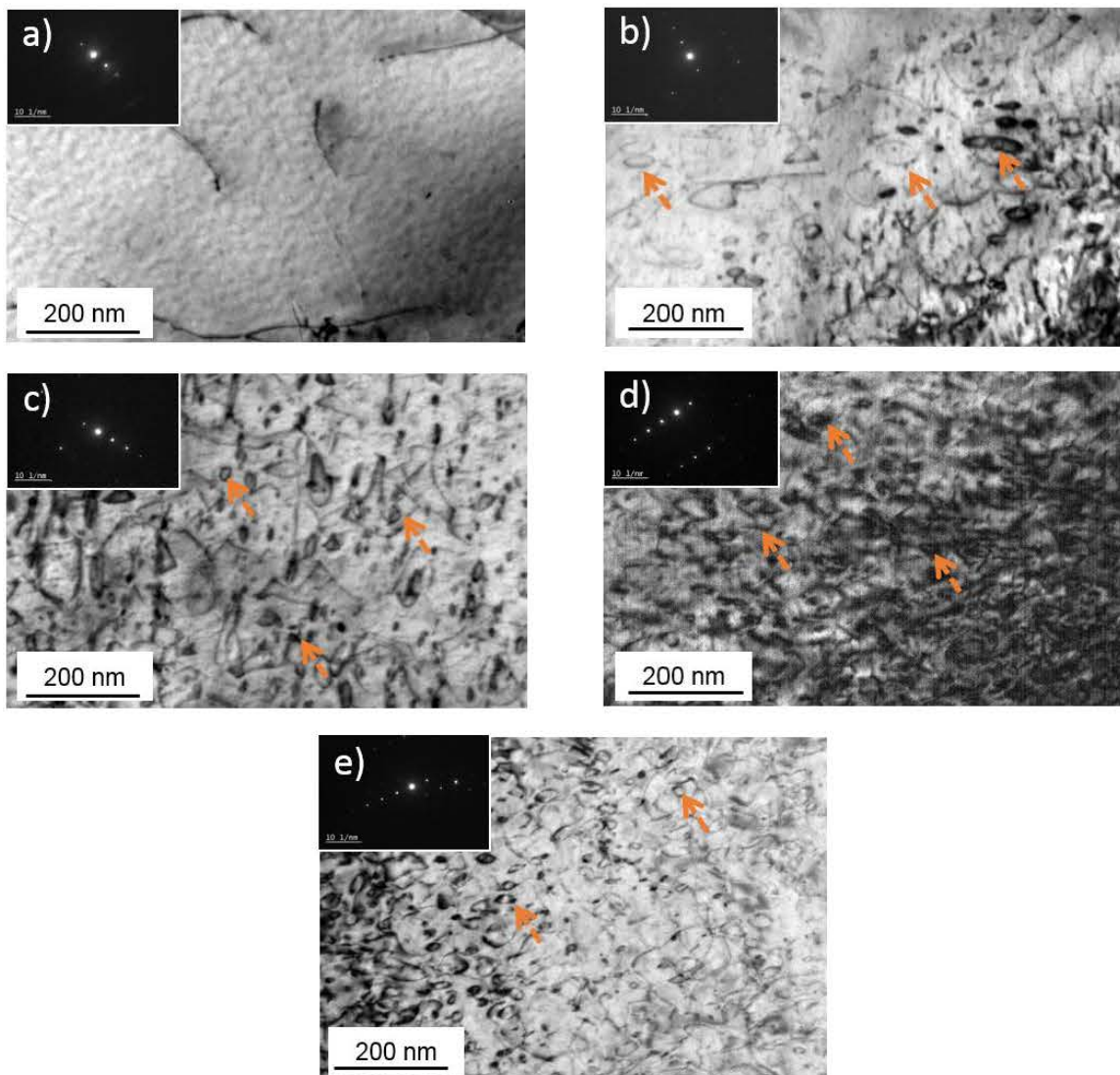


Figure III- 23. Dislocations  $\langle a \rangle$  et boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observées au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}210]$  dans l'alliage de titane T40 irradié à 430°C : a) 0,6 dpa fort flux, b) 0,6 dpa faible flux, c) 1,3 dpa fort flux, d) 2 dpa fort flux et e) 3 dpa fort flux. Les flèches indiquent les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ .

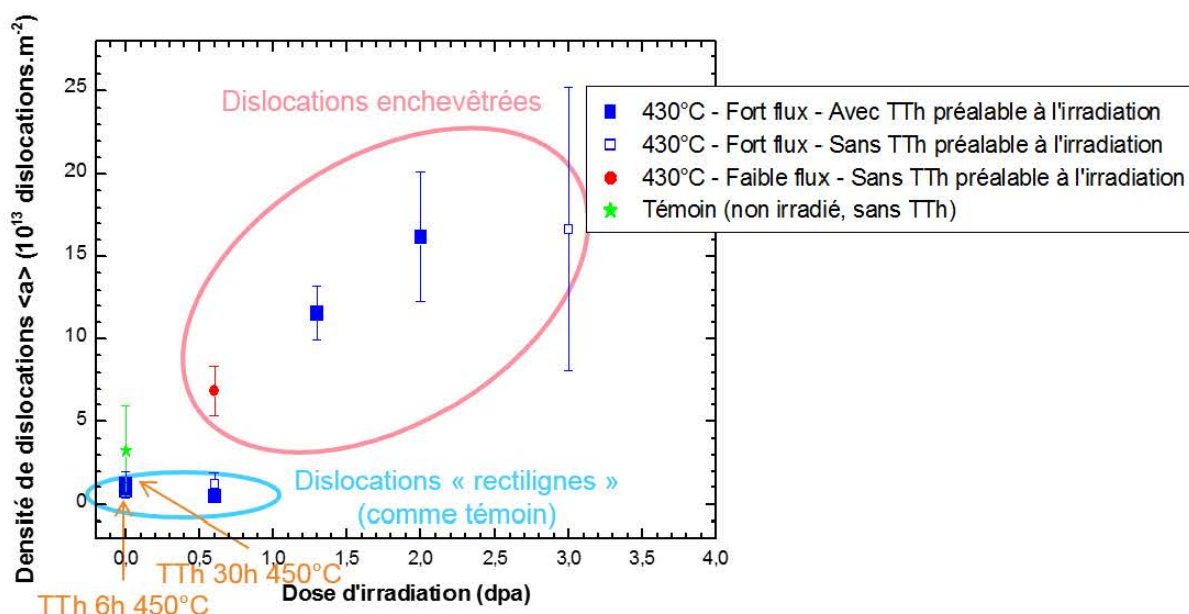


Figure III- 24. Evolution de la densité de dislocations  $\langle a \rangle$  dans l'alliage de titane T40 irradié à la température de 430°C, en fonction de la dose d'irradiation. Comparaison aux états de réception et traités thermiquement à 450°C pendant 6h et 30h.

Tableau III- 12. Evolution de la densité de dislocations  $\langle a \rangle$  dans l'alliage T40 irradié à 3 dpa fort flux et à 0,6 dpa faible flux, sans TTh préalable, à 1,3 dpa et 2 dpa, avec TTh préalable et à 0,6 dpa fort flux avec et sans TTh préalable.

Condition d'irradiation		Densité de dislocations $\langle a \rangle$ (dislocations.m <sup>-2</sup> )
Sans TTh précédant l'irradiation	3 dpa 430°C fort flux	$16,7 \pm 8,6 \times 10^{13}$
	0,6 dpa 430°C faible flux	$6,9 \pm 1,5 \times 10^{13}$
Avec TTh précédant l'irradiation	2 dpa 430°C fort flux	$16,2 \pm 3,9 \times 10^{13}$
	1,3 dpa 430°C fort flux	$11,6 \pm 1,7 \times 10^{13}$
Avec et sans TTh précédant l'irradiation	0,6 dpa 430°C fort flux	$1,2 \pm 0,66 \times 10^{13}$

Concernant l'effet de la dose et du flux d'irradiation sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , une comparaison est réalisée entre des états irradiés à différentes doses, étant donné qu'aucune boucle n'est observée à 0,6 dpa fort flux. Sur la Figure III- 25a et le Tableau III- 13, on constate qu'à la température d'irradiation 430°C, les boucles ont une taille plus importante et leur distribution en taille est plus étalée, pour la dose de 0,6 dpa, à faible flux, comparé au 3 dpa fort flux. Pour les deux doses considérées (3 dpa fort flux et 0,6 dpa faible flux), on retrouve bien une augmentation de la taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et une diminution de leur densité avec la température. Cet effet semble toutefois plus marqué

à faible flux qu'à fort flux (comparaison de l'évolution de l'alliage T40 irradié à 0,6 dpa faible flux de 300°C à 430°C avec le 3 dpa fort flux de 300°C à 430°C, Figure III- 25).

A cela, il faut ajouter que les distributions en taille et les densités de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans l'alliage T40 irradié aux doses de 1,3 dpa et 2 dpa fort flux (Figure III- 26 et Tableau III- 13), à 430°C sont comparables à celles obtenues pour l'alliage T40 irradié à 3 dpa fort flux (Figure III- 26 et Tableau III- 13), à 430°C, malgré le TTh préalable pour les échantillons irradiés à la dose de 1,3 dpa et 2 dpa.

Ainsi, les effets de la dose et du flux d'irradiation sont différents en fonction de la température à laquelle l'irradiation est réalisée. L'augmentation de la température d'irradiation se traduit non seulement par une augmentation de la taille des boucles et une diminution de leur densité, mais aussi par l'apparition d'une dose seuil de formation des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  plus important qu'à 300°C. Des effets importants du flux sont également à noter à la température de 430°C. La dose seuil d'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  est diminuée dans le cas du faible flux. A cela, il faut ajouter que l'influence de la température semble être plus marquée à faible flux qu'à fort flux. En revanche, la présence d'un TTh précédant l'irradiation ne semble pas avoir un effet marqué sur l'évolution en taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ .



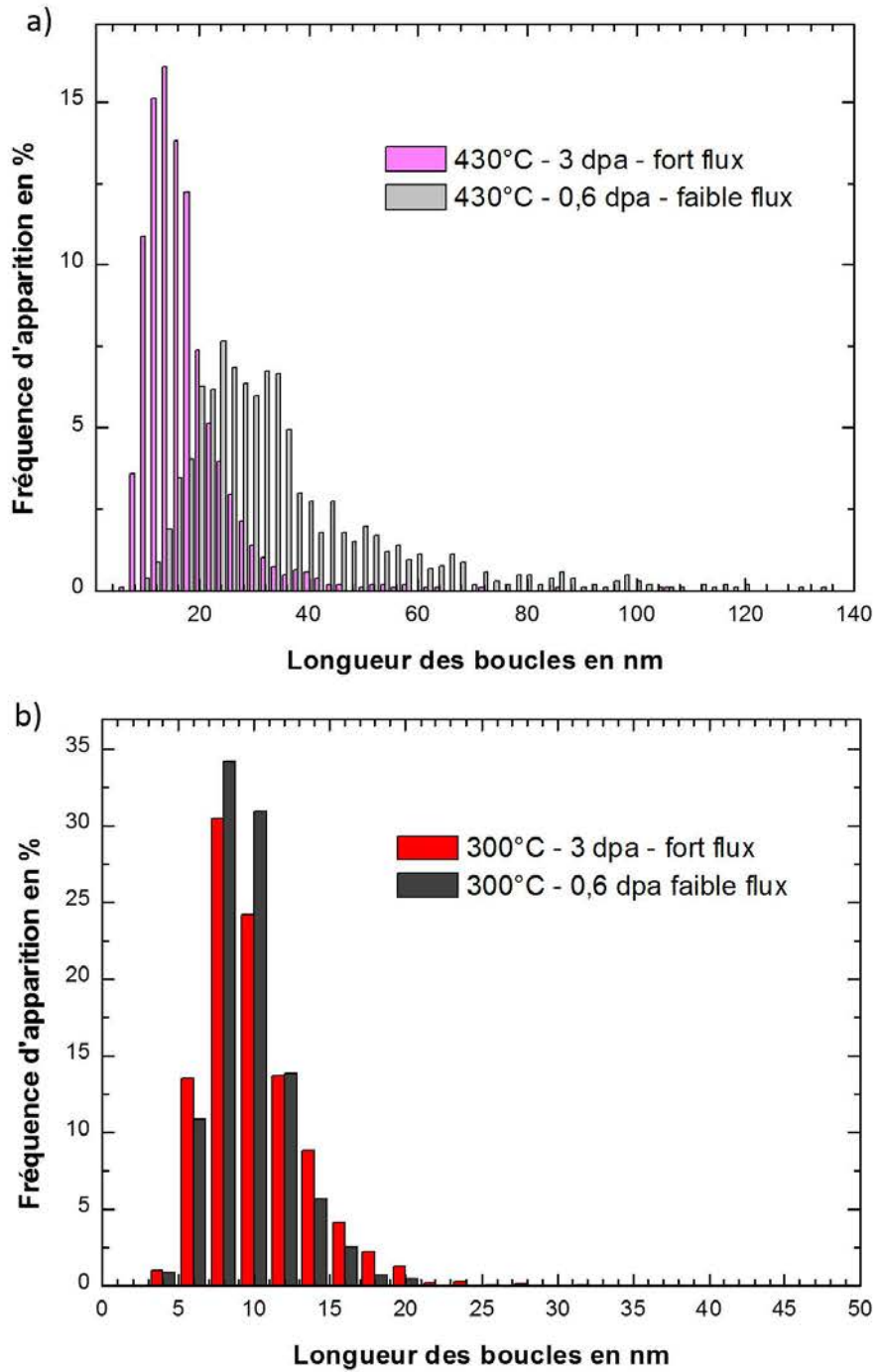


Figure III- 25. Distribution en taille des boucles de dislocations de type <a> dans l'alliage T40 irradié à une dose de 3 dpa fort flux et 0,6 dpa faible flux, à a) 430°C et b) 300°C.

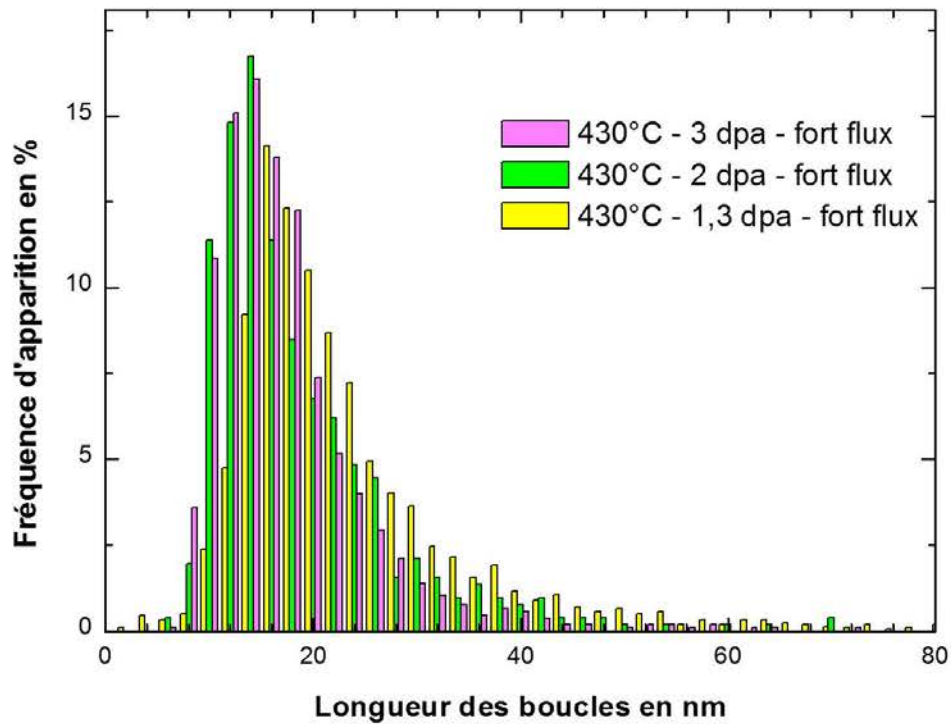


Figure III- 26. Distribution en taille des boucles de dislocations de type <a> dans l’alliage T40 irradié à 430°C aux doses de 1,3, 2 et 3 dpa fort flux.

Tableau III- 13. Densité, diamètre équivalent moyen et intervalle en taille des boucles de dislocations de type <a> dans l’alliage T40 irradié à 430°C.

Condition d’irradiation		Densité de boucles (boucles.m <sup>-3</sup> )	Diamètre équivalent moyen (nm)	Intervalle en taille (nm)
Sans TTh précédant l’irradiation	3 dpa 430°C fort flux	$3,6 \pm 0,8 \times 10^{21}$	$17 \pm 8$	6 – 106
	0,6 dpa 430°C faible flux	$6,6 \pm 2,5 \times 10^{21}$	$35 \pm 20$	9 – 184
Avec TTh précédant l’irradiation	2 dpa 430°C fort flux	$2,4 \pm 1,0 \times 10^{21}$	$18 \pm 10$	5 – 79
	1,3 dpa 430°C fort flux	$1,3 \pm 0,1 \times 10^{21}$	$22 \pm 12$	2 – 155
Avec et sans TTh précédant l’irradiation	0,6 dpa 430°C fort flux	0	-	-

3.1.2.2.2. Boucles à composante  $\langle c \rangle$ 

Les micrographies de la Figure III- 27 illustrent respectivement la présence de boucles à composante  $\langle c \rangle$  après irradiation à 430°C à une dose de 3 dpa fort flux, 0,6 dpa fort flux et 0,6 dpa faible flux.

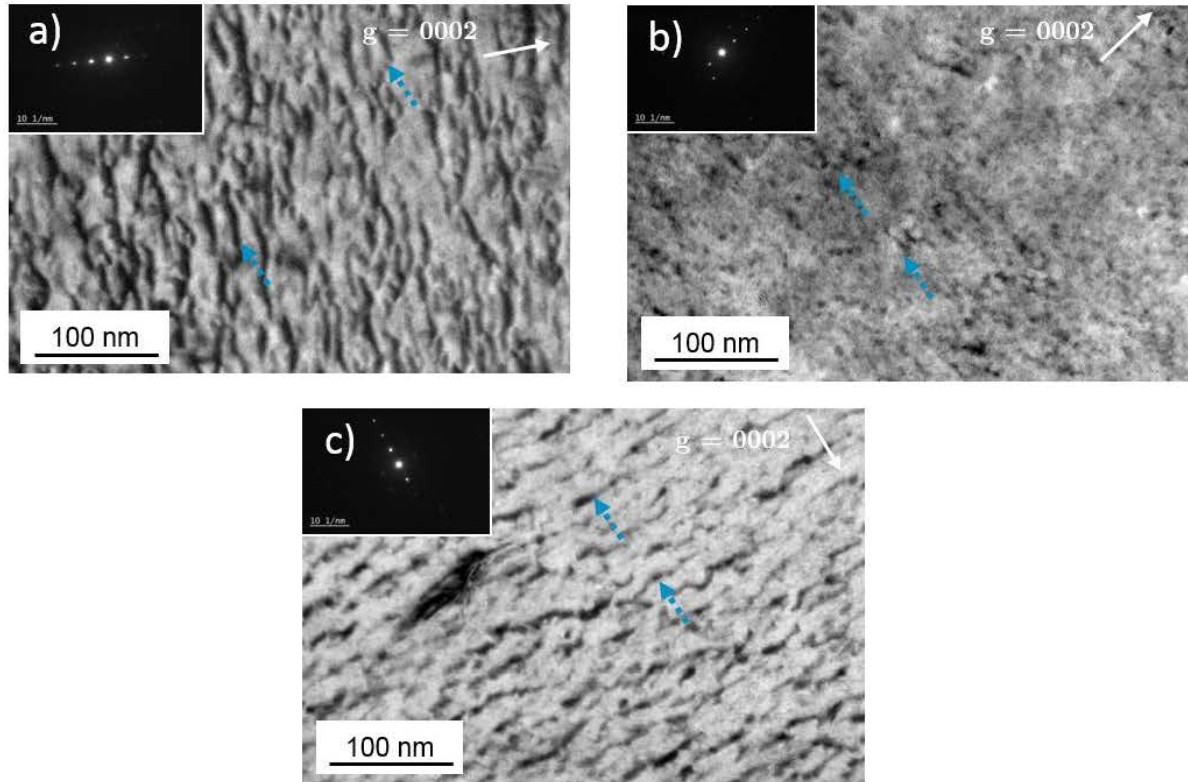


Figure III- 27. Microstructure de boucles à composante  $\langle c \rangle$  observée au MET avec un  $\bar{g} = 0002$  et proche de  $B = [1-210]$  dans l'alliage T40 irradié à 430°C : a) 3 dpa fort flux (sans TTh préalable), b) 0,6 dpa fort flux (avec TTh préalable) et c) 0,6 dpa faible flux (sans TTh préalable). Les flèches indiquent les boucles à composante  $\langle c \rangle$ . Les franges observées ne sont pas dues aux fautes d'empilement mais correspondent aux Moirés issus de la contamination en surface.

Ces micrographies montrent que les boucles à composante  $\langle c \rangle$  présentent un aspect sinueux et sont observées à la température de 430°C, dès la dose de 0,6 dpa, avec une densité linéique très élevée de l'ordre de  $10^{14}$  m.m<sup>-3</sup>, au même titre que pour la température de 300°C (Figure III- 22). Des boucles à composante  $\langle c \rangle$  n'ont pas pu être mises en évidence dans le cas du 0,6 dpa fort flux, sans TTh préalable. En réduisant le flux (Figure III- 27c), on obtient une microstructure similaire au 3 dpa fort flux (Figure III- 27a). Les boucles à composante  $\langle c \rangle$  sont de très petite taille pour une irradiation à 0,6 dpa fort flux, avec TTh préalable. La comparaison du 3 dpa fort flux, sans TTh préalable, avec le 0,6 dpa fort flux, avec TTh préalable, suggère une augmentation en taille avec la dose. Effectivement, les microstructures obtenues dans le cas d'irradiations avec TTh préalable (0,6 dpa  $\rightarrow$  2 dpa), traduisent bien une augmentation de la taille des boucles à composante  $\langle c \rangle$  avec la dose (Figure III- 27b et Figure III- 28).

Ainsi, les boucles à composante  $\langle c \rangle$  semblent présenter une évolution avec la dose (à minima augmentation en taille) et le flux (diminution de la taille).

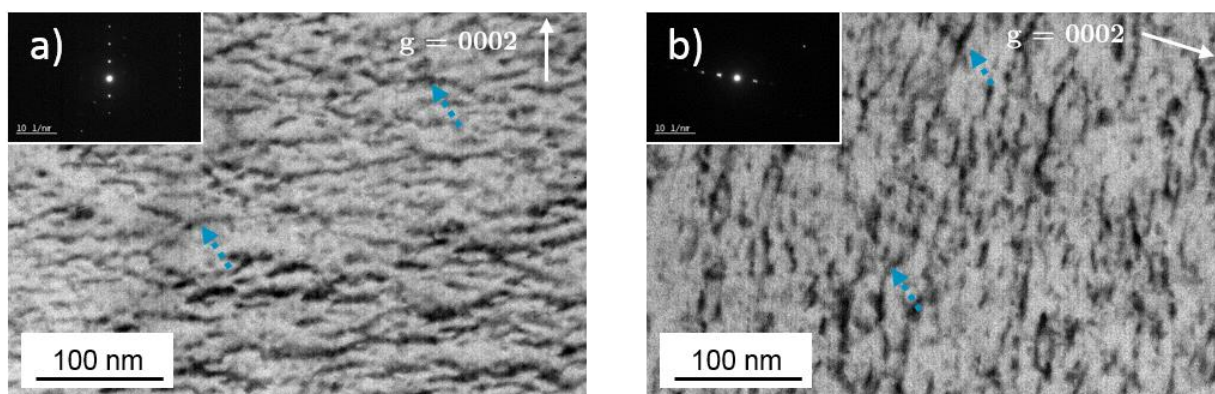


Figure III- 28. Microstructure de boucles à composante  $\langle c \rangle$  observées au MET avec un  $\vec{g} = 0002$  et proche de  $B = [1-210]$  dans l'alliage T40 irradié à 430°C fort flux (avec TTh précédant l'irradiation) : a) 1,3 dpa et b) 2 dpa. Les flèches indiquent les boucles à composante  $\langle c \rangle$ .

### 3.2. TA6V

Deux types de défauts microstructuraux sont observés dans l'alliage TA6V irradié : des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et des précipités nanométriques dans la phase  $\alpha$ . Les résultats quantitatifs présentés dans les sections suivantes prennent en compte indifféremment les lamelles et les nodules  $\alpha$ , les résultats obtenus dans les lamelles et dans les nodules  $\alpha$  étant comparables.

Les nombres exacts de boucles et de précipités analysés par MET pour chacune des conditions d'irradiation sont donnés dans le Tableau III- 14. A propos des précipités, nous avons également reporté le nombre de mesures faites par SAT.

Tableau III- 14. Nombre de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et précipités comptés et analysés ainsi que de nodules/lamelles  $\alpha$  considérés pour chacune des conditions d'irradiation dans l'alliage TA6V (boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et précipités).

Condition d'irradiation	Boucle de dislocations de type $\langle a \rangle$		Précipité	
			Observation MET	Analyse SAT
Sans TTh précédant l'irradiation	3 dpa 300°C fort flux	1873 – 2 nodules/lamelles	–	29,6 millions d'ions – 3 pointes (nodules/lamelles)
	0,6 dpa 300°C fort flux	109 – 1 nodule/lamelle	–	–
	0,6 dpa 300°C faible flux	785 – 2 nodules/lamelles	–	–
	3 dpa 430°C fort flux	2145 – 2 nodules/lamelles	1421 – 5 nodules/lamelles	44,6 millions d'ions – 3 pointes (nodules/lamelles)
	0,6 dpa 430°C faible flux	240 – 2 nodules/lamelles	2348 – 6 nodules/lamelles	–
Avec TTh précédant l'irradiation	2 dpa 430°C fort flux	833 – 2 nodules/lamelles	2796 – 2 nodules/lamelles	–
	1,3 dpa 430°C fort flux	–	1520 – 5 nodules/lamelles	–
Sans et avec TTh précédant l'irradiation	0,6 dpa 430°C fort flux	1975 – 3 nodules/lamelles (irradiation sans TTh précédant l'irradiation)	1607 – 4 nodules/lamelles (irradiation sans TTh précédant l'irradiation)	36,6 millions d'ions – 3 pointes (nodules/lamelles)
		– (irradiation avec TTh précédant irradiation)	1086 – 4 nodules/lamelles (irradiation avec TTh précédant irradiation)	–

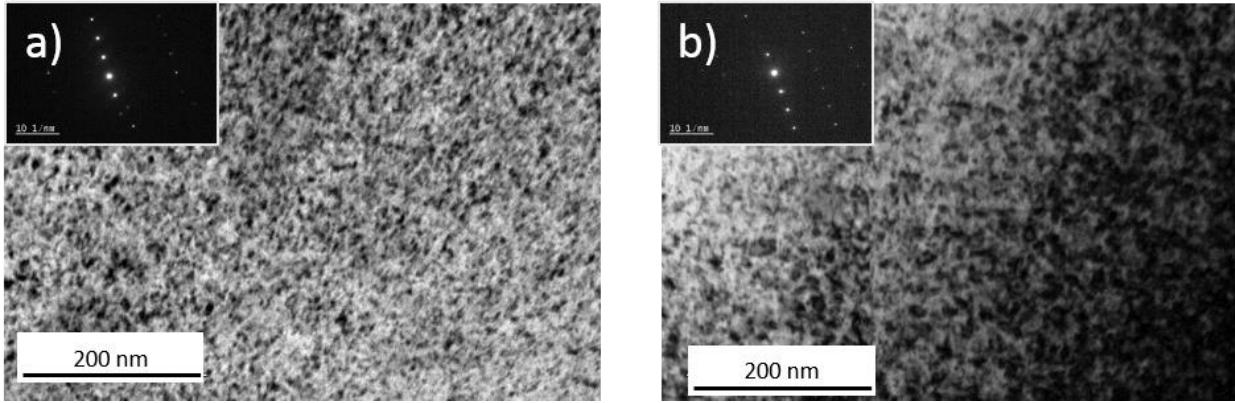
### 3.2.1. Influence de la température à la dose de 3 dpa, sans TTh préalable

#### 3.2.1.1. *Boucles de dislocations de type $\langle a \rangle$*

Après irradiation, on voit apparaître une forte densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (Figure III- 29). A « basse température » (300°C), les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  sont de petite taille (de l'ordre de 7 nm en moyenne) et sont présentes en grande quantité (densité de l'ordre de  $10^{22}$  boucles.m<sup>-3</sup>) (Figure III- 29a). A 430°C, la densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (Figure III- 29b) est voisine de celle obtenue à 300°C, mais leur taille semble légèrement plus grande d'un facteur 1,5 environ. Dans les deux cas, la forte densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  perturbe l'observation d'éventuelles dislocations.



La température d'irradiation, dans la gamme étudiée, semble donc avoir une influence assez limitée sur la microstructure de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ .



**Figure III- 29.** Boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observées dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}210]$  dans l'alliage TA6V irradié à la dose de 3 dpa fort flux, à la température de : a) 300°C et b) 430°C.

### 3.2.1.2. Précipités

#### 3.2.1.2.1. Grandeurs microstructurales

En complément des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , une précipitation induite par irradiation est rencontrée dans l'alliage TA6V irradié. Cette fine précipitation a d'abord été observée par MET à 430°C comme illustrée sur le champ clair de la Figure III- 30. Pour les conditions d'observation citées dans la légende de la figure, nous pouvons ainsi identifier trois variants d'orientation morphologique. Pour la température d'irradiation de 300°C, les conditions d'observation par MET de la lame irradiée n'ont pas permis de déceler la présence de précipités. Pour une analyse plus fine de ces fins précipités, nous avons entrepris des analyses chimiques par SAT pour les deux températures d'irradiation : 300°C et 430°C. Un exemple de reconstruction 3D illustrant la répartition en vanadium dans l'alliage TA6V pour les températures de 430°C et 300°C est montré sur la Figure III- 31. Les autres éléments, titane et aluminium, sont, quant à eux répartis de façon homogène dans les volumes, pour les deux températures d'irradiation, à la dose de 3 dpa (Figure III- 32) c'est-à-dire que l'on n'observe pas de ségrégation en aluminium et titane dans la phase  $\alpha$  hors précipités. Dans ce qui suit, nous supposons que l'enrichissement local en vanadium traduit la forme des précipités. Ainsi, par le biais de ces observations SAT, nous confirmons de nouveau la présence de plusieurs variants d'orientation morphologique de précipités après irradiation à 430°C à une dose de 3 dpa. La mesure de l'angle entre chaque variant d'orientation morphologique n'a pas pu être menée car la reconstruction est basée sur une technique empirique (tip profile) et non sur des critères géométriques précis.

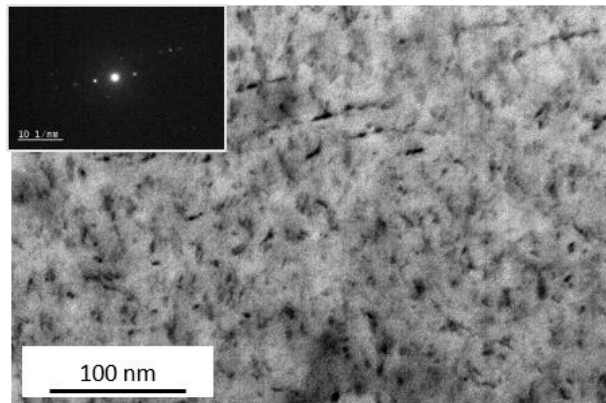


Figure III- 30. Précipités observés dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}10$  et proche de  $B = [1\text{-}213]$ , dans l'alliage TA6V irradié à la dose de 3 dpa fort flux, à la température de 430°C. Observation des trois couples de variants d'orientation morphologique.

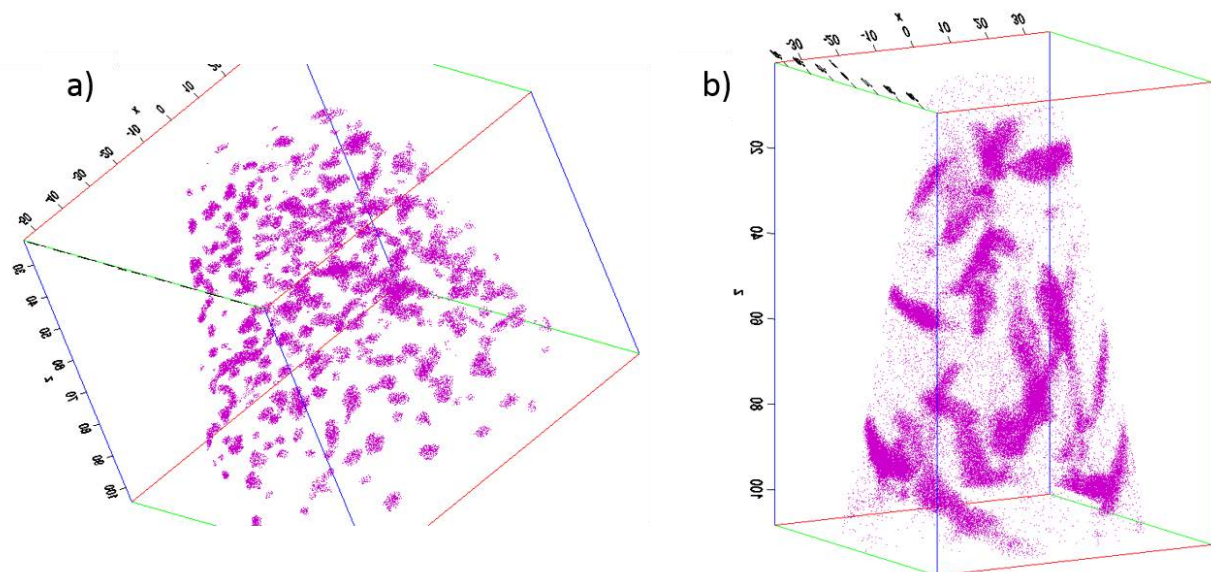
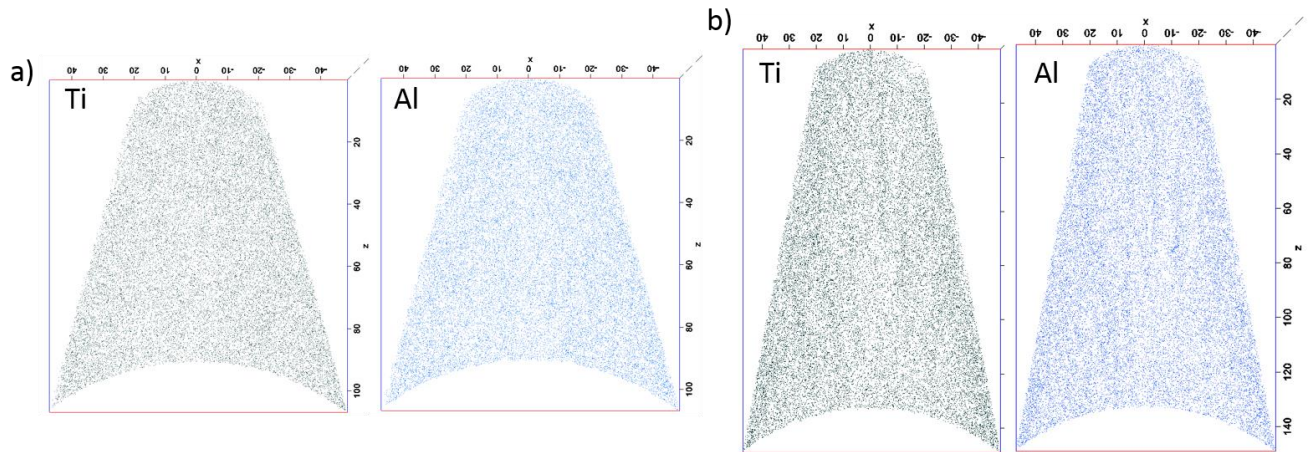


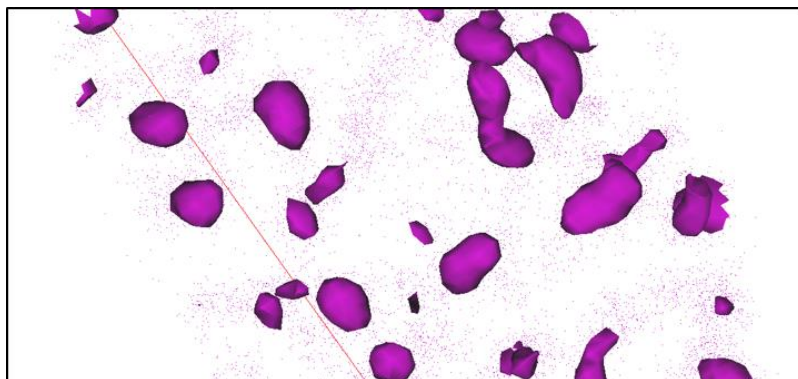
Figure III- 31. Reconstruction en 3D d'une pointe SAT : répartition spatiale du vanadium dans l'alliage TA6V irradié à une dose de 3 dpa fort flux, à la température de : a) 300°C et b) 430°C.





**Figure III- 32. Reconstruction en 3D d'une pointe SAT : répartition spatiale du titane et de l'aluminium dans l'alliage TA6V irradié à une dose de 3 dpa fort flux, à la température de :**  
a) 300°C et b) 430°C.

Pour accéder à des grandeurs microstructurales quantitatives, nous avons délimité la forme des précipités en considérant une isosurface en vanadium. Ainsi, la plupart des précipités sont de forme sphérique après irradiation à une dose de 3 dpa, à la température de 300°C (Figure III- 33). Lorsque l'irradiation est maintenant effectuée à 430°C avec la même dose, nous observons une plus grande diversité morphologique. Les précipités peuvent avoir une forme de plaquette comme celui présenté sous deux angles différents en Figure III- 34, ou alors se présenter sous forme d'agglomérats, par accolement de plaquettes, à l'image de ceux de la Figure III- 35, où l'on a l'impression de voir deux précipités en plaquettes séparés d'un angle de 90°. Il est difficile de définir les dimensions de ces agglomérats car la recherche de cluster proposée par IVAS est basée sur des précipités « simples » aux formes sphériques ou ellipsoïdales.



**Figure III- 33. Exemple de précipités sphériques, obtenus après reconstruction des pointes SAT, dans l'alliage TA6V irradié à 3 dpa 300°C fort flux.**

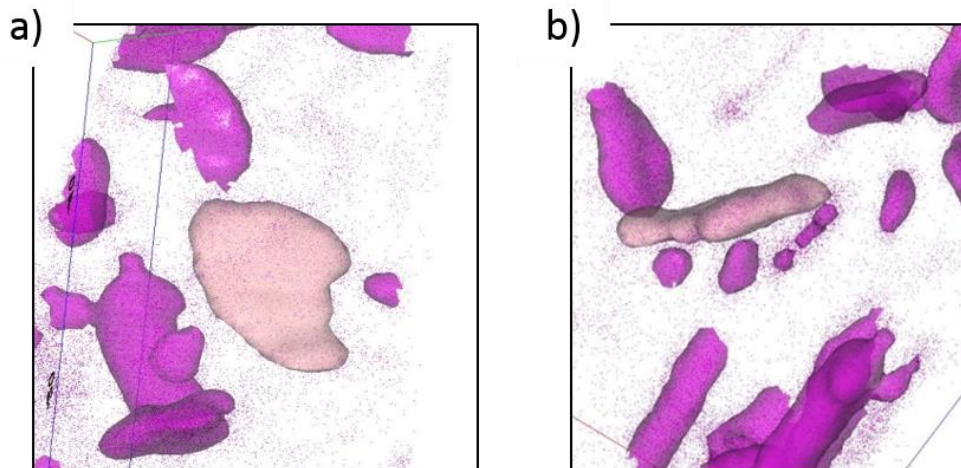


Figure III- 34. Exemple de précipités sous forme de plaquettes rencontrés dans l’alliage TA6V irradié à 3 dpa 430°C fort flux : a) vue du dessus et b) vue de côté.

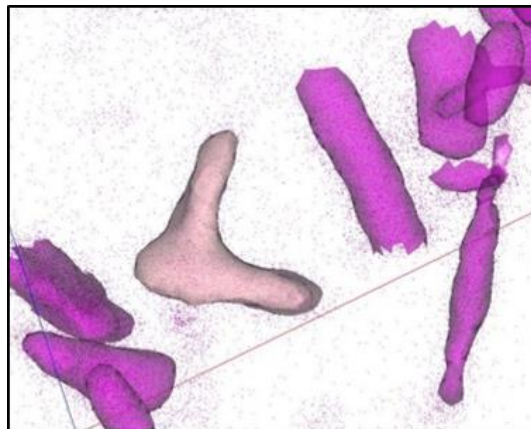
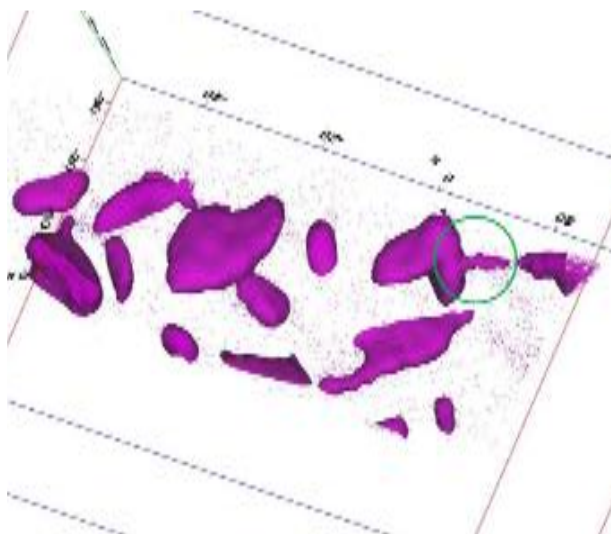


Figure III- 35. Représentation d’un exemple d’agglomérats de précipités rencontrés dans l’alliage TA6V irradié à 3 dpa 430°C fort flux.

En complément de l’état de précipitation, nous avons décelé la présence de canaux riches en vanadium reliant les précipités comme illustré par un cercle sur la Figure III- 36. En revanche, ces canaux n’ont pas été mis en évidence dans le cas de la lame irradiée à 300°C dans les mêmes conditions.



**Figure III- 36. Exemple de canal entre précipités, obtenu après reconstruction des pointes SAT, dans l’alliage TA6V irradié à 3 dpa 430°C fort flux.**

La taille des précipités et leur densité sont fortement tributaires de la température d’irradiation. L’ensemble de ces grandeurs obtenues par SAT est donné dans le Tableau III-15. Nous avons également reporté la densité obtenue par MET / analyse d’image pour la lame irradiée à 430°C. A 300°C, les précipités, de forme sphérique, ont un diamètre moyen d’environ 5 nm et une densité d’environ  $10^{24}$  précipités.m<sup>-3</sup>. Leur petit diamètre explique pourquoi ils n’ont pas pu être observés par MET (leur longueur est du même ordre de grandeur que le diamètre des boucles de dislocations de type <a>).

Avec l’augmentation de la température (430°C), la taille des précipités augmente d’un facteur 2 et leur densité est réduite d’un facteur 6 lorsque l’on compare les mesures faites par SAT. Les précipités ont ainsi une longueur d’environ 10 nm et une épaisseur de l’ordre de 4 nm. Concernant la densité de précipités, nous obtenons une différence d’un facteur 25 entre les mesures faites par SAT et par MET. Cette différence s’explique, d’une part, par la prise en compte de tous les couples de variants d’orientation morphologique de précipités dans les analyses SAT, alors qu’un seul est pris en compte en MET, et d’autre part, par une meilleure résolution spatiale par SAT, qui se traduit par la prise en compte d’un plus grand nombre de précipités. Pour terminer, nous avons reporté, sur la Figure III- 37, la distribution des longueurs de précipités obtenue par SAT pour chaque condition d’irradiation à la dose de 3 dpa. On assiste à un élargissement de la distribution en taille des précipités avec l’augmentation de la température.

Tableau III- 15. Caractéristiques des précipités (taille et densité) dans l'alliage TA6V irradié à 3 dpa fort flux, à la température de 430°C et 300°C.

	430°C - 3 dpa	300°C - 3 dpa
Taille des précipités (nm)	10,2 ± 5,3 (SAT)	5,6 ± 1,9 (SAT)
Densité de précipités (10 <sup>21</sup> précipités.m <sup>-3</sup> )	7,0 ± 2,2 (MET)	1000 ± 132 (SAT)

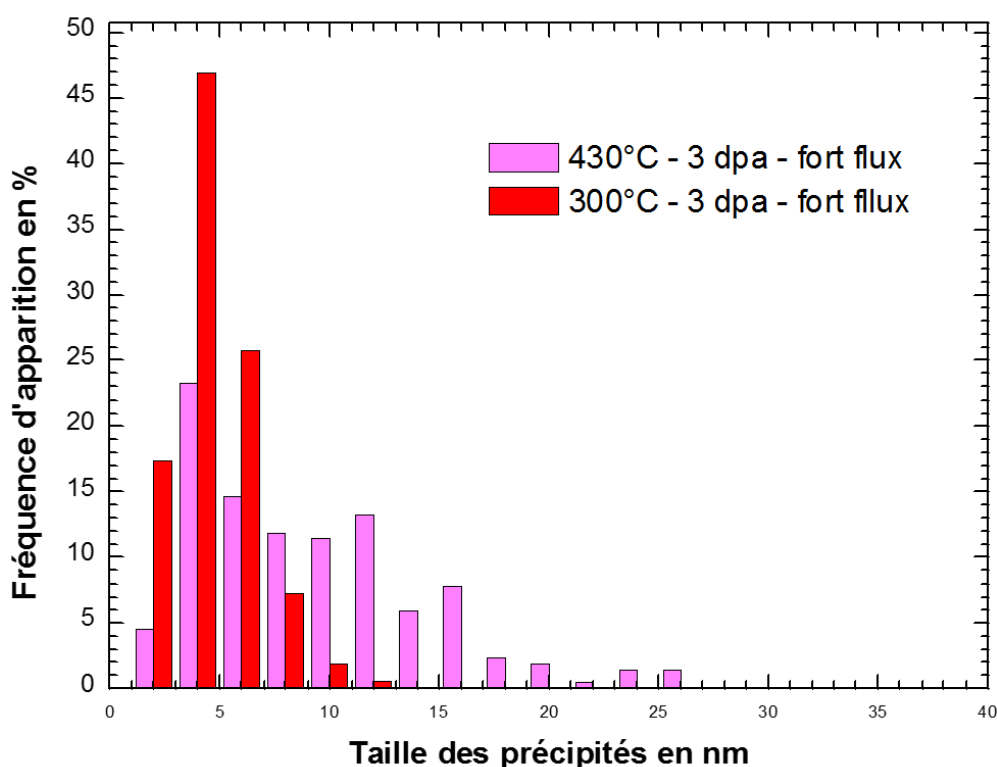


Figure III- 37. Evolution de la distribution de précipités obtenue par analyses SAT dans l'alliage TA6V irradié à la dose de 3 dpa fort flux et aux températures de 430°C et 300°C.

#### 3.2.1.2.2. Cristallographie

Afin d'identifier la cristallographie des précipités, nous avons pris quelques clichés de diffraction des électrons en sélection d'aire. Un exemple de cliché de diffraction des électrons est présenté sur la Figure III- 38. Il s'agit de l'alliage TA6V irradié à 430°C (2 dpa fort flux). Le cliché de diffraction des électrons s'indexe en considérant à la fois la phase  $\alpha$ , de structure hexagonale compacte (hcp), orientée suivant l'axe de zone B  $\approx [11\bar{2}3]$  et la phase  $\beta$  (fins précipités), de structure cubique centrée (bcc), orientée suivant l'axe de zone B =  $[1\bar{1}1]$ .

De fait, nous montrons clairement que les fins précipités ont les mêmes caractéristiques cristallographiques que la phase  $\beta$  classifiée dans les alliages de titane. L'indexation a également permis d'identifier les relations d'orientation cristallographique suivantes :

$$B \approx [11\bar{2}3]_{\alpha} \approx [1\bar{1}1]_{\beta};$$

$$(1\bar{1}00)_{\alpha} \text{ à } 3^{\circ} \text{ de } (1\bar{1}0)_{\beta}; (\bar{1}011)_{\alpha} \text{ à } 1\text{--}2^{\circ} \text{ de } (101)_{\beta}; (0\bar{1}11)_{\alpha} \text{ à } 10^{\circ} \text{ de } (011)_{\beta}$$

En s'appuyant sur une projection stéréographique, on peut montrer que ces relations sont équivalentes aux relations bien connues de Burgers [9] :

$$[11\bar{2}3]_{\alpha} \text{ à } 3^{\circ} \text{ de } [1\bar{1}1]_{\beta};$$

$$(1\bar{1}00)_{\alpha} \text{ à } 4^{\circ} \text{ de } (1\bar{1}0)_{\beta}; (\bar{1}011)_{\alpha} \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } (101)_{\beta}; (0\bar{1}11)_{\alpha} \text{ à } 10^{\circ} \text{ de } (011)_{\beta}$$

Ces relations impliquent qu'il existe six variants d'orientation cristallographique (I-0), qui confirment les orientations « spatiales » suspectées sur les micrographies et les reconstructions SAT.

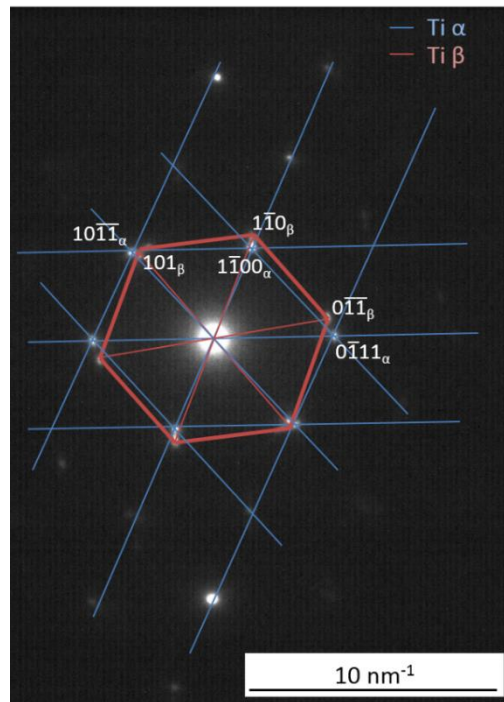


Figure III- 38. Cliché de diffraction des électrons proche de l'axe de zone  $B = [1\bar{1}213]$  de la phase  $\alpha$  et de l'axe de zone  $B = [1\bar{1}1]$  de la phase  $\beta$  (fins précipités) après irradiation de l'alliage TA6V à  $430^{\circ}\text{C}$  (2 dpa fort flux).

### 3.2.1.2.3. Composition chimique

Le Tableau III- 16 regroupe l'ensemble des compositions chimiques extraites des mesures SAT pour les phases  $\alpha$  et  $\beta$  dans l'alliage TA6V non irradié et pour la phase  $\alpha$  et les précipités dans l'alliage TA6V irradié à 3 dpa à  $430^{\circ}\text{C}$  et à  $300^{\circ}\text{C}$ . Il est important de mentionner que pour tous les échantillons analysés en SAT (états irradiés en particulier), la composition chimique globale de zone sondée (phase  $\alpha$  + précipités) est proche de celle de la phase  $\alpha$  à l'état non irradié (analyses en microsonde de Castaing). Les analyses SAT conduites sur les nodules et les lamelles  $\alpha$  n'ont pas révélé de différence notable de composition en vanadium entre les deux morphologies de la phase  $\alpha$ , contrairement aux légères différences mesurées à la microsonde de Castaing que nous avons principalement attribué à l'effet de matrice. De plus, les compositions chimiques des phases  $\alpha$  et  $\beta$  de l'état



non irradié obtenues par SAT et microsonde de Castaing sont comparables. La cohérence de ces résultats assure une certaine confiance quant aux analyses SAT faites sur les états irradiés.

A 300°C, les précipités ont une teneur en vanadium (élément  $\beta$ -gène) de 45% en moyenne, laquelle est clairement supérieure à celle de la phase  $\beta$  native. Cette teneur importante en vanadium dans les précipités est associée à une teneur moindre en vanadium dans la phase parente  $\alpha$  en comparaison à l'état non irradié. Ainsi, la phase  $\alpha$  contient 2,3 mass.% de vanadium avant irradiation contre 1,6 mass.%, après irradiation à 300°C. Concernant l'aluminium (élément  $\alpha$ -gène), le partitionnement est moindre puisque nous mesurons une différence d'environ 2,2 mass.% entre la phase  $\alpha$  et les précipités. Cet écart est clairement significatif et confirme le caractère  $\alpha$ -gène de l'aluminium. Pour le fer, nous sommes aux limites de la technique et ne pouvons conclure sur le partitionnement éventuel de cet élément. Toutefois, il est raisonnable de penser que le fer aura un impact très limité sur la germination car il est initialement en très faible quantité dans la phase  $\alpha$ . En augmentant la température d'irradiation (430°C), les précipités sont légèrement plus riches en vanadium et avoisine les 49 mass.%, à 3 dpa. Par voie de conséquence, la teneur en vanadium dans la phase  $\alpha$  est quant à elle inférieure à 1,2 mass.%. En revanche, nous ne notons pas de réelle modification des teneurs en aluminium et en fer dans les précipités entre les états irradiés à 300°C et 430°C. Les canaux observables à 430°C sont en général moins riches en vanadium que les précipités : une isosurface en vanadium égale à 8% atomique (environ 9% massique) étant suffisante pour les faire apparaître contre 15% atomique (environ 17% massique) pour les précipités.

**Tableau III- 16. Composition chimique des phases  $\alpha$  et  $\beta$  dans l'alliage TA6V à l'état non irradié et de la phase  $\alpha$  et des précipités dans l'alliage TA6V irradié à 3 dpa fort flux à 430°C et à 300°C. Microsonde de Castaing (pour l'état non irradié) et en SAT (pour l'état non irradié et pour les états irradiés).**

% massique	V	Al	Fe	Ti
<b>Phase <math>\alpha</math> – non irradié</b>	2,3 $\pm$ 0,3 (Castaing)	6,3 $\pm$ 0,2 (Castaing)	0,1 $\pm$ 0,1 (Castaing)	bal.
	2,7 $\pm$ 0,1 (SAT)	6,7 $\pm$ 0,2 (SAT)	0,02 $\pm$ 0,01 (SAT)	
<b>Phase <math>\beta</math> – non irradié</b>	17,6 $\pm$ 0,8	2,8 $\pm$ 0,1	1,4 $\pm$ 0,1	bal.
<b>Phase <math>\alpha</math> – 430°C – 3 dpa</b>	1,1 $\pm$ 0,26	6,9 $\pm$ 0,38	0,04 $\pm$ 0,01	bal.
<b>Précipités – 430°C – 3 dpa</b>	49,1 $\pm$ 8,3	4,2 $\pm$ 1,0	0,06 $\pm$ 0,1	bal.
<b>Phase <math>\alpha</math> – 300°C – 3 dpa</b>	1,6 $\pm$ 0,25	6,9 $\pm$ 0,3	0,04 $\pm$ 0,01	bal.
<b>Précipités – 300°C – 3 dpa</b>	44,9 $\pm$ 8,7	4,7 $\pm$ 1,3	0,04 $\pm$ 0,16	bal.



#### 3.2.1.2.4. Synthèse sur l'influence de la température à une dose de 3 dpa

L'augmentation de la température à la dose de 3 dpa se traduit par une augmentation de la taille des précipités associée à une diminution de leur densité. A cela, il faut ajouter une modification morphologique en augmentant la température d'irradiation : les précipités sont sphériques à 300°C alors qu'ils ont des formes plus complexes (plaquettes) et sont orientés selon 3 couples de directions à 430°C. Les canaux observables à 430°C ne le sont pas à 300°C. Concernant la chimie des précipités, peu de modification est à mentionner. Ils sont riches en vanadium dès la température de 300°C.

### 3.2.2. Influence de la dose, du flux et du TTh préalable

Deux configurations sont à distinguer : la première concerne les lames TA6V irradiées à la dose de 0,6 dpa et 3 dpa (pas de TTh précédant l'irradiation) et la deuxième les lames TA6V maintenues en température pendant quelques heures avant d'être irradiées (doses de 0,6 dpa, 1,3 dpa et 2 dpa). La deuxième considération a été appliquée uniquement à la température de 430°C.

#### 3.2.2.1. *Boucles de dislocations de type <a>*

##### 3.2.2.1.1. Irradiations sans TTh préalable

A 300°C, les microstructures résultantes sont similaires quels que soient la dose et le flux imposés pendant l'irradiation (Figure III- 39 et Tableau III- 17) et contiennent une grande densité de très petites boucles. Il ne semble donc pas y avoir d'influence significative de la dose et du flux à 300°C.

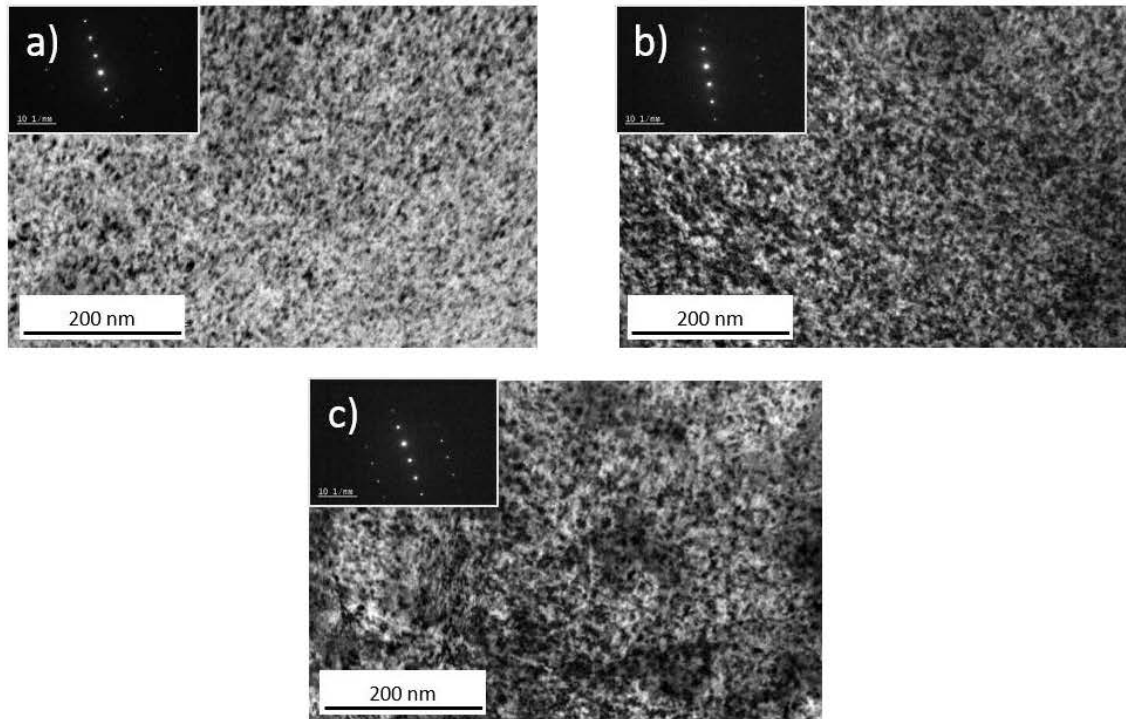


Figure III- 39. Boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observées dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\bar{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}210]$  dans l'alliage TA6V irradié à la température de  $300^\circ\text{C}$ , sans TTh préalable à la dose de : a) 3 dpa fort flux, b) 0,6 dpa fort flux et c) 0,6 dpa faible flux.

A plus haute température ( $430^\circ\text{C}$ ), deux microstructures différentes de type  $\langle a \rangle$  ont été observées :

- La première observée uniquement après une dose de 3 dpa (Figure III- 40a) est constituée d'une grande densité de petites boucles masquant tout autre défaut éventuel (dislocations).
- La deuxième, observée après une dose de 0,6 dpa (fort ou faible flux), est constituée de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dont la densité semble moins dense qu'après 3 dpa, et laissant entrevoir un réseau de dislocations enchevêtrées (Figure III- 40b et c).

La différence de densité et de taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  est cependant modeste entre les trois conditions d'irradiation à  $430^\circ\text{C}$  sans TTh préalable et n'a pas pu être mise en évidence par les comptages (Tableau III- 17).

Ainsi, au même titre que la température, la dose et le flux semblent peu influencer sur la taille et la densité des défauts de type  $\langle a \rangle$  dans l'alliage TA6V.

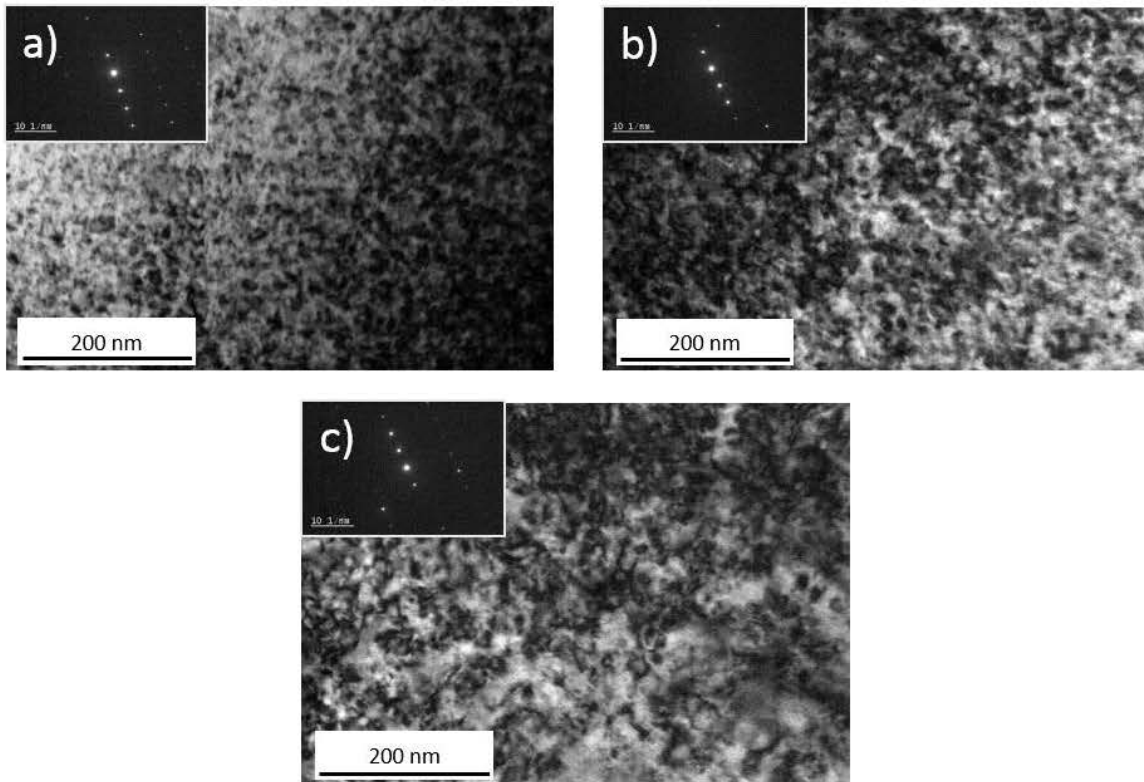


Figure III- 40. Boucles de dislocations de type <a> observées dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\bar{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}210]$  dans l’alliage TA6V irradié à la température de 430°C, sans TTh préalable à la dose de : a) 3 dpa fort flux, b) 0,6 dpa fort flux et c) 0,6 dpa faible flux.

Tableau III- 17. Densité et diamètre équivalent moyen des boucles de dislocations de type <a> dans l’alliage de titane TA6V irradié à 300°C et 430°C.

Condition d’irradiation	Densité de boucles (boucles.m <sup>-3</sup> )	Diamètre équivalent moyen (nm)
3 dpa 300°C fort flux	2,4 + 1,6x10 <sup>22</sup>	7 – 2
0,6 dpa 300°C fort flux	2,3 + 0,3x10 <sup>22</sup>	7 – 2
0,6 dpa 300°C faible flux	1,7 ± 1,1x10 <sup>22</sup>	7 = 2
3 dpa 430°C fort flux	1,0 ± 0,3x10 <sup>22</sup>	8 = 2
0,6 dpa 430°C fort flux	1,0 ± 0,3x10 <sup>22</sup>	9 – 3
0,6 dpa 430°C faible flux	0,6 ± 0,2x10 <sup>22</sup>	10 ± 2

### 3.2.2.1.2. Irradiations avec TTh préalable

La Figure III- 41 compare les microstructures résultantes des irradiations avec et sans maintien isotherme préalable à 430°C, fort flux. Nous avons également déterminé la densité et le diamètre équivalent moyen des boucles de dislocations de type <a> dans la phase  $\alpha$

pour chaque condition d'irradiation (Tableau III- 18). Nous pouvons constater un impact notable du maintien isotherme préalable sur l'état microstructural.

En effet, lorsque l'irradiation à 430°C fort flux n'est pas précédée d'un TTh, les boucles de dislocations de type <a> sont déjà présentes dès 0,6 dpa avec une densité proche de celle du 3 dpa (Figure III- 41c et g), alors qu'elles n'apparaissent qu'à une dose de 2 dpa lorsqu'un TTh préalable est appliqué (Figure III- 41f). La densité de boucles de dislocations de type <a> ainsi que leur taille après irradiation à la dose de 2 dpa fort flux à 430°C avec TTh préalable sont similaires à celles après irradiation à 0,6 dpa fort flux à 430°C sans TTh préalable (Tableau III- 18).

La microstructure de type <a> obtenue après irradiation à la dose de 0,6 dpa et 1,3 dpa fort flux précédé d'un TTh à 430°C (Figure III- 41d et e) est similaire à celle de l'état non irradié (avec ou sans TTh) avec les dislocations <a> et des empilements de dislocations observés avant irradiation (Figure III- 41a et b). La densité de dislocations est de l'ordre de  $3.10^{13}$  dislocations.m<sup>-2</sup> pour ces deux états irradiés et est comparable à celle de l'état brut de réception traité thermiquement à 450°C pendant 6h.

En conclusion, le TTh semble retarder la formation des boucles de dislocations de type <a>, mais sans occasionner en apparence de restauration de la microstructure.

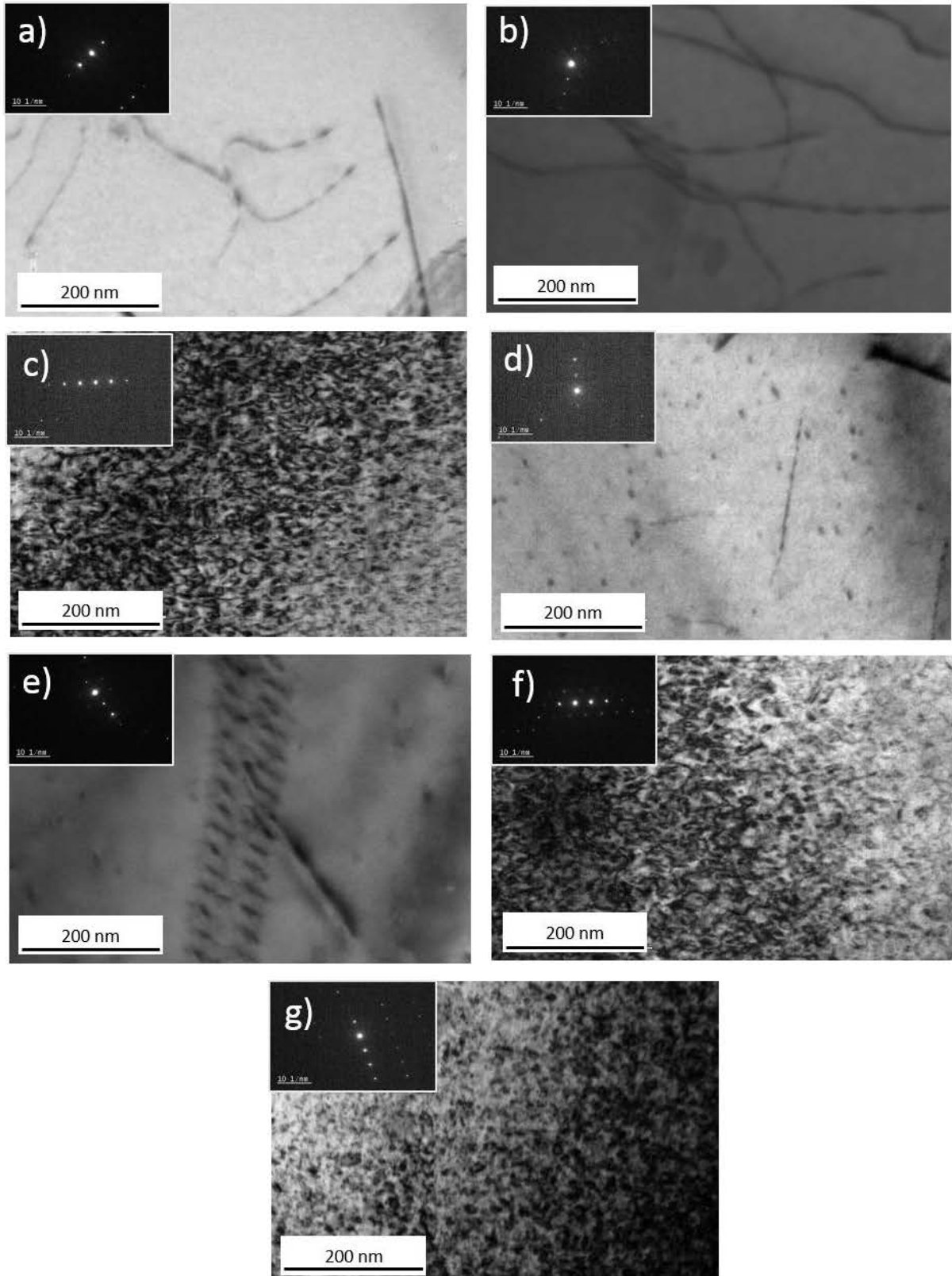


Figure III- 41. Microstructures de type <a> observées dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}213]$  dans l'alliage TA6V : a) non irradié, non maintenu en température, b) non irradié, maintenu pendant 6h à 450°C et irradié à 430°C, fort flux, à la dose de c) 0,6 dpa, sans TTh préalable, d) 0,6 dpa, e) 1,3 dpa et f) 2 dpa, avec TTh précédant l'irradiation, 6h au total et g) 3 dpa, sans TTh précédant l'irradiation.

Tableau III- 18. Densité et diamètre équivalent moyen des boucles de dislocations de type <a> dans l'alliage de titane TA6V irradié à 430°C.

	Condition d'irradiation	Densité de boucles (boucles.m <sup>-3</sup> )	Diamètre équivalent moyen (nm)
Sans TTh précédant l'irradiation	3 dpa 430°C fort flux	1,0 ± 0,3x10 <sup>22</sup>	8 ± 2
	0,6 dpa 430°C fort flux	1,0 ± 0,3x10 <sup>22</sup>	9 ± 3
Avec TTh précédant l'irradiation	2 dpa 430°C fort flux	1,3 ± 0,2x10 <sup>22</sup>	9 ± 3
	1,3 dpa 430°C fort flux	0	-
	0,6 dpa 430°C fort flux	0	-

### 3.2.2.2. Précipitation et ségrégation à 430°C

Dans cette partie, nous traitons uniquement de l'effet de la dose, du flux et du TTh à la température d'irradiation de 430°C. En effet, les conditions d'observation au MET n'ont pas permis de mettre en évidence clairement l'état de précipitation lorsque les irradiations sont réalisées à 300°C et ce quelles que soient les conditions d'irradiation. Par ailleurs, il est à noter que les analyses SAT n'ont pas été réalisées à la dose de 0,6 dpa fort et faible flux, à cette température de 300°C.

#### 3.2.2.2.1. Irradiations sans TTh préalable

La Figure III- 42 compare les microstructures observées au MET dans la phase  $\alpha$  après une dose de 0,6 dpa fort et faible flux et une dose de 3 dpa fort flux. Nous pouvons clairement noter la présence de précipités sous forme de petites plaquettes alignés quels que soient la dose et le flux considérés.



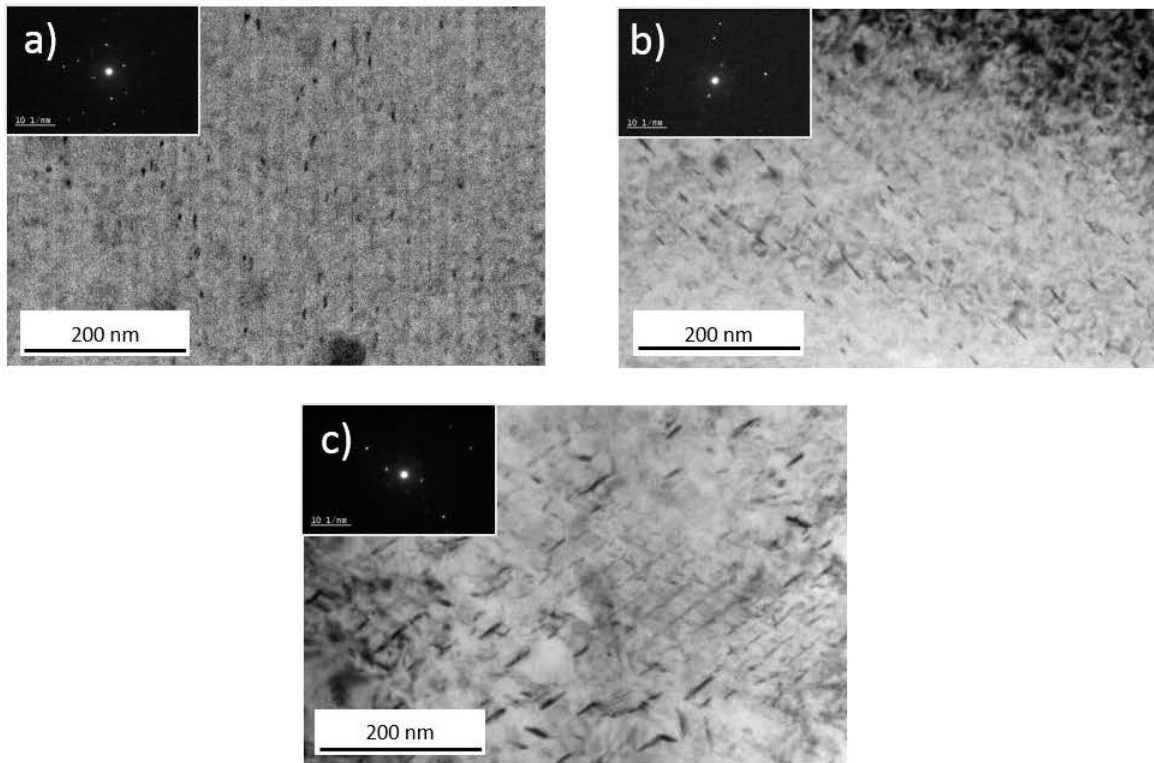


Figure III- 42. Précipités observés dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}10$  et proche de  $B = [1\text{-}213]$  dans l'alliage TA6V irradié (pas de TTh précédant l'irradiation) à 430°C : a) 3 dpa fort flux, b) 0,6 dpa fort flux et c) 0,6 dpa faible flux.

#### Influence de la dose d'irradiation

En s'appuyant sur les exploitations des mesures SAT portées sur la Figure III- 43 et dans le Tableau III- 19 et sur celles faites par analyse d'image au MET portées sur la Figure III- 44, nous confirmons les analyses au MET puisque nous ne notons pas d'évolution significative de la densité, de la longueur des précipités et de la distribution de longueur des précipités, avec la dose. Un large panel de morphologie des précipités a été identifié ainsi que la présence de canaux en vanadium entre les précipités (Figure III- 45) quelle que soit la dose.

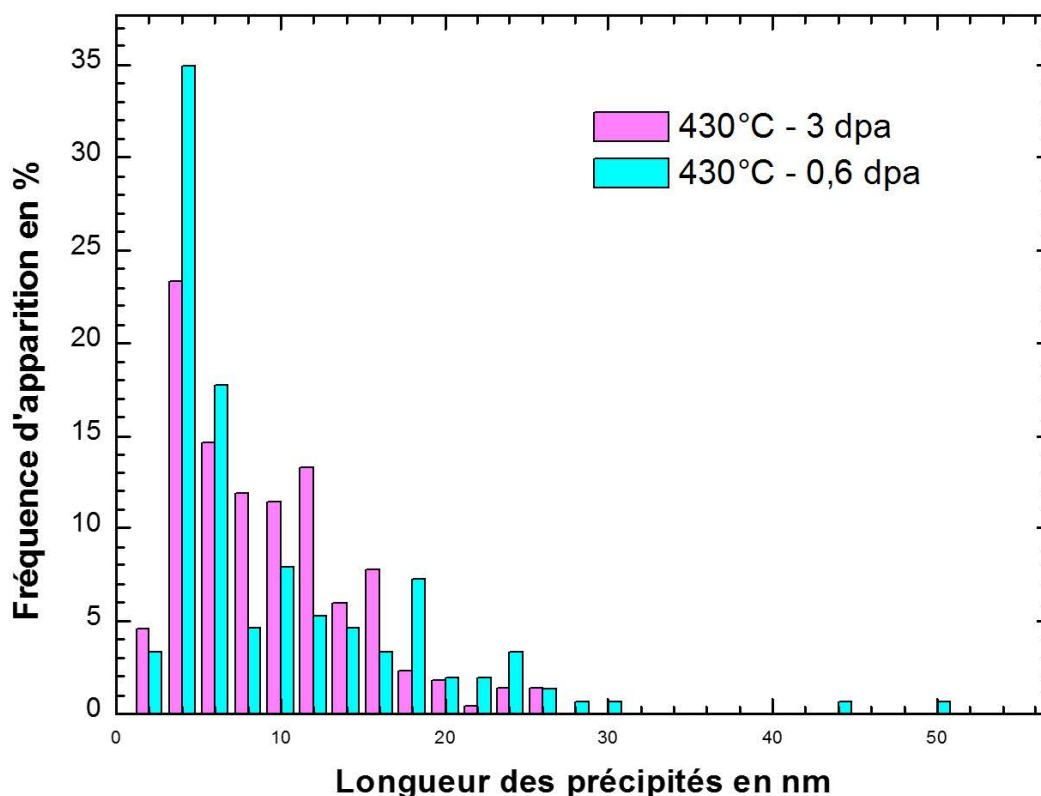


Figure III- 43. Evolution de la distribution de précipités obtenue par analyses SAT dans l'alliage TA6V irradié aux doses de 3 dpa et 0,6 dpa, fort flux, à la température de 430°C.

Tableau III- 19. Caractéristiques des précipités (longueur et densité) dans l'alliage TA6V irradié à 430°C fort flux (3 dpa et 0,6 dpa, sans TTh précédant l'irradiation) et faible flux (0,6 dpa). Tous les résultats sont issus des observations MET. Dans le cas de l'irradié 0,6 dpa et 3 dpa 430°C fort flux, les résultats provenant des analyses SAT sont aussi fournis.

Condition d'irradiation	Longueur des précipités (nm)	Densité de précipités ( $10^{21}$ précipités.m <sup>-3</sup> )
430°C 3 dpa fort flux		7,0 ± 2,2 (MET)
	10,2 ± 5,3 (SAT)	178 ± 17 (SAT)
430°C 0,6 dpa fort flux		5,95 ± 2,44 (MET)
	16 ± 7 (MET) 10,7 ± 8,0 (SAT)	126 ± 15 (SAT)
430°C 0,6 dpa faible flux	24 ± 12	1,50 ± 1,87

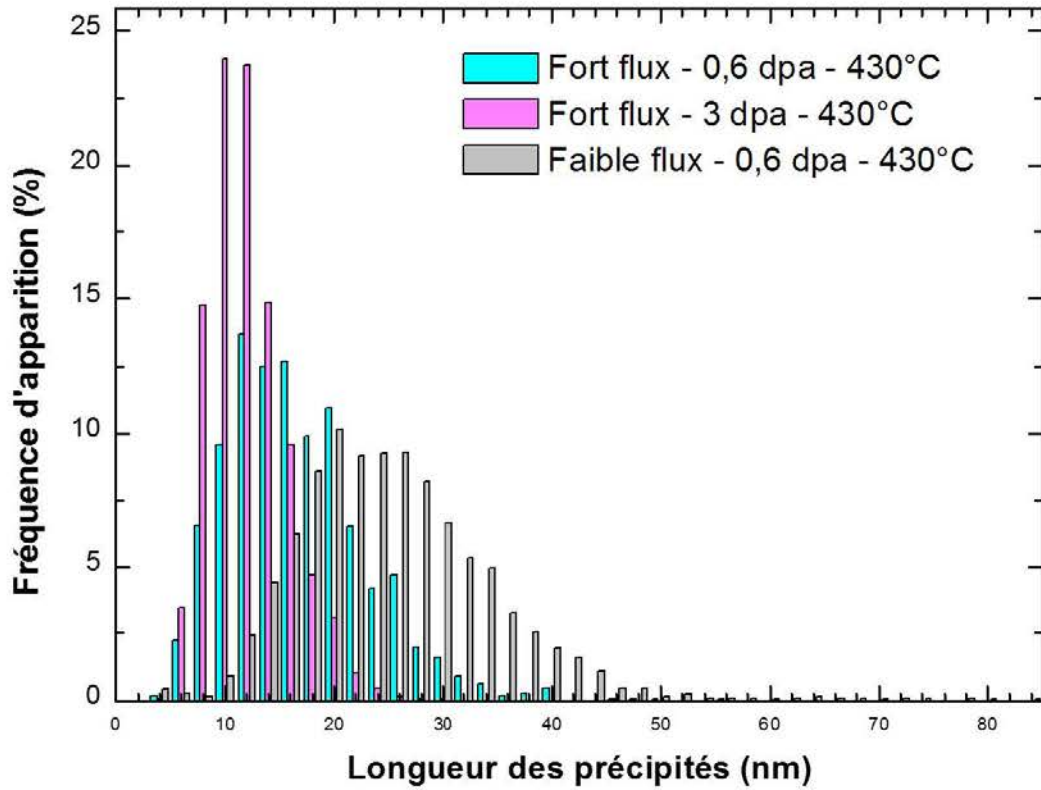


Figure III- 44. Evolution de la distribution de précipités obtenue par analyses d’images MET dans l’alliage TA6V irradié à la température de 430°C fort flux (0,6 dpa et 3 dpa) sans TTh préalable et à 430°C faible flux (0,6 dpa).

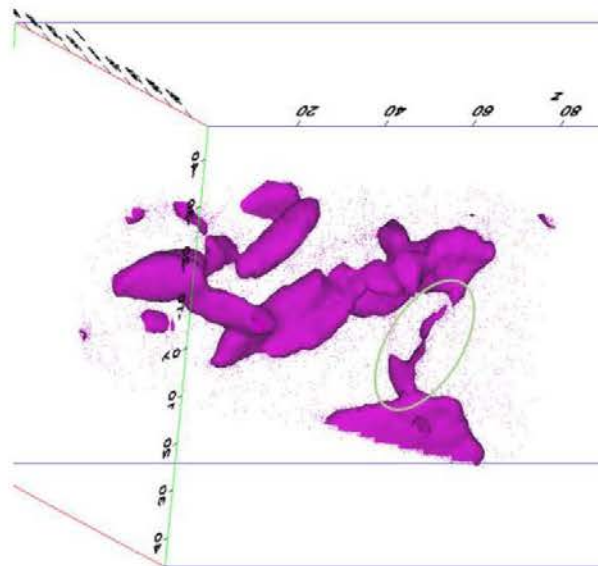


Figure III- 45. Exemple de canal entre précipités, obtenu après reconstruction des pointes SAT, dans l’alliage TA6V irradié à 0,6 dpa 430°C fort flux.

Pour ce qui est de la chimie, la teneur en vanadium dans les précipités est comparable quelle que soit la dose d'irradiation (0,6 dpa et 3 dpa, fort flux), et est à hauteur de 49 mass.%. La teneur en vanadium dans la phase  $\alpha$  parente est d'environ 1,2 mass.% (Tableau III- 20). Les canaux reliant les précipités sont moins riches en vanadium que les précipités : une isosurface en vanadium égale à 12 % atomique (environ 13% massique) étant suffisante pour les faire apparaître, contre 15% atomique (environ 17% massique) pour les précipités.

**Tableau III- 20. Composition chimique de la phase  $\alpha$  et des précipités dans l'alliage TA6V irradié à 3 dpa et 0,6 dpa, à 430°C. Résultats issus des analyses SAT.**

% massique	V	Al	Fe	Ti
<b>Phase <math>\alpha</math> – 430°C – 3 dpa</b>	1,1 $\pm$ 0,26	6,9 $\pm$ 0,38	0,04 $\pm$ 0,01	bal.
<b>Précipités – 430°C – 3 dpa</b>	49,1 $\pm$ 8,3	4,2 $\pm$ 1,0	0,06 $\pm$ 0,1	bal.
<b>Phase <math>\alpha</math> – 430°C – 0,6 dpa</b>	0,87 $\pm$ 0,03	7,0 $\pm$ 0,33	0,04 $\pm$ 0,01	bal.
<b>Précipités – 430°C – 0,6 dpa</b>	49,4 $\pm$ 8,0	4,3 $\pm$ 0,09	0,09 $\pm$ 0,16	bal.

Ainsi, une augmentation de la dose entre 0,6 dpa et 3 dpa à fort flux, à la température de 430°C ne semble pas influencer sur les précipités apparaissant sous irradiation aussi bien en termes de densité, que de distribution de taille et de composition chimique.

#### **Influence du flux d'irradiation**

Etant donné qu'aucune mesure SAT n'a pu être faite à flux différent, nous avons comparé les données obtenues par analyse d'image au MET. Ainsi, nous montrons clairement un effet du flux sur l'état de précipitation. La distribution en longueur des précipités est décalée vers les grandes longueurs et la disparité en longueur semble plus importante lorsque le flux diminue (Figure III- 44). Dans le cas du faible flux, les précipités sont quatre fois moins nombreux que lors d'une irradiation à fort flux (Tableau III- 19).

#### 3.2.2.2.2. Irradiations avec TTh préalable

#### **Distribution en taille et densité**

A 0,6 dpa (irradiation avec TTh la précédant pendant 2h40), nous avons observé la présence de précipités (Figure III- 46b) plus petits et moins nombreux que dans l'alliage TA6V irradié à 0,6 dpa, sans TTh précédant l'irradiation (Tableau III- 21 et Figure III- 46a). La présence d'un TTh a donc une influence sur la taille et la densité des précipités observés. Avec l'augmentation de la dose (0,6 dpa  $\rightarrow$  1,3 dpa : TTh de 2h précédant l'irradiation  $\rightarrow$  2 dpa : TTh de 1h précédant l'irradiation), la taille des précipités et leur densité augmentent comme montré sur les micrographies b à d de la Figure III- 46 prises sur des zones d'épaisseur similaire. Les précipités, de morphologie en grande majorité sphérique pour une dose de 0,6 dpa, évoluent progressivement vers une morphologie aiguillée lorsque la dose augmente. La morphologie est probablement en lien avec la nature de l'interface. En effet, à

0,6 et 1,3 dpa, les précipités sont observés avec un contraste en grain de café (Figure III- 47). Ce contraste de déformation est typique d'une interface cohérente ou semi-cohérente. A 2 dpa, nous n'avons pas observé ce contraste de déformation au même titre que les lames irradiées n'ayant pas subi de TTh (Figure III- 42).

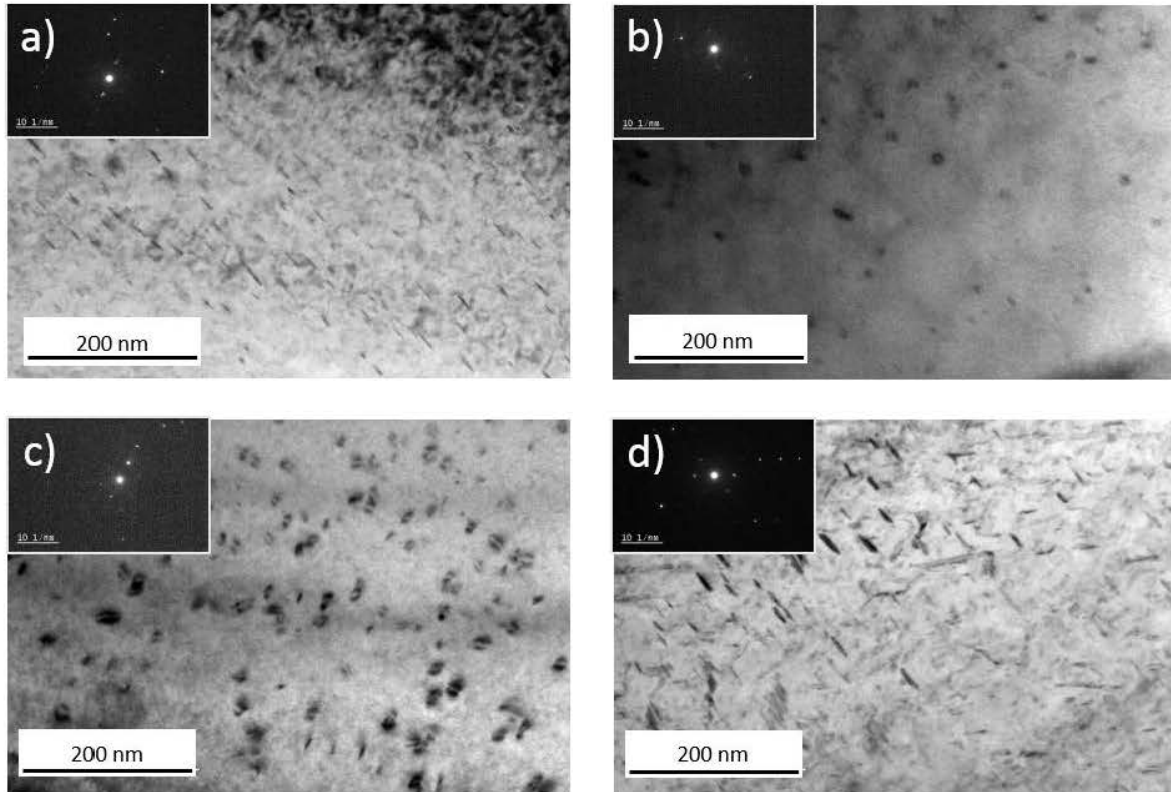


Figure III- 46. Observations de précipités dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}11$  (ou  $10\text{-}10$ ), et proche de  $B = [1\text{-}213]$  dans l'alliage TA6V irradié à  $430^\circ\text{C}$ , fort flux à la dose de : a) 0,6 dpa sans TTh précédant l'irradiation et b) 0,6 dpa, c) 1,3 dpa et d) 2 dpa, avec TTh précédant l'irradiation (6h au total).

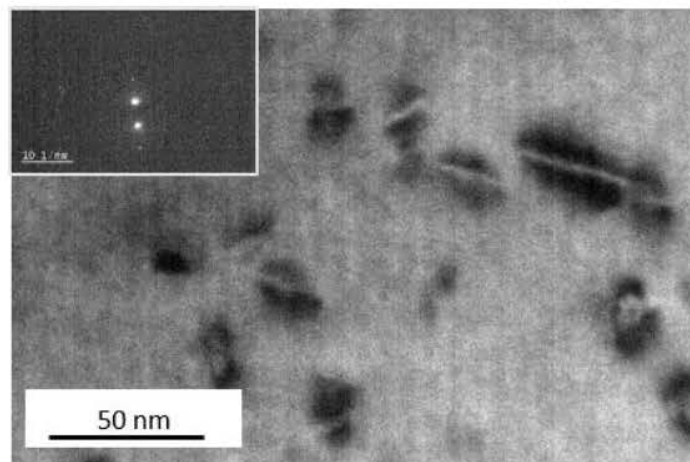


Figure III- 47. Contraste de grains de café observés dans la phase  $\alpha$  au MET avec un  $\vec{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}213]$  pour les précipités présents dans l'alliage TA6V irradié (avec TTh précédant l'irradiation, 6h au total) à  $430^\circ\text{C}$ , fort flux, à la dose de 1,3 dpa.

Le Tableau III- 21 et la Figure III- 48 reportent respectivement l'évolution de la taille et de la densité et l'évolution de la distribution en longueur des précipités en fonction de la dose. Ainsi, la taille des précipités évolue avec la dose et se traduit par une augmentation et une plus grande disparité en taille lorsque la dose augmente. La densité de précipités augmente également avec la dose malgré une valeur équivalente à 0,6 dpa et 1,3 dpa. Ceci est probablement dû à la forme sphérique des précipités à 0,6 dpa qui conduit à compter plusieurs variants d'orientation morphologique. La présence d'un TTh précédant l'irradiation affecte également fortement la densité de précipités (5 fois moins de précipités que lors d'une irradiation sans TTh, pour le 0,6 dpa).

**Tableau III- 21. Taille et densité de précipités dans l'alliage TA6V irradié à 430°C fort flux aux doses de 0,6 dpa, 1,3 dpa, 2 dpa avec TTh précédant l'irradiation. Tous les résultats sont obtenus par analyse d'image au MET, après observation avec un  $\vec{g} = 10\cdot 11$  (ou 10-10) et proche de  $B = [1\cdot 213]$ .**

	Taille de précipités (nm)	Densité de précipités ( $10^{21}$ précipités.m <sup>-3</sup> )
430°C 0,6 dpa fort flux (sans TTh précédant l'irradiation)	16 ± 7	5,95 ± 2,44
430°C 0,6 dpa fort flux (avec 2h40 de TTh précédant l'irradiation)	10 ± 4	0,93 ± 0,58
430°C 1,3 dpa fort flux (avec 2h de TTh précédant l'irradiation)	15,5 ± 6	0,53 ± 0,43
430°C 2 dpa fort flux (avec 1h de TTh précédant l'irradiation)	19 ± 7	3,03 ± 1,44



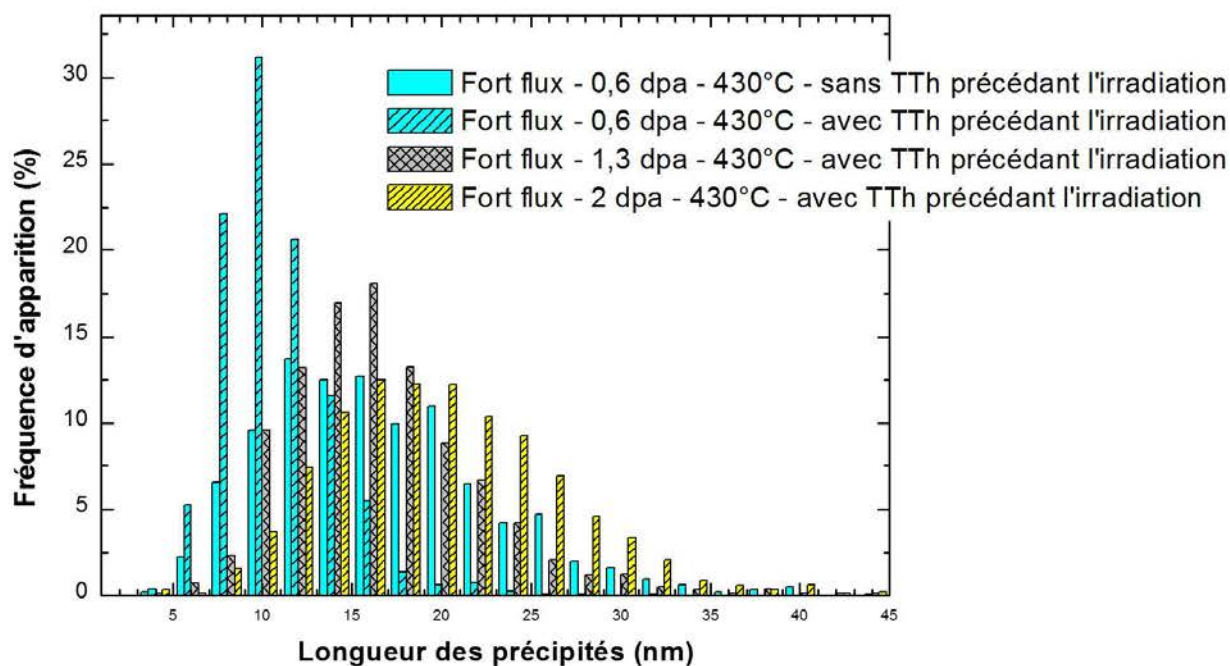


Figure III- 48. Evolution de la distribution de précipités obtenues par analyse d'image au MET, dans l'alliage TA6V irradié à la température de 430°C fort flux, sans TTh précédant l'irradiation à la dose de 0,6 dpa et avec TTh précédant l'irradiation, à la dose de : 0,6 dpa, 1,3 dpa et 2 dpa.

Ainsi, contrairement aux irradiations sans TTh préalable, où aucun effet de la dose n'est à mentionner, les précipités dans les lames irradiées avec TTh préalable augmentent en taille et en densité avec la dose.

### Ségrégation aux puits

Les échantillons irradiés à la dose de 1,3 dpa, où les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  sont absentes, permettent de mieux discerner les dislocations d'origine d'une part, et d'autre part de montrer que les précipités sont distribués de façon relativement homogène dans la phase  $\alpha$ , mais aussi localisés le long des dislocations (Figure III- 49). La Figure III- 49c permet de montrer que les dislocations sont peu nombreuses dès 1,3 dpa et ont fait place à un alignement de précipités. A la dose de 2 dpa (Figure III- 50), l'absence de dislocations est plus remarquable. Nous pouvons constater que les précipités restent alignés le long des anciennes lignes de dislocations. Ces observations MET sont à mettre en relation avec les canaux de vanadium observés en SAT (Figure III- 45). Ce phénomène, qui est le signe d'une ségrégation de vanadium sur les dislocations, clairement observées lors d'irradiations précédées d'un TTh, est aussi probablement présent lors d'irradiations sans TTh (puisqu'elles sont observables dans le cas du faible flux).

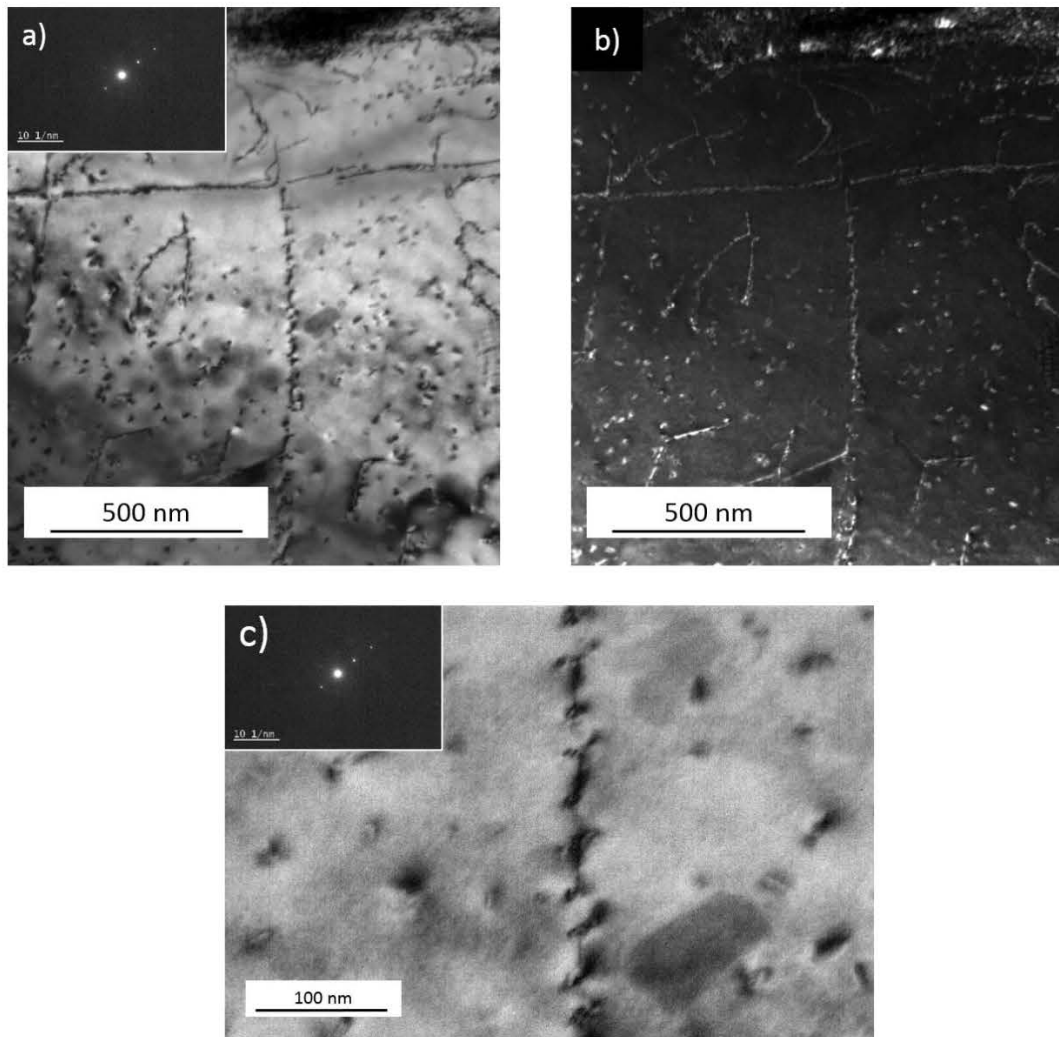


Figure III- 49. Précipités sur dislocations observés au MET avec un  $\bar{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}213]$  dans l'alliage TA6V irradié (avec TTh précédant l'irradiation, 6h au total) à 430°C fort flux à la dose de 1,3 dpa : a) image en champ clair et b) image en *weak beam* et c) image en champ clair à plus fort grandissement.

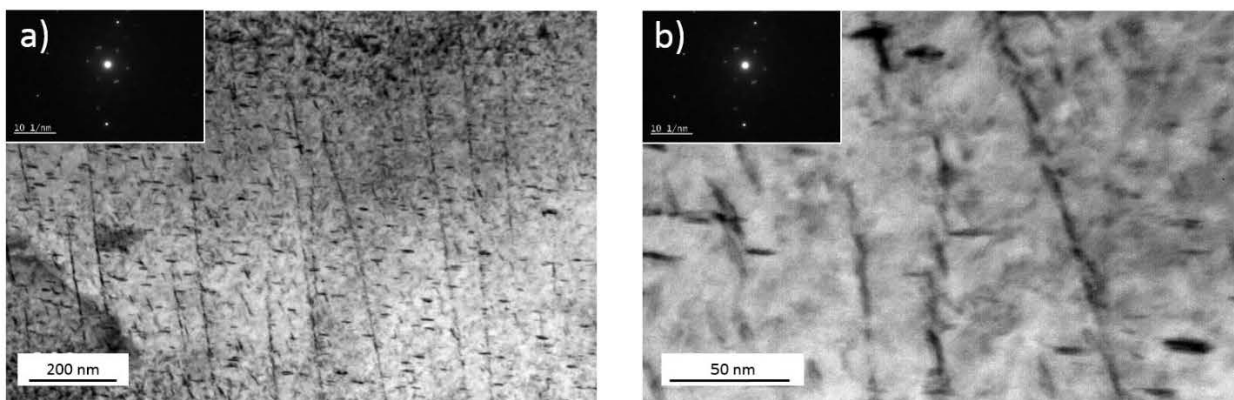


Figure III- 50. Observations de précipités au MET avec un  $\bar{g} = 10\text{-}11$  et proche de  $B = [1\text{-}213]$  dans l'alliage TA6V irradié (avec TTh précédant l'irradiation, 6h au total) à 430°C, fort flux, à la dose de 2 dpa à : a) faible grandissement et b) fort grandissement.

3.3. T40 vs TA6V

Dans cette partie, nous nous appuyons sur les observations MET des deux alliages pour mettre en exergue un éventuel effet des éléments solutés sur la microstructure d'irradiation. La comparaison s'appuiera sur les microstructures de dislocations et de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , points communs entre les alliages de titane T40 et TA6V irradiés.

Le premier point à mentionner est la présence de dislocations avec des densités comparables dans les deux alliages, à l'état brut de réception. Alors que la densité de dislocations reste comparable à celle obtenue à l'état de réception après maintien isotherme de 6h à 450°C dans l'alliage TA6V, elle diminue clairement dans l'alliage T40 (Tableau III-22).

**Tableau III- 22. Evolution de la densité de dislocations dans les alliages de titane T40 et TA6V à l'état de réception et après TTh 6h à 450°C.**

		Densité de dislocations (dislocations.m <sup>-2</sup> )
<b>T40</b>	Témoin, non irradié, sans TTh	$3,3 \pm 2,7 \times 10^{13}$
	TTh 6h 450°C, non irradié	$0,87 \pm 0,45 \times 10^{13}$
<b>TA6V</b>	Témoin, non irradié, sans TTh	$3,4 \pm 1,7 \times 10^{13}$
	TTh 6h 450°C, non irradié	$4,0 \pm 2,4 \times 10^{13}$

En ce qui concerne les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  à 300°C, nous n'avons pas observé d'évolution significative de la distribution en taille et de la densité avec la dose et le flux d'irradiation pour les deux alliages à l'exception d'une disparité en taille plus grande pour l'alliage T40 irradié (Figure III- 51).

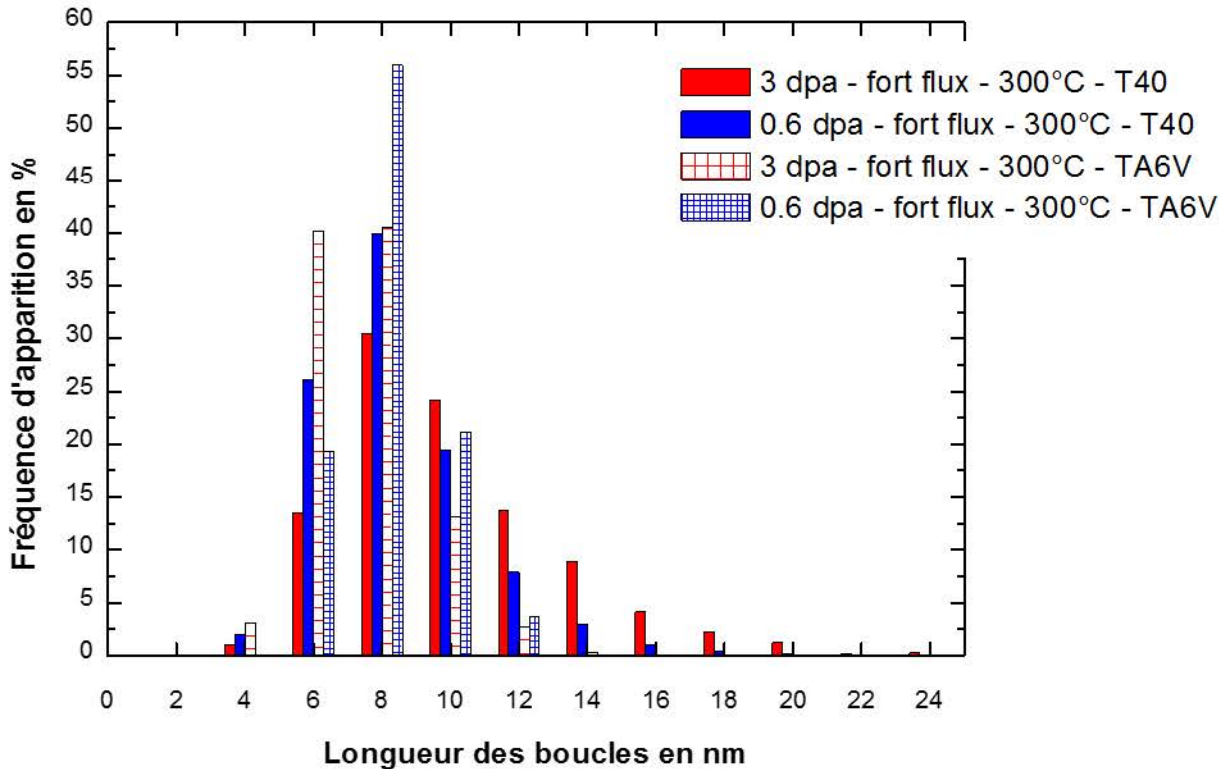


Figure III- 51. Evolution de la distribution des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans les alliages de titane T40 et TA6V irradiés à une température de 300°C.

Pour l'alliage de titane T40, l'augmentation de la température de 300 à 430°C, conduit à augmenter la taille, à diminuer la densité et à retarder l'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . En revanche, dans le cas de l'alliage TA6V, l'augmentation de la température n'a pas d'influence remarquable sur l'ensemble de ces grandeurs.

A la température de 430°C, la différence majeure entre les deux alliages de titane à la dose de 0,6 dpa réside dans l'absence dans l'alliage T40 des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et de leur présence dans l'alliage TA6V (Figure III- 52). L'augmentation de la dose a un effet notable sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans l'alliage de titane T40 puisqu'elles sont présentes à 3 dpa (absentes à 0,6 dpa). Pour l'alliage TA6V, aucun effet significatif ne semble se distinguer sur l'évolution des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  avec la dose (Figure III- 53).

De même, à la température de 430°C, la diminution du flux a un effet notable sur la taille, la densité et la dose seuil d'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  lorsqu'il s'agit de l'alliage T40, contrairement à l'alliage TA6V.

A l'inverse, un TTh préalable à l'irradiation n'affecte pas l'état microstructural de l'alliage T40 (à la dose de 0,6 dpa), alors que la microstructure de l'alliage TA6V est grandement affectée puisque les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  apparaissent à la dose de 0,6 dpa sans TTh préalable et à la dose de 2 dpa avec un TTh préalable.



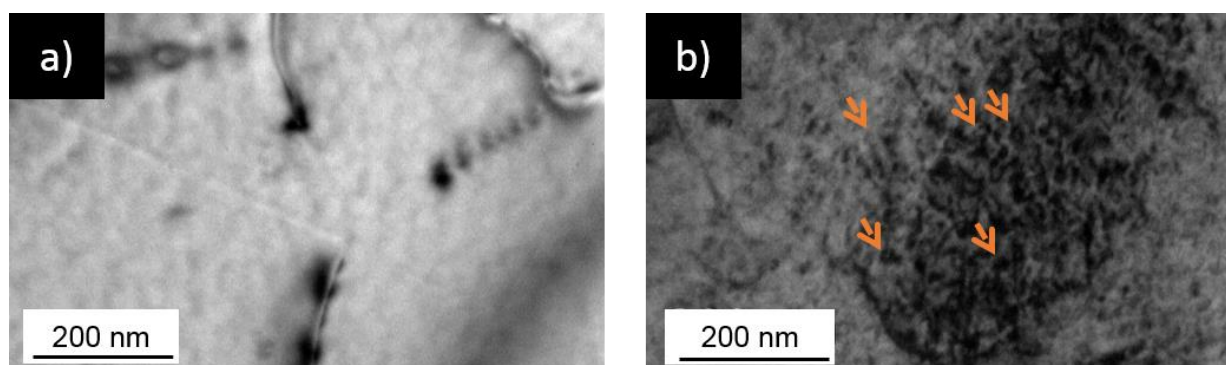


Figure III- 52. Microstructures obtenues au MET proche de  $B = [1-210]$  après irradiation à la dose de 0,6 dpa 430°C (sans TTh précédant l'irradiation) pour les alliages : a) T40 et b) TA6V.

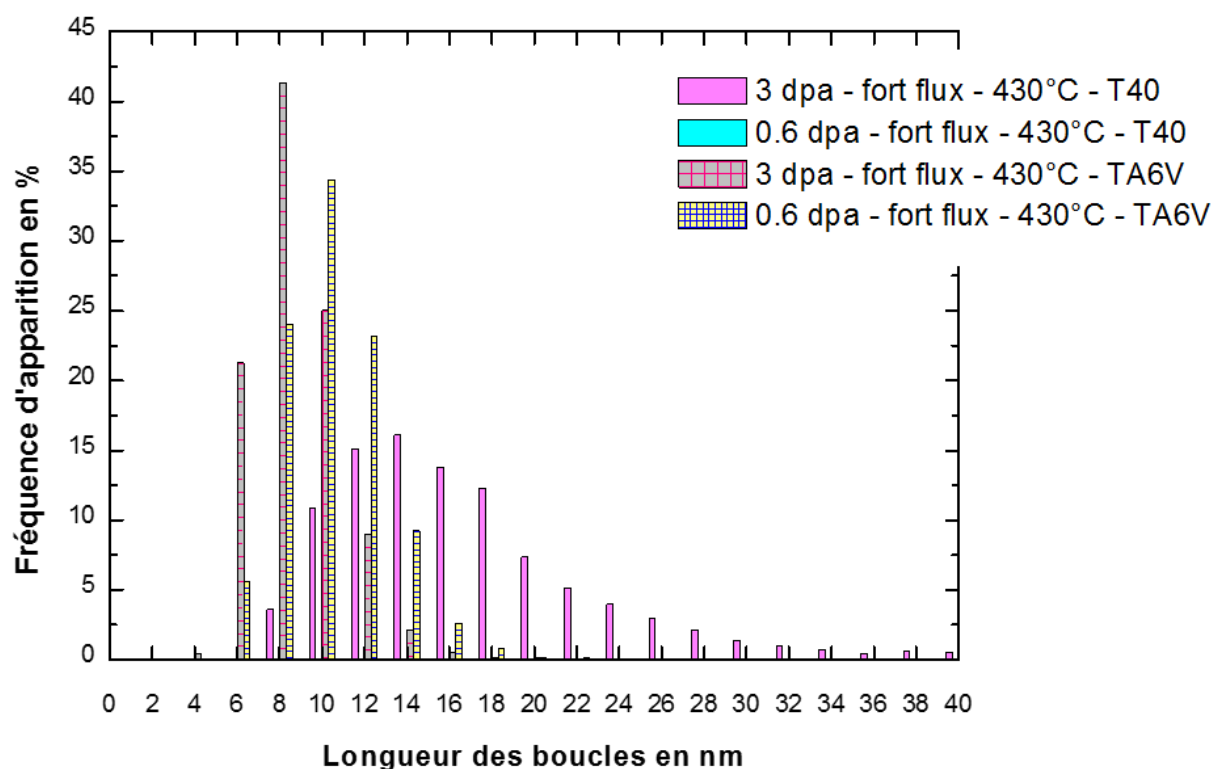


Figure III- 53. Evolution de la distribution des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans les alliages de titane T40 et TA6V irradiés à une température de 430°C.

#### 4. NANO-INDENTATION

##### 4.1. T40

Les distributions de la dureté obtenues après essais à une profondeur de 150 nm pour les différents états irradiés à 430°C et témoin et/ou maintenu en température à 450°C de l'alliage T40 sont données en Figure III- 54. Aucun décalage clair de la distribution n'est mis en évidence avec la dose d'irradiation.

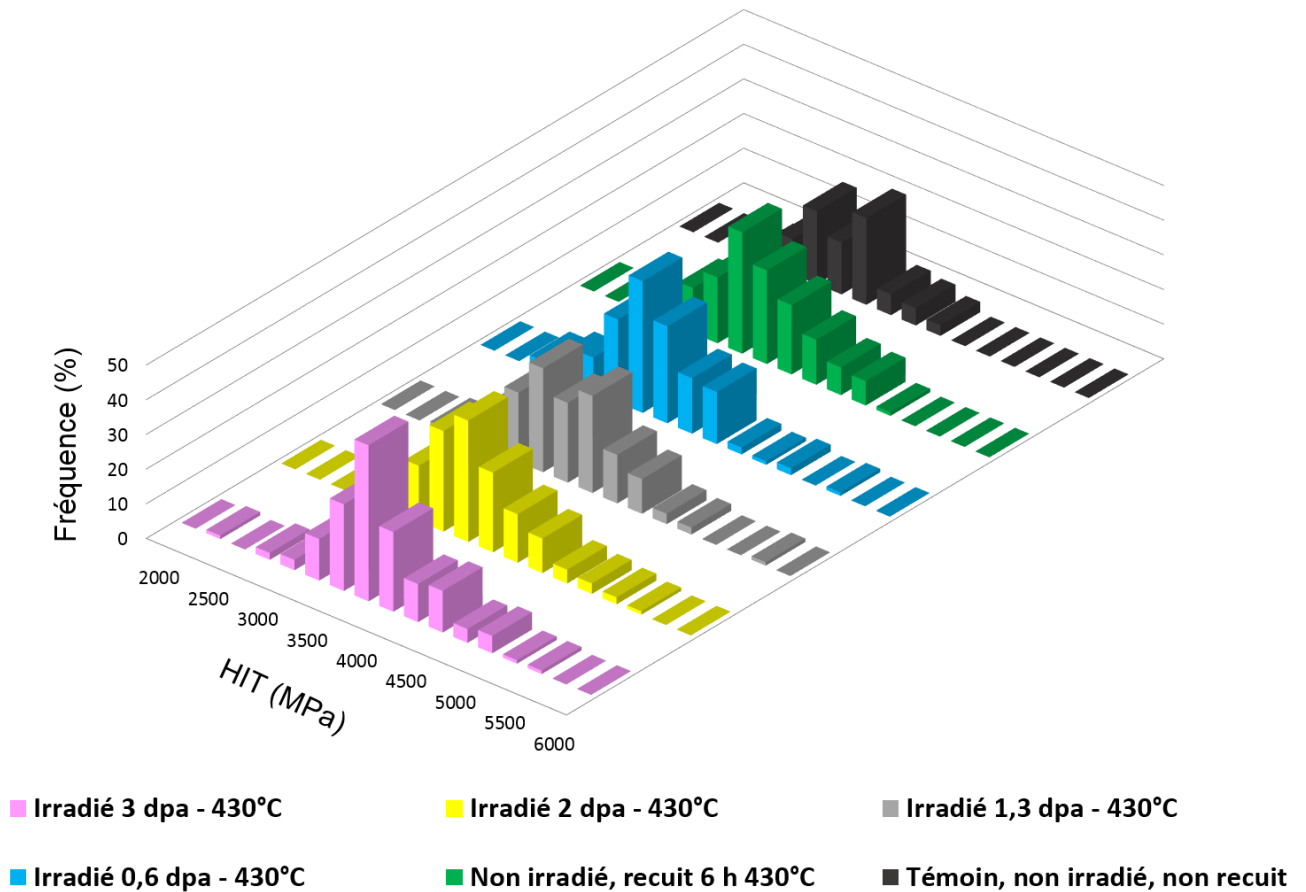


Figure III- 54. Evolution de la distribution de la dureté de pénétration (HIT), obtenue après essais de nano-indentation, dans l'alliage T40 en fonction de la dose d'irradiation. Comparaison avec les états témoin et non irradié, maintenu en température 6h.

#### 4.2. TA6V

Les distributions de la dureté obtenues après essais à une profondeur de 150 nm pour les différents états irradiés à 430°C et témoin et/ou maintenu en température 6h à 450°C de l'alliage TA6V sont données en Figure III- 55. Un décalage de la distribution vers les valeurs de dureté plus faibles est à noter entre l'alliage TA6V à l'état de réception (témoin, non irradié, non maintenu en température) et le non irradié, maintenu pendant 6h à 450°C. On note en plus le passage d'une distribution bimodale (état témoin) à une distribution monomodale (traité thermiquement 6h). Il y a adoucissement du matériau avec le TTh. Sous irradiation, on remarque un décalage de la distribution dès 0,6 dpa, qui devient plus notable à partir de la dose de 1,3 dpa. Les distributions obtenues pour les doses de 1,3 dpa, 2 dpa et 3 dpa sont quant à elles comparables.

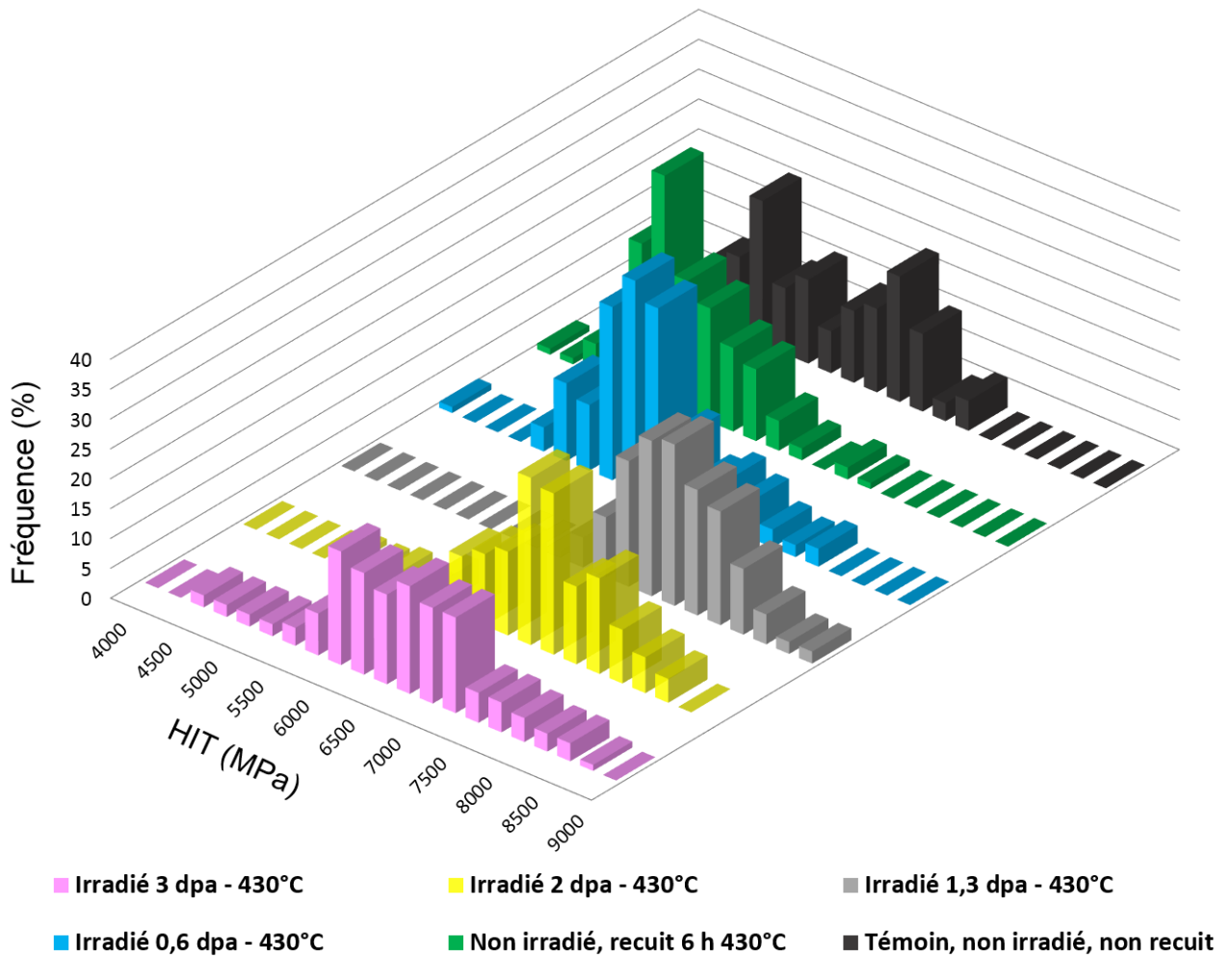


Figure III- 55. Evolution de la distribution de la dureté de pénétration (HIT), obtenue après essais de nano-indentation, dans l'alliage TA6V en fonction de la dose d'irradiation. Comparaison avec les états témoin et non irradié, maintenu en température 6h.

#### 4.3. T40 vs TA6V

La Figure III- 56 donne l'évolution du rapport des duretés irradié/non irradié pour les deux nuances de titane étudiées : T40 et TA6V en fonction de la dose d'irradiation. Alors que l'alliage T40 ne semble pas présenter d'évolution de dureté avec la dose d'irradiation, l'alliage TA6V présente un durcissement non négligeable dès la dose de 1,3 dpa.



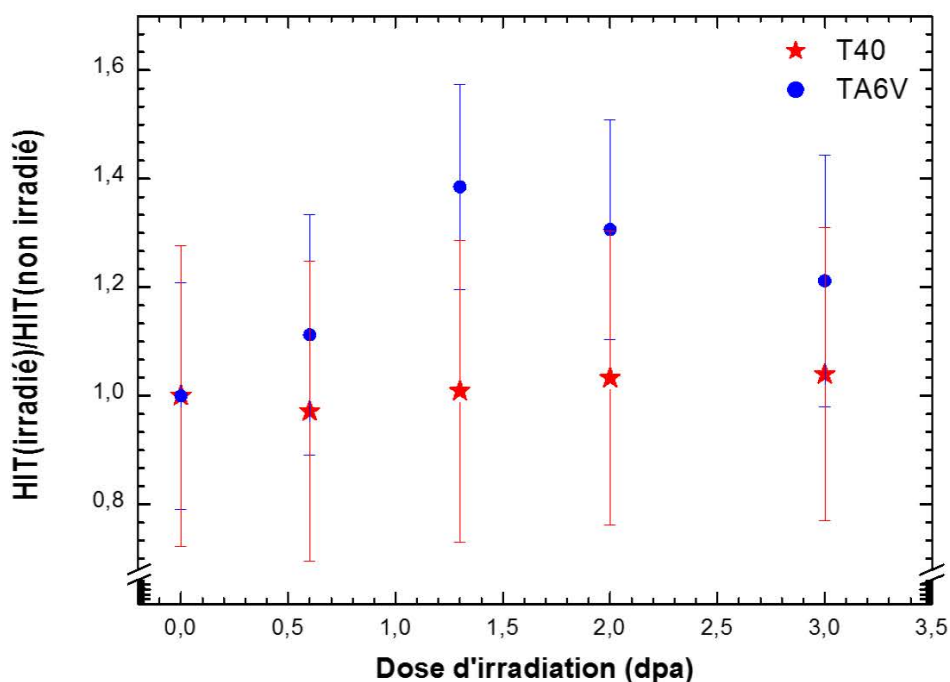


Figure III- 56. Evolution du rapport des duretés (HIT) irradié/non irradié en fonction de la dose d'irradiation, obtenue après essais de nano-indentation.

## 5. BILAN

Les travaux de thèse ont permis de mettre en évidence la présence de différents types de défauts microstructuraux. En plus des dislocations et boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  observées dans les deux alliages de titane, des boucles à composante  $\langle c \rangle$  complètent la microstructure de l'alliage T40 et des précipités celle de l'alliage TA6V.

Un effet « matériau » a été mis en exergue sur l'influence des différents paramètres d'irradiation étudiés (température, dose, flux et TTh préalable à l'irradiation) :

- Effet de la température à la dose de 3 dpa : Alors que l'augmentation de la température ( $300^{\circ}\text{C} \rightarrow 430^{\circ}\text{C}$ ) a pour conséquence d'augmenter la taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et de diminuer leur densité, dans l'alliage T40, la température d'irradiation semble avoir une influence assez limitée dans le cas de l'alliage TA6V. Concernant les défauts spécifiques à chacun des alliages étudiés, l'augmentation de la température d'irradiation a pour conséquence de dé-fauter les boucles à composante  $\langle c \rangle$  et d'augmenter le nombre de marches. Pour l'alliage TA6V, l'augmentation de la température se traduit par une augmentation de la taille des précipités associée à une diminution de leur densité. A cela, il faut ajouter un changement de morphologie en augmentant la température d'irradiation (précipités sphériques à  $300^{\circ}\text{C}$  et de formes plus complexes (plaquettes) à  $430^{\circ}\text{C}$ ). Leur chimie, n'est, quant à elle, que peu impactée par la température. Ils sont riches en vanadium dès la température de  $300^{\circ}\text{C}$ .
- Effet de la dose et du flux : Pour l'alliage T40, à  $300^{\circ}\text{C}$ , nous n'avons pas noté d'influence significative de la dose et du flux sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et les boucles à composante  $\langle c \rangle$ . Les défauts apparaissent dès 0,6 dpa. A  $430^{\circ}\text{C}$ ,

les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  apparaissent au-delà d'une dose seuil supérieure à 0,6 dpa. Un effet important du flux est également à noter à cette température de 430°C : la dose seuil d'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  est diminuée dans le cas du faible flux. De plus, l'influence de la température semble être plus marquée à faible flux qu'à fort flux. Les boucles à composante  $\langle c \rangle$ , quant à elles, semblent présenter une évolution avec la dose (à minima augmentation en taille) et le flux (diminution de la taille). Pour l'alliage TA6V, la dose et le flux ont un effet limité sur les défauts de type  $\langle a \rangle$  aux températures de 300°C et 430°C. Concernant les précipités, pour des doses comprises entre 0,6 dpa et 3 dpa à fort flux et à 430°C, les grandeurs microstructurales et la composition chimique n'évoluent pas de manière notable. En revanche, la diminution du flux semble conduire à une augmentation de la taille des précipités et une diminution de leur densité. Les analyses SAT n'ayant pas été réalisées pour l'échantillon irradié à faible flux, nous ne sommes pas en mesure de donner une influence du flux sur la chimie des précipités et de la phase  $\alpha$  parente.

- Effet du TTh préalable à l'irradiation : Alors que, pour l'alliage T40, la présence d'un TTh précédant l'irradiation ne semble pas avoir un effet marqué sur l'évolution en taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , il n'en est pas de même pour l'alliage TA6V, pour lequel le TTh semble retarder la formation des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  à 430°C. Concernant les précipités observés dans l'alliage TA6V, contrairement aux irradiations sans TTh préalable, où aucun effet de la dose n'est à mentionner, les précipités dans les échantillons irradiés avec TTh préalable augmentent en taille et en densité avec la dose. La présence d'un TTh précédant l'irradiation affecte également fortement la densité de précipités.

En ce qui concerne, l'évolution de la dureté sous irradiation, l'irradiation ne semble pas avoir de conséquences notables pour l'alliage T40 alors qu'une augmentation significative de la dureté est à noter pour l'alliage TA6V.

---

## Chapitre IV – Discussions

---

1. BOUCLES DE DISLOCATIONS DE TYPE <A> - T40 ET TA6V .....	152
1.1. Influence de la température à la dose de 3 dpa.....	152
1.1.1. T40.....	152
1.1.2. TA6V .....	154
1.2. Influence de la dose, du flux et du TTh préalable .....	154
1.2.1. T40.....	154
1.2.1.1. A 300°C .....	154
1.2.1.2. A 430°C .....	155
1.2.1.2.1. Influence de la dose .....	155
1.2.1.2.2. Influence du flux .....	156
1.2.2. TA6V .....	156
1.2.2.1. A 300°C.....	156
1.2.2.2. A 430°C, sans TTh préalable à l'irradiation.....	156
1.2.2.3. A 430°C, avec TTh préalable à l'irradiation.....	157
2. BOUCLES A COMPOSANTE <C> - T40.....	157
2.1. Comparaison avec la littérature .....	157
2.2. Influence de la température à la dose de 3 dpa.....	158
2.3. Influence de la dose et du flux, avec et sans TTh .....	159
2.3.1. A 300°C .....	159
2.3.2. A 430°C .....	160
3. PRECIPITES – TA6V.....	160
3.1. Mécanismes de formation des précipités .....	160
3.1.1. Proposition d'un mécanisme.....	160
3.1.2. Aspects thermodynamiques.....	163
3.1.3. Bilan.....	164
3.2. Influence de la température sur l'état de précipitation.....	164
3.3. Influence de la dose d'irradiation.....	165
3.4. Influence du flux d'irradiation.....	165
3.5. Influence du TTh préalable à l'irradiation, à 430°C, fort flux .....	166
4. INFLUENCE DE LA DOSE, A 430°C, D'UN POINT DE VUE MECANIQUE – ESSAIS DE NANO-INDENTATION – T40 ET TA6V .....	166
4.1. Justification du choix de la profondeur d'indentation : 150 nm vs 300 nm.....	166
4.2. T40.....	167
4.2.1. Evaluation du durcissement .....	167
4.2.1.1. 1 <sup>me</sup> approche : formalisme simplifié à partir des valeurs de duretés (HV <sub>30</sub> et HVIT) .....	167
4.2.1.2. 2 <sup>me</sup> approche : corrélation nano-indentation / résistance mécanique	168
4.2.1.2.1. Modification du formalisme de la 1 <sup>me</sup> approche .....	168
4.2.1.2.2. Autre formalisme : Nix Cao .....	169
4.2.2. Corrélation du durcissement avec la microstructure .....	172
4.2.2.1. Comparaison microstructure / propriétés mécaniques.....	172
4.2.2.2. Evaluation de la contribution des défauts au durcissement .....	174
4.3. TA6V .....	178
4.3.1. Evaluation du durcissement .....	178
4.3.1.1. 2 <sup>me</sup> approche : modification du formalisme simplifié.....	179
4.3.1.2. 2 <sup>me</sup> approche : formalisme de Nix-Gao.....	179
4.3.2. Corrélation du durcissement avec la microstructure .....	182
4.3.2.1. Comparaison microstructure / propriétés mécaniques.....	182
4.3.2.2. Evaluation de la contribution des défauts au durcissement .....	183
5. BILAN .....	186

Dans le chapitre III, l'apparition sous irradiation de différents types de défauts a été mise en évidence et l'influence des différents paramètres d'irradiation sur leur apparition et leur évolution a été montrée. Ces défauts sont la conséquence des interactions entre les ions incidents produits par l'irradiation et la matière [49,59]. Dans ce chapitre, des mécanismes d'apparition de ces défauts sont proposés. Des explications sur leur évolution en fonction des paramètres d'irradiation sont également fournies. Un point sur l'évolution des propriétés mécaniques sous irradiation et sur sa relation avec la microstructure est finalement abordé.

## 1. BOUCLES DE DISLOCATIONS DE TYPE <A> - T40 ET TA6V

### 1.1. Influence de la température à la dose de 3 dpa

#### 1.1.1. T40

Les observations au MET ont permis de mettre en évidence pour l'alliage T40 la microstructure attendue pour les deux températures d'irradiation et sont similaires à celles obtenues après irradiation aux neutrons à 200°C et 400°C [109]. D'après la relation établie par Was et al. (Equation I-2, en utilisant des énergies de migration et de formation des lacunes respectivement de 0,50 eV et 3,7 eV [133], pour des taux de dommage aux neutrons de l'ordre de  $10^{-7}$  dpa/s), les microstructures observées aux ions dans nos conditions d'irradiation correspondraient à des microstructures obtenues aux neutrons à des températures respectivement, de l'ordre de 260°C et 390°C. Il semble qu'ici nous soyons en présence de deux régimes de température, parmi ceux proposés par Zinkle (Figure IV- 1) pour les aciers [69] : régime dit de « basse température » (< 300°C) et de « haute température » (< 700°C), comme présentés au chapitre I- 2.3. En effet, dans l'alliage T40 irradié à 300°C, nous avons bien une microstructure où seules apparaissent de très petites boucles de dislocations ( $\approx 2 \times 10^{22}$  boucles.m<sup>3</sup>, diamètre équivalent moyen  $\approx 10$  nm), correspondant à la région 1 sur la Figure IV- 1. A 430°C, nous avons au contraire une microstructure formée de dislocations enchevêtrées et de boucles de dislocations plus grosses et moins nombreuses ( $\approx 3.5 \times 10^{21}$  boucles.m<sup>3</sup>, diamètre équivalent moyen  $\approx 16$  nm), comme dans la zone 2 de la Figure IV- 1.

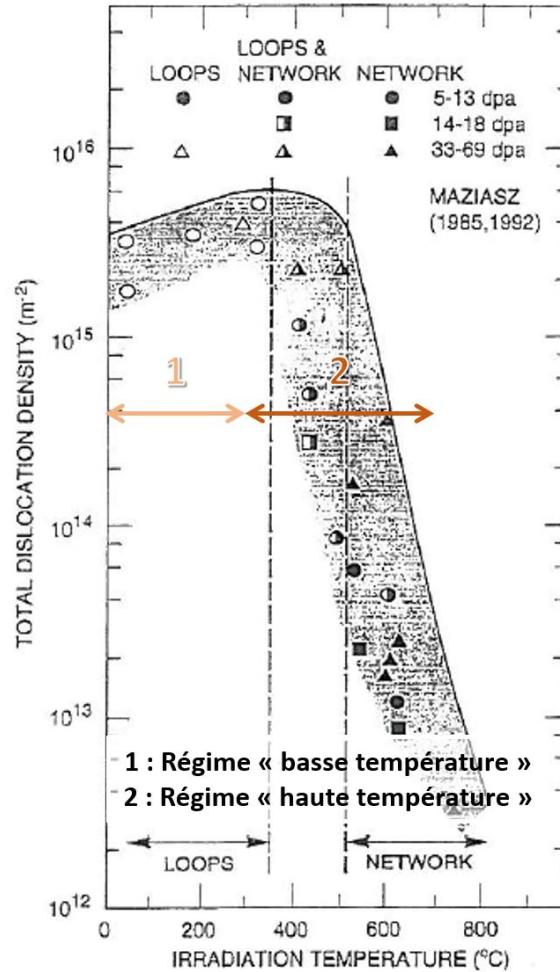


Figure IV- 1. Influence de la température d'irradiation sur la densité totale de dislocations dans un acier 316 irradié aux neutrons [69].

Les résultats expérimentaux présentés en section III- 3.1.1 indiquent que la densité de boucles de dislocations est divisée par 5 et la taille multipliée par 2 dans le cas d'une irradiation à 430°C par rapport à celle à 300°C. Ces évolutions sont en accord avec le modèle proposé par Dubinko [134]. En effet, Dubinko propose un modèle pour décrire l'évolution de la distribution en taille des boucles dans du zirconium pur en fonction de la dose et de la température lorsque l'irradiation est effective dans le régime haute température. La diffusivité des espèces, les densités de lacunes et d'auto-interstitiels, la densité linéique des dislocations (puits pour les défauts ponctuels) sont des paramètres importants à prendre en compte. Ce modèle met en évidence une plus faible densité de boucles de dislocations associée à une augmentation de leur taille, en augmentant la température. En effet, comme mentionné en section I- 2.3, augmenter la température induit une diminution de la sursaturation en défauts [59], favorise l'annihilation aux puits grâce à des phénomènes diffusionnels plus rapides [70], et par conséquent, réduit le taux de nucléation des boucles de dislocations.

L'élargissement de la distribution en taille des boucles de dislocations de type <a>, constaté dans notre étude, est également en accord avec la littérature. Ainsi, comme reporté par Was dans son ouvrage (chapitre 7.6.2) [49], l'élargissement de la distribution des boucles de dislocations avec la dose a été constaté en modélisant l'évolution de la concentration des



boucles en fonction de leur taille pour différentes doses à la température de 550°C dans un acier 316. Cet élargissement est attribué à la diffusion. Ce dernier prend en compte le fait que deux clusters différents créés au même instant, et de même taille peuvent évoluer différemment en taille en fonction des rencontres aléatoires avec les défauts ponctuels. Nous pouvons donc supposer que l'augmentation de la température (300°C → 430°C) occasionne un élargissement plus important à cause de ce terme de diffusion (Figure III- 25).

### 1.1.2. TA6V

L'évolution de la distribution en taille des boucles de dislocations de type <a>, dans l'alliage TA6V, avec la température, à la dose de 3 dpa présente une tendance similaire à celle de l'alliage T40, c'est-à-dire une augmentation de la taille des boucles. Cependant, contrairement à l'alliage T40 et à ce à quoi l'on s'attendait compte-tenu de la littérature [80], nous n'avons pas d'élargissement flagrant de la distribution en taille des boucles de dislocations de type <a>, ni de diminution mesurable de la densité. En effet, malgré la légère augmentation de la taille des boucles de dislocations de type <a>, nous conservons, à 430°C, une microstructure de petites boucles très denses, qui semble correspondre à la microstructure de la zone 1 (ou dans une zone intermédiaire entre les zones 1 et 2) de la Figure IV- 1. A ce stade des investigations, nous pouvons supposer que les éléments d'addition de l'alliage TA6V impacte le domaine d'existence de chaque zone et décale en particulier la zone 2, vers les hautes températures. La limite entre les zones 1 et 2 étant liée à la compétition entre les phénomènes de recombinaison et d'annihilation aux puits, ceci suppose que, dans l'alliage TA6V, les phénomènes de diffusion conduisant à l'annihilation aux puits sont moins importants que dans l'alliage T40, à la température de 430°C. Ce point semble conforté par le fait que la restauration du réseau de dislocations, à 430°C, est plus rapide dans l'alliage T40 que dans l'alliage TA6V (comme le montrent les comptages des dislocations réalisés après TTh, III- 3.1.2.2.1 et III- 3.2.2.1.2).

Malgré une cinétique de restauration plus lente dans l'alliage TA6V, nous ne pouvons cependant pas affirmer l'absence de restauration des dislocations avec la température (TTh) ou l'irradiation.

## 1.2. Influence de la dose, du flux et du TTh préalable

### 1.2.1. T40

Pour rappel, à la température de 300°C, il n'y a pas eu d'irradiations réalisées avec un TTh préalable. A la température de 430°C, nous n'avons pas vu d'influence notable du TTh sur la microstructure de l'alliage T40. Nous considérerons donc indifféremment les échantillons ayant subi un TTh préalable ou non.

#### 1.2.1.1. *A 300°C*

Nous n'avons pas observé d'influence significative de la dose et du flux sur l'évolution des boucles de dislocations de type <a> au cours de l'irradiation à la température de 300°C (section III- 3.1.2.1). Ce fait n'est pas surprenant. En effet, dans ces conditions d'irradiation à

la température de 300°C, qui correspondent au régime dit de « basse température » [49,56,69], les défauts sont très peu mobiles et les réseaux de dislocations semblent indépendants de la température de l'irradiation. La microstructure est relativement insensible aux variations du taux de dommage (directement lié au flux) et conduit à une saturation dès les faibles doses [69]. Une diminution du taux de dommage est usuellement considérée comme équivalente à une augmentation de la température d'irradiation. En appliquant de nouveau la relation établie par Was et Averback [51], la microstructure à un plus faible flux correspondrait à une microstructure « neutrons » à la température de 270°C, contre 260°C pour le fort flux. Dans ce régime « basse température », une différence de l'ordre de 10°C ne conduit pas à des différences microstructurales observables (section I- 2.3).

#### 1.2.1.2. A 430°C

##### 1.2.1.2.1. Influence de la dose

L'absence de boucles de dislocations de type <a> dans l'alliage T40 irradié à 0,6 dpa fort flux (avec ou sans TTh préalable à l'irradiation), à la température de 430°C est inattendue, en particulier de par leur présence à 300°C pour la même dose. Cette absence des boucles peut être expliquée partiellement par la différence de régime de température entre 300°C et 430°C. En se référant à la littérature [56,69], dans le régime dit « haute température », l'élimination des défauts ponctuels (créés sous irradiation) aux puits est prédominante (au détriment des recombinaisons) à cause de la diffusion non négligeable à ces températures. Les dislocations, qui sont des puits de défauts potentiels, peuvent consommer l'essentiel des défauts ponctuels et ainsi retarder l'apparition des boucles de dislocations de type <a>. Cette absorption des défauts par le réseau de dislocations initial semble être corroborée par la diminution de la densité de dislocations observée dans l'alliage de titane T40 pour la dose de 0,6 dpa (en comparaison à l'état non irradié ayant subi un TTh à la température de 450°C, III- 3.1.2.2.1). Ceci suggère une restauration du réseau de dislocations. Ce phénomène de restauration du réseau de dislocations a déjà été mentionné dans la littérature dans le cas d'aciers austénitiques inoxydables [135–137]. A 300°C, les défauts étant moins mobiles, ne s'annihilent pas aux puits et n'interagissent pas avec les dislocations.

A plus forte dose, on observe une microstructure constituée à la fois de boucles de dislocations de type <a> et d'un réseau dense de dislocations enchevêtrées. On passe ainsi d'un réseau de dislocations similaire au non irradié, à la dose de 0,6 dpa ( $1,2 \cdot 10^{13}$  dislocations.m<sup>2</sup>), à un réseau de dislocations enchevêtrées dix à quinze fois plus dense, à la dose de 1,3 dpa et qui correspond déjà à une densité de dislocations saturée en dose (Tableau III- 12). Ceci peut expliquer pourquoi les boucles de dislocations de type <a> n'évoluent que très légèrement en termes de taille et de densité à partir de cette dose de 1,3 dpa (Tableau III- 13). En effet, lorsque la densité de dislocations augmente, le taux d'interaction des boucles de dislocations avec les dislocations augmente et le diamètre des boucles est limité par la densité du réseau de dislocations [49].

## 1.2.1.2.2. Influence du flux

Dans le régime « haute température », augmenter la température conduit à une diminution de la densité des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et à une augmentation de leur taille [49]. Une influence de la température plus marquée à faible flux qu'à fort flux (comparaison entre le 0,6 dpa faible flux à 300°C et 430°C avec le 3 dpa fort flux à 300°C et 430°C) a été notée pour l'alliage T40. En effet, il a été mis en évidence dans la littérature une dépendance entre flux, temps et température [49,51,71]. Pour une même température, une diminution du flux et par voie de conséquence une augmentation du temps de maintien isotherme pour une même dose conduit à l'obtention d'une microstructure représentative d'une température d'irradiation plus élevée et explique cette influence de la température plus marquée à faible flux. Ces deux facteurs peuvent probablement être reliés avec une certaine approximation par une équivalence temps-température.

En effet, diminuer le flux équivaut à augmenter la température d'irradiation [71], et de fait à augmenter les longueurs de diffusion. En outre, au cours d'une irradiation à plus faible flux, la durée d'irradiation est de 30h contre 1h30 pour le fort flux. La restauration des dislocations devrait être plus avancée, et donc, en première approximation, l'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  devrait également être effective à plus faible dose, comme ce qui a été observé. Par ailleurs, lorsque l'irradiation est réalisée à faible flux, la restauration du réseau initial de dislocations a probablement eu lieu avant la fin de l'irradiation. En revanche, à 0,6 dpa fort flux, le temps d'irradiation de 1h30 n'est apparemment pas suffisant pour obtenir une restauration suffisante du réseau de dislocations initial.

1.2.2. TA6V

Dans l'alliage de titane TA6V, contrairement à l'alliage T40, l'ajout d'un traitement thermique préalable affecte grandement la microstructure. On distinguera donc, pour les échantillons irradiés à la température de 430°C, ceux ayant subi ou non un TTh de 430°C préalable.

1.2.2.1. *A 300°C*

Au même titre que pour l'alliage T40, nous n'observons, à 300°C, aucune influence de la dose et du flux, probablement pour les mêmes raisons.

1.2.2.2. *A 430°C, sans TTh préalable à l'irradiation*

L'évolution de la distribution en taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , dans l'alliage TA6V, avec la dose et le flux, à la température de 430°C présente une tendance similaire à celle de l'alliage T40, mais avec des évolutions beaucoup moins marquées. A titre d'exemple, à la dose de 0,6 dpa fort flux, sans TTh, nous observons la présence d'une grande densité de petites boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans l'alliage TA6V alors que l'alliage T40 en est dépourvu après irradiation dans les mêmes conditions. La densité légèrement inférieure des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  à 430°C, à la dose de 0,6 dpa fort flux, comparé à 300°C, semble cependant montrer que le seuil d'apparition des boucles de

dislocations de type  $\langle a \rangle$  est légèrement supérieur à celui à 300°C. De même, diminuer le flux conduit à une microstructure de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  très dense, parmi lesquelles on commence cependant à apercevoir un réseau enchevêtré de dislocations.

Ces observations sont en accord avec l'hypothèse que l'alliage TA6V irradié à la température de 430°C (IV- 1.1.2) se situerait dans une zone de transition entre les zones 1 et 2, proposées par Zinkle [69] (Figure IV- 1). Diminuer le flux étant équivalent à une augmentation de la température d'irradiation [71], de l'ordre de 20°C dans nos conditions d'irradiation (Equation I-1), le changement de flux conduirait donc à passer de la microstructure de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  très dense (de type zone 1) à une microstructure où commence à apparaître le réseau de dislocations enchevêtrées (début de la zone 2). De même, le peu d'influence de la dose sur la microstructure 430°C fort flux suggère aussi que l'alliage TA6V se situe plutôt dans la zone 1 dite de « basse température ».

### 1.2.2.3. *A 430°C, avec TTh préalable à l'irradiation*

Après TTh préalable à l'irradiation, nous observons un seuil d'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  décalé vers les fortes doses en comparaison à l'alliage T40. Pour rappel, nous avons décelé la présence de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  pour une dose de 2 dpa. La microstructure irradiée à la dose de 2 dpa présente une forte densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  à travers lesquelles on commence à distinguer un réseau dense de dislocations enchevêtrées.

Nous pouvons donc supposer que le TTh préalable à l'irradiation affecte la mobilité des défauts dans l'alliage TA6V, et se traduit par un positionnement plus marqué dans le régime « haute température ». Les dislocations seraient de nouveau des puits pour les défauts ponctuels, retardant ainsi l'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . Le mouvement des dislocations n'étant probablement pas aussi rapides que dans l'alliage T40, la cinétique de restauration des dislocations serait ralentie ainsi que la formation des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . Nous savons que cette restauration a bien lieu puisqu'à la dose de 2 dpa, les dislocations d'origine sont entièrement restaurées (Figure III- 50).

## 2. BOUCLES A COMPOSANTE $\langle C \rangle$ - T40

### 2.1. Comparaison avec la littérature

Si les boucles à composante  $\langle c \rangle$  sont communément observées dans les alliages de zirconium dans le cas d'irradiations aux neutrons, protons et ions [4,138–142], leur observation dans les alliages de titane est, quant à elle, très peu mentionnée dans la littérature [70]. L'observation d'une grande quantité de boucles à composante  $\langle c \rangle$  dans l'alliage T40 irradié aux ions  $Ti^{2+}$ , dès la dose de 0,6 dpa (section III- 3.1.2), aussi bien à 300°C qu'à 430°C est assez surprenante. La densité linéique mesurée ici, de l'ordre de  $10^{14}$  m.m<sup>-3</sup> correspond à la dose où l'on assiste à l'accélération de la croissance décrite en section I- 2.5.2, qui est de l'ordre de 15 à 20 dpa dans le Zircaloy-4 sous irradiation neutronique. En outre, dans le Zircaloy-4 irradié aussi bien aux neutrons, qu'aux protons ou ions lourds, les boucles à composante  $\langle c \rangle$  sont observées à une dose seuil d'environ 4 dpa [142,143], alors que dans l'alliage T40 étudié, elles sont observées en grande quantité dès la dose de 0,6 dpa.

Si nous comparons les boucles à composante  $\langle c \rangle$  observées après irradiations du Zircaloy-4 aux ions  $Zr^+$  600 keV à la température de 300°C, à la dose de 7 dpa, nous pouvons noter que leur morphologie est comparable à celle observée dans l'alliage T40 à la même température et une dose de 3 dpa (Figure IV- 2). Elles apparaissent, après irradiation à 300°C, comme des segments rectilignes d'une longueur de l'ordre de 100 nm présentant quelques marches. Pour une dose équivalente à 3 dpa dans le Zircaloy-4, l'irradiation aux ions  $Zr^+$  à 300°C conduit à la formation rare de très petites boucles à composante  $\langle c \rangle$  [141].

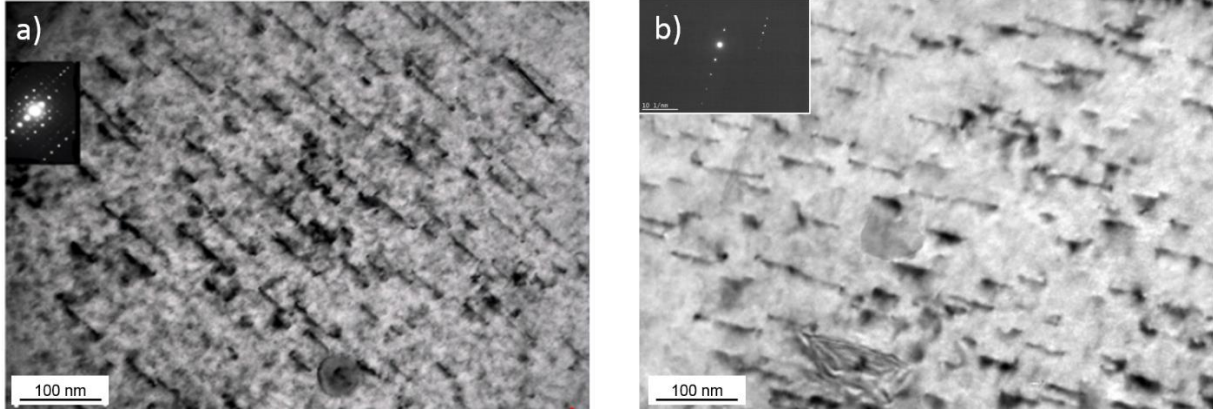


Figure IV- 2. Observations de boucles à composante  $\langle c \rangle$  avec un  $\vec{g} = 0002$ . Comparaison entre a) du Zircaloy-4 irradié aux ions  $Zr^+$  600 keV à la température de 300°C et la dose de 7 dpa [142] et b) l'alliage T40 irradié aux ions  $Ti^{2+}$  6 MeV à la même température et la dose de 3 dpa.

Le phénomène de DAD explicité en section I- 2.5.2 a été proposé pour expliquer la formation des boucles à composante  $\langle c \rangle$ . Ce phénomène n'a pas été démontré à ce jour mais permet de bien expliquer la formation des boucles à composante  $\langle c \rangle$  [68].

## 2.2. Influence de la température à la dose de 3 dpa

Les quelques marches observées à 300°C sur les boucles à composante  $\langle c \rangle$  (Figure IV- 2b) peuvent être le signe de la montée des boucles, comme cela a pu être observé par Griffiths [144]. A la température de 430°C, les marches sont tellement nombreuses que les boucles à composante  $\langle c \rangle$  paraissent sinueuses (Figure III- 18b). Cet aspect sinueux des boucles à composante  $\langle c \rangle$  à 430°C est probablement dû au fait que la montée des boucles est favorisée par l'augmentation de la température. En effet, la montée des boucles nécessite beaucoup de mouvements diffusifs de lacunes favorisés par les températures élevées [144].

Un défautement des boucles à composante  $\langle c \rangle$  avec l'augmentation de la température a également été constaté. Ce défautement a déjà été observé dans les alliages de zirconium après un recuit *post* irradiation à la température de 600°C pendant 1h [68,145]. Ces boucles sont alors des boucles parfaites de vecteur de Burgers  $\langle c \rangle$  [4]. La disparition des fautes d'empilements opère grâce un alignement de lacunes formant alors une boucle parfaite de vecteur de Burgers [0001]. Le défautement des boucles les rendant plus mobiles peut alors contribuer à expliquer la forme sinueuse de ces boucles, à la température d'irradiation de 430°C dans l'alliage T40.

## 2.3. Influence de la dose et du flux, avec et sans TTh

2.3.1. A 300°C

Très peu d'influence de la dose et du flux sur la taille et la densité linéique des boucles à composante  $\langle c \rangle$  a été constatée, dans l'alliage T40 irradié à 300°C, sans TTh préalable. Il est à noter toutefois une légère différence de densité linéique de boucles à composante  $\langle c \rangle$  entre les états irradiés à la dose de 0,6 dpa et 3 dpa fort flux, qui peut être imputée à l'erreur de mesure. Dans le cas des alliages de zirconium, les boucles à composante  $\langle c \rangle$  n'ont jamais été observées pour une dose de 0,6 dpa [142,146,147]. Par ailleurs, une densité linéique et un diamètre plus importants associés à une distribution en taille moins dispersée de boucles à composante  $\langle c \rangle$  sont habituellement observés lorsque l'on augmente la dose. Ce phénomène pourrait être expliqué en partie par l'hydrogène absorbé dans l'alliage avant et pendant l'irradiation car la présence d'hydrogène est supposée favoriser la nucléation des boucles à composante  $\langle c \rangle$  [148]. L'absorption de l'hydrogène dans l'alliage T40 a été mise en évidence par la présence d'une grande quantité d'hydrures (non présentés ici).

En outre, si la densité linéique de ces boucles à composante  $\langle c \rangle$  peut paraître très importante dans l'alliage T40 irradié aux ions  $Ti^2+$  par rapport à certains travaux réalisés sur le Zircaloy-4, il faut cependant souligner que la dose seuil et la densité de boucles à composante  $\langle c \rangle$  semble très dépendante des conditions d'irradiation aux ions et de la nuance choisie (Figure IV- 3) [140]. Ces boucles à composante  $\langle c \rangle$  sont à l'origine du phénomène de croissance, observé dans les gaines combustibles en alliages de zirconium. L'apparition potentielle de ce phénomène sur d'autres pièces de la structure sera à vérifier par des irradiations neutroniques et l'effet potentiel de ce phénomène sur ces pièces lors de leur fonctionnement sera alors à garder en mémoire lors de leur dimensionnement.

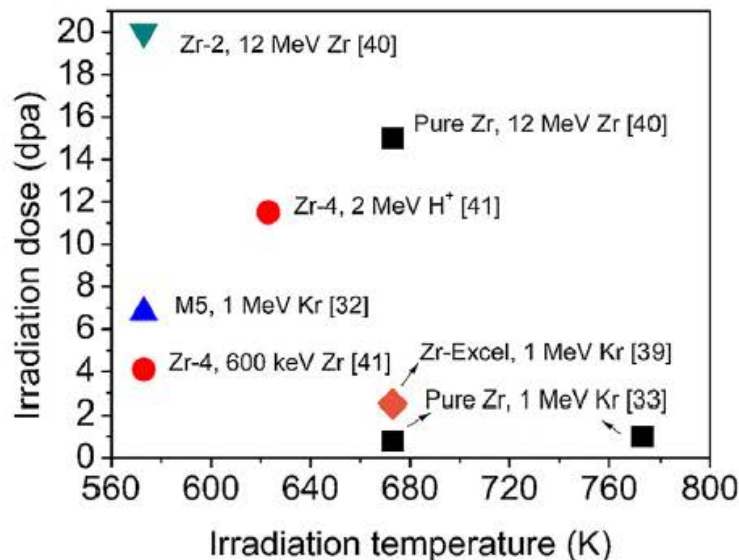


Figure IV- 3. Synthèse des doses seuil d'apparition des boucles à composante  $\langle c \rangle$  après irradiation aux ions dans différents alliages de zirconium [140].



### 2.3.2. A 430°C

A 430°C, l'observation de plus petites et moins nombreuses boucles à composante  $\langle c \rangle$  dans l'alliage T40 irradié à 0,6 dpa fort flux qu'à 3 dpa, met en évidence un effet de la dose. Cet effet de la dose à la température de 430°C n'est pas observé à la température de 300°C. Ceci signifie donc que l'on a un effet de la température, qui, tout comme pour les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , s'exprime par un délai plus important pour l'apparition des boucles à composante  $\langle c \rangle$  à 430°C en comparaison de 300°C. L'augmentation en taille des boucles à composante  $\langle c \rangle$  avec la dose est un argument allant en ce sens. Ce temps d'incubation plus long avec l'augmentation de la température est contraire à ce qui a été observé dans les alliages de zirconium (la gamme de température de la littérature est comparable à celle considérée dans ce travail de thèse) [149,150]. Cependant, la nucléation des boucles à composante  $\langle c \rangle$  dans les alliages de zirconium est connue comme étant favorisée par le changement de composition chimique de la matrice résultant de la dissolution des précipités natifs avec l'augmentation de la température [149,150]. Dans le cas de l'alliage T40, la teneur des éléments d'alliage est très faible, et nous n'avons pas décelé la présence de précipités susceptibles d'être dissous pour modifier notablement la composition chimique de la phase  $\alpha$  (Tableau II- 1) en cours d'irradiation et favoriser ainsi la nucléation des boucles à composante  $\langle c \rangle$  à haute température. La plus faible densité de boucles à composante  $\langle c \rangle$ , à 430°C et faible dose, comparé au 300°C, peut s'expliquer en considérant qu'à « haute température », le mécanisme d'émission thermique de lacunes peut avoir lieu plus tôt dans la phase de nucléation des boucles qu'à « basse température », causant ainsi l'élimination, après la nucléation, des boucles à composante  $\langle c \rangle$  qui sont de types lacunaires [149]. Dans les alliages de zirconium, cette contribution est probablement faible par rapport à celle des éléments d'alliage.

Comme pour les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , le seuil d'apparition des boucles à composante  $\langle c \rangle$  est plus faible après irradiation à faible flux, qu'à fort flux, sans doute pour des raisons similaires aux boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . Cependant, des expériences supplémentaires sont nécessaires pour comprendre plus avant ce phénomène.

## 3. PRECIPITES – TA6V

En complément des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , une fine précipitation dans la phase  $\alpha$  a été observée aux températures de 300°C et 430°C dans l'alliage TA6V. Cette précipitation était seulement attendue à 430°C si l'on se réfère à la littérature [48,64,79,80,84,85,151].

### 3.1. Mécanismes de formation des précipités

#### 3.1.1. Proposition d'un mécanisme

La présence de précipités riches en vanadium dans la phase  $\alpha$  conduit à une diminution de la teneur en vanadium dans la phase  $\alpha$  et suppose donc une phase  $\alpha$  sursaturée lors de l'irradiation en température. Pour expliquer la décomposition de la phase  $\alpha$ , il est usuel de considérer soit la décomposition spinodale (transformation spontanée sans germination) soit la germination.

Pour les deux mécanismes, la décomposition est grandement facilitée en présence de fluctuation de composition chimique à l'échelle locale de la phase. C'est notre cas puisque nous avons observé par SAT des canaux riches en vanadium (Figure III- 36 et Figure III- 45) induits par l'irradiation et par MET après irradiation à la dose de 2 dpa à la température de 430°C des précipités alignés le long des anciennes dislocations (Figure III- 50). L'alignement des précipités le long des dislocations (Figure III- 49) est conforme à ce que différentes équipes ont pu observer dans leurs travaux respectifs [80,91–93]. A 300°C, cette ségrégation n'a pas pu être mise en évidence par SAT et par MET, mais elle est probablement trop faible pour être décelée. Des précipités répartis uniformément dans la phase  $\alpha$  ont également été observés. Ils ont probablement germé sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , qui constitueraient donc également des puits pour les défauts ponctuels.

La présence d'une ségrégation chimique locale peut se produire soit par des phénomènes de diffusion accélérés par l'irradiation, soit par formation de clusters riches en vanadium dans les cascades par effets balistiques.

Le phénomène de RIS apparaît uniquement dans un certain domaine de température et de flux [59,63]. La température de fusion  $T_m$  du titane étant de l'ordre de 1600°C, on obtient  $T/T_m$  (K) = 0,3 pour 300°C et  $T/T_m$  (K) = 0,4 pour 430°C. Lorsque l'on reporte sur le diagramme délimitant le phénomène de RIS en température et flux les valeurs de flux et de températures retenues dans cette étude, nous pouvons constater que le phénomène du RIS est attendu à 430°C fort flux (Figure IV- 4), ce qui conforte les observations de ségrégations aux puits précédentes (Figure III- 36 et Figure III- 45). En revanche, à 300°C fort flux, le mécanisme attendu est celui où la recombinaison des défauts ponctuels domine sur la diffusion, et il semble qu'une germination des précipités facilitée par la formation de clusters riches en vanadium, dans les cascades serait plutôt à envisager. Toutefois, le phénomène de RIS n'est pas tout à fait à exclure compte-tenu de l'approximation des frontières entre les domaines.

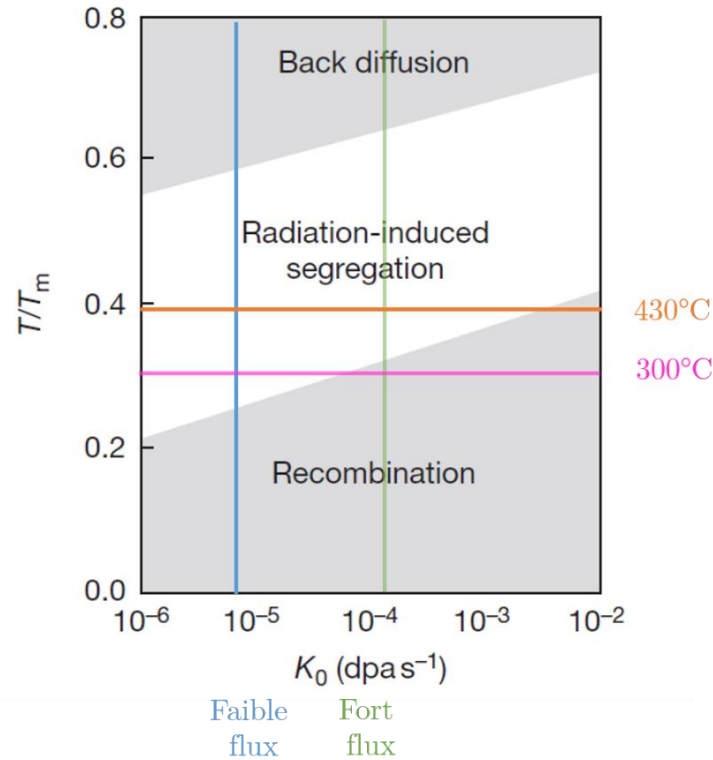


Figure IV- 4. Domaines température/flux associés au phénomène du RIS [59].

Comme le vanadium est un élément soluté de petite taille dans le titane, le RIS prévoit qu'il peut ségréger aux puits de défauts (joints de grains, joints de sous-grains, dislocations, boucles de dislocations) [81,151,152]. L'aluminium,  $\alpha$ -gène, qui est aussi un soluté de petite taille, pourrait également ségréger aux puits de défauts, et limiter le taux de germination des précipités riches en vanadium. Mais, étant un diffuseur plus rapide que le vanadium dans le titane, l'aluminium pourrait également diffuser via l'effet Kirkendall inverse et être appauvri aux puits. D'après certains auteurs [152], les deux effets s'annihilent, ce qui pourrait expliquer pourquoi nous n'observons pas de ségrégation locale en aluminium.

Si l'on considère que la décomposition est spinodale (changement de composition chimique sans changement de structure cristallographique), la phase  $\alpha$  est dans un état instable dans les canaux en vanadium ou dans les clusters en vanadium car toute variation locale en vanadium entraînera une diminution de l'enthalpie libre de l'alliage. L'augmentation graduelle de l'amplitude des fluctuations en vanadium conduit à minimiser l'enthalpie libre du système lorsque la dérivée seconde  $\partial^2 G / \partial n^2$  est négative. Cependant, ce scénario ne peut être envisagé dans cette étude compte-tenu de la nature non isomorphe des deux phases en présence. Nous avons effectivement montré que nous étions en présence de deux structures cristallographiques différentes : les précipités étant de structure cubique centrée, comme la phase  $\beta$  (Figure III- 38).

Le mécanisme probable de décomposition est donc celui de la germination hétérogène. Dans notre cas, la germination est grandement facilitée par la présence de canaux riches en vanadium (élément  $\beta$ -gène) ou de clusters riches en vanadium induit par l'irradiation. En effet, l'enthalpie libre de formation du germe dans ces canaux ou clusters riches en vanadium est réduite, ce qui a pour conséquence d'augmenter le taux de germination. La croissance de

ces précipités est contrôlée par la diffusion en volume des éléments solutés dans la phase parente  $\alpha$  puisque nous observons une forte partition des éléments d'alliage.

### 3.1.2. *Aspects thermodynamiques*

Dans cette étude, la teneur en vanadium des précipités dans la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V a été mesurée par SAT. Ce sont des précipités très riches en vanadium. Ce résultat est en accord avec la littérature. Ayrault et al. [81] ont déterminé le paramètre de maille des précipités par MET et ont conclu que leur teneur en vanadium était comprise entre 20% et 25% en masse (en se référant à la Figure I- 5) lorsqu'ils se formaient à une température d'irradiation de l'ordre de 550°C. Ces résultats sont également en accord avec les analyses EDS réalisées par Plumton et al. [64] qui donnent une teneur en vanadium de l'ordre de 25% en masse pour des températures d'irradiation comprises entre 500°C et 600°C (Tableau I- 6).

La Figure IV- 5 représente l'évolution de la composition chimique de la phase  $\beta$  à l'équilibre thermodynamique, hors irradiation, en fonction de la température, calculée avec le logiciel ThermoCalc<sup>®</sup> et la base de données Saunders [153]. Il est à noter que les teneurs calculées à l'équilibre thermodynamique pour des températures inférieures à 600°C sont probablement extrapolées. Pour des températures de 550°C et 600°C, les teneurs en vanadium prédites, respectivement de 20% et 25% en masse, sont en accord avec celles mesurées expérimentalement par Plumton et al. [64,81]. A 500°C, la valeur calculée est de 35% massique et est supérieure à celle obtenue expérimentalement (25% en masse) par Plumton et al.. Cependant, la valeur obtenue expérimentalement est vraisemblablement sous-estimée à cause de la contribution de la phase  $\alpha$ , les précipités étant de plus petite taille à cette température d'irradiation. Dans nos expérimentations, les teneurs massiques en vanadium et en aluminium des précipités sont respectivement de 50% et 3% en masse à la température d'irradiation de 430°C. Ces valeurs sont très proches de celles prédites à l'équilibre thermodynamique (56% massique en vanadium et 3% en aluminium) avec le logiciel ThermoCalc<sup>®</sup> (Tableau IV- 1). Pour la phase  $\alpha$  parente, les teneurs massiques en aluminium et vanadium sont également proches de l'équilibre thermodynamique lorsque la température d'irradiation est de 430°C. En revanche, lorsque l'irradiation est effectuée à 300°C, nous notons un écart important avec l'équilibre thermodynamique.

Nous pouvons conclure que, aussi bien dans notre étude et que dans la littérature, pour des températures d'irradiation comprises entre 430°C et 600°C, la composition chimique moyenne des précipités semble être proche de celle prédite à l'équilibre thermodynamique avec ThermoCalc<sup>®</sup> et la base de données Saunders. Cela conforte l'hypothèse que le phénomène du RIS réduit la barrière de nucléation et accélère la diffusion de solutés [64]. A 300°C, la diffusion est moindre et le mécanisme de formation de clusters en vanadium, dominé par la recombinaison de défauts ponctuels, n'accélère pas la diffusion des solutés. Cependant, il faut garder à l'esprit que la précision des mesures de chimie par SAT est moindre à 300°C car les précipités sont de très petite taille. Par ailleurs, les valeurs prédites à l'équilibre thermodynamique à 300°C peuvent être surestimées.

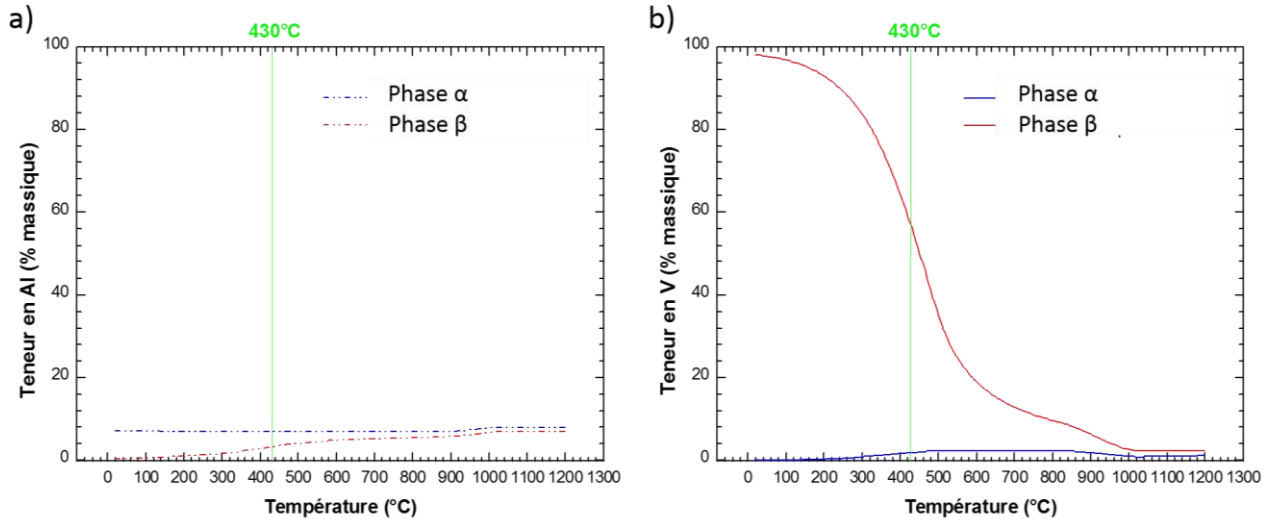


Figure IV- 5. Evolution calculée de la teneur massique en aluminium (a) et en vanadium (b) à l'équilibre thermodynamique dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$  en fonction de la température (ThermoCalc®).

Tableau IV- 1. Composition chimique prédite à l'équilibre thermodynamique des phases  $\alpha$  et  $\beta$  à 430°C dans l'alliage TA6V (ThermoCalc®).

% massique	V	Al
Phase $\alpha$	1,8	6,9
Phase $\beta$ (précipités)	56	3

### 3.1.3. *Bilan*

Dans tous les cas, les précipités apparaissent par un mécanisme de germination hétérogène. A 430°C, pour le fort flux, c'est le mécanisme du RIS qui semble à l'origine de cette germination, puisque le vanadium semble bien ségréger aux puits et que nous sommes bien dans le domaine température/flux où le RIS est présent. En outre, la composition chimique des précipités est proche de celle de l'équilibre thermodynamique à la température de 430°C. En revanche, à 300°C, pour ce flux, nous sommes plutôt dans le domaine où la recombinaison des défauts ponctuels domine sur la diffusion, et il semble que l'on puisse plutôt envisager une germination des précipités facilitée par la formation de clusters riches en vanadium, dans les cascades. Toutefois, le phénomène de RIS n'est pas tout à fait à exclure compte-tenu de l'imprécision des frontières entre les domaines.

### 3.2. Influence de la température sur l'état de précipitation

Dans ce travail, les précipités se présentent après irradiation à 430°C, sous la forme de plaquettes allongées [64,81], comme cela a été vu sur les reconstructions 3D des pointes analysées en SAT (Figure III- 31b et Figure III- 34). Cette morphologie est observée classiquement dans la littérature, pour des températures supérieures à 450°C [64,79,80]. A 300°C, il n'y a pas de références dans la littérature, mais nous observons des précipités

beaucoup plus petits et plus nombreux, de morphologie plus homogène et de forme sphérique (Figure III- 31a). Le rapport d'aspect des précipités est difficile à prédire mais pour ce domaine en température, il est fort probable que la forme d'équilibre repose sur la minimisation de l'énergie élastique associée à la transformation.

L'augmentation de la température conduit à une diminution de la densité et à une augmentation de la taille des précipités. La diminution de la densité de précipités suppose une augmentation de la barrière de germination avec une forte contribution élastique et chimique. La taille des précipités est tributaire de la densité de sites de germination activés et de la longueur de diffusion difficile à estimer pour ce domaine de précipitation en température.

Dans la littérature, la taille des précipités augmente aussi avec la température mais semble plus importante que celle mesurée, pour une température proche de 450°C [64,81,90]. Cette différence est probablement due à des conditions différentes en flux. Toutefois, les travaux tirés de la littérature ne donnent pas les flux appliqués.

### 3.3. Influence de la dose d'irradiation

Nous ne pouvons pas discuter de l'influence de la dose à la température de 300°C, puisque nous n'avons quantifié les précipités qu'à la dose de 3 dpa.

A 430°C, nous avons constaté que la densité de précipités ainsi que leur longueur ne sont pas impactées par l'augmentation de la dose. Ceci signifie qu'un état stationnaire est déjà établi dès la dose de 0,6 dpa. Par ailleurs, l'augmentation de la dose n'affecte pas les conditions d'équilibre local à l'interface entre les précipités et la phase parente  $\alpha$ . Cette absence d'évolution avec la dose a aussi été notée par certains auteurs [152,154]. La limitation en taille des précipités peut être expliquée qualitativement par le champ de contrainte créé par le précipité voisin.

### 3.4. Influence du flux d'irradiation

Comme souligné précédemment, le RIS, à l'origine de la formation des précipités dans l'alliage TA6V, est dépendant du taux de dommage de l'irradiation [59]. On s'attend donc à noter une influence du flux d'irradiation sur l'état de précipitation. Dans ces travaux de thèse, nous observons une augmentation de la taille des précipités associée à une diminution de leur densité, en diminuant la valeur du flux d'irradiation, ce qui est en accord avec le fait déjà évoqué précédemment, que diminuer le flux revient à augmenter la température d'irradiation [49,63].

A une température donnée, un taux de formation de défauts ponctuels plus faible se traduit par une formation des lacunes et des interstitiels plus lente et plus espacée dans le temps. Cependant, leur mobilité reste inchangée puisque l'on est à température donnée, et, comme la quantité de défauts ponctuels formée est moindre sur un temps donné, la probabilité de se recombinaison dans la cascade est plus faible, et ainsi la possibilité de rencontrer un puits de défauts est accrue. C'est pourquoi, à une température donnée, un taux de dommage plus faible conduit à favoriser la migration des défauts aux puits par rapport à la recombinaison, résultant en une ségrégation plus importante [49]. C'est ce qui explique que



la précipitation observée pour des irradiations à faible flux est équivalente à celle qui serait obtenue pour des températures plus élevées. On s'attend donc à avoir des précipités de plus grande taille et moins nombreux (effet de la température détaillé en section IV- 3.2), comme ce qui a été constaté expérimentalement dans l'alliage TA6V (Tableau III- 19).

Ainsi, l'augmentation de la taille et la diminution de la densité des précipités avec la diminution du flux d'irradiation répond également au couplage flux-temps/température au même titre que l'effet du flux sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ .

### 3.5. Influence du TTh préalable à l'irradiation, à 430°C, fort flux

L'alliage de titane TA6V irradié aux doses de 0,6 dpa, 1,3 dpa et 2 dpa, après TTh préalable, présente une évolution des précipités différente de celle constatée, pour les irradiations sans TTh. Les précipités observés dans l'alliage TA6V irradié 0,6 dpa fort flux, avec TTh préalable sont dix fois moins nombreux et 1,5 fois plus petits en moyenne que ceux observés après irradiation à 0,6 dpa fort flux, sans TTh. Nous sommes tentés d'expliquer cette différence de densité des précipités par l'absence de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dans le cas de l'irradiation avec TTh, ces boucles pouvant servir de site de germination pour les précipités. A la dose de 1,3 dpa, on assiste à une croissance des précipités sans modification notable de leur densité, ce qui semble dire que les sites de germination n'ont pas évolué. On constate également que les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  sont toujours absentes à cette dose. Entre les doses de 1,3 dpa et 2 dpa, les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  apparaissent alors et sont déjà présentes en grande quantité à 2 dpa. Les précipités obtenus dans ce cas sont similaires en taille et en densité à ceux observés après irradiation sans TTh. Ceci confirme l'influence des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , comme sites de germination des précipités, puisque leur apparition multiplie par six la densité de précipités.

## 4. INFLUENCE DE LA DOSE, A 430°C, D'UN POINT DE VUE MECANIQUE – ESSAIS DE NANO-INDENTATION – T40 ET TA6V

### 4.1. Justification du choix de la profondeur d'indentation : 150 nm vs 300 nm

Pour les essais de nano-indentation, les profondeurs ont été choisies de manière à rester dans la gamme de profondeurs pour lesquelles le profil de dommage est homogène (augmentation de la dose avec une pente douce) (Figure II- 9). Malgré les travaux limités dans la littérature sur la nano-indentation sur matériaux irradiés, nous nous sommes appuyés sur les recommandations de Hosemann et al. [155], à savoir, travailler avec une profondeur supérieure à 50 nm pour limiter la contribution des effets de surface. Par ailleurs, il ne faut pas oublier que la profondeur impactée par l'essai de nano-indentation est au moins cinq fois plus importante [155]. Par conséquent, plus l'on va indenter en profondeur, plus l'on risque de prendre en compte aussi une contribution de l'alliage non irradié. Une profondeur de 150 nm a donc été choisie en premier lieu. Pour le formalisme de Nix-Gao, présenté plus loin, une profondeur de 300 nm a également été considérée. Cette profondeur permet de s'éloigner en profondeur de la première profondeur choisie tout en restant globalement dans la partie homogène du profil de dommage (Figure II- 9) ainsi que dans le domaine de validité du formalisme Nix-Gao (proche borne supérieure en profondeur).

4.2. T40

Les calculs réalisés pour évaluer le durcissement sous irradiation sont présentés dans une première partie. La corrélation de l'évolution du durcissement avec la microstructure est ensuite discutée.

4.2.1. Evaluation du durcissement4.2.1.1. *1<sup>ère</sup> approche : formalisme simplifié à partir des valeurs de duretés ( $HV_{30}$  et  $HVIT$ )*

La première approche de l'analyse des résultats des essais de nano-indentation consiste à comparer les valeurs de la résistance mécanique maximale ( $R_m$ ) (obtenues par essais de traction, Tableau IV- 2) avec les valeurs calculées, issues de la relation liant la dureté d'indentation et  $R_m$  (Equation IV-1 et IV-2). Les essais de traction ont été réalisés, par DCNS, sur des éprouvettes normalisées (TC10 et TCH10, norme NF en ISO 6892-2). Trois éprouvettes ont été testées à température ambiante et deux éprouvettes pour les températures de 100°C, 200°C et 300°C.

De manière générale, la dureté  $HV_{30}$  et la résistance maximale à la traction  $R_m$  sont reliées par la relation [156] :

$$R_m = a HV_{30} \quad (\text{Equation IV-1})$$

Où  $a$  est une constante dépendant du matériau.

Aucune valeur de constante concernant les alliages de titane n'étant reportée dans la littérature, nous avons donc fait le choix d'utiliser la valeur de 3 pour le coefficient  $a$ , comme déterminé par Busby et al. sur des aciers [157] :

$$R_m = 3 HV_{30} \quad (\text{Equation IV-2})$$

En utilisant la valeur de dureté  $HV_{30}$  égale à 160 (section III- 1.1), et en appliquant l'équation IV-2, une valeur de  $R_m$  d'environ 480 MPa est obtenue pour l'alliage T40 non irradié. Cette valeur est proche de 488 MPa, valeur obtenue lors des essais de traction à température ambiante (Tableau IV- 2).

**Tableau IV- 2. Essais de traction réalisés par DCNS à température ambiante et aux températures de 100°C, 200°C et 300°C sur l'alliage T40.**

Température des essais de traction	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)
23°C	332 ± 17	488 ± 9
100°C	244 ± 7	289 ± 3
200°C	168 ± 7	254 ± 2
300°C	89 ± 1	179 ± 1

La relation de l'équation IV-2 étant « validée » avec l'utilisation de HV<sub>30</sub>, il faut maintenant vérifier si cette relation est également applicable avec l'utilisation des valeurs HVIT issues des essais de nano-indentation.

Les valeurs de dureté HVIT, reportées dans le Tableau IV- 3, sont calculées à partir des duretés d'indentation HIT obtenues par essais de nano-indentation (Equation IV-3, [158]) :

$$\text{HVIT} = 0,094545 \text{ HIT} \quad (\text{Equation IV-3})$$

A partir des équations IV-2 et IV-3, on obtient une relation liant le R<sub>m</sub> et le HIT :

$$R_m = 3*0,094545 \text{ HIT} = 0,284 \text{ HIT} \quad (\text{Equation IV-4})$$

Une valeur de R<sub>m</sub> très supérieure pour l'état témoin est alors obtenue (960 MPa). Ce résultat n'est pas surprenant puisque la valeur de HVIT calculée pour l'état témoin, non irradié, sans TTh (Tableau IV- 3) est significativement différente de celle du HV<sub>30</sub>. Cette différence est sans doute liée à la différence de charges appliquées lors des essais et à la différence d'échelle entre la dureté à 30 kg et la nano-indentation, qui considèrent des volumes bien différents [159].

L'équation IV-4 ne peut donc pas être appliquée en l'état.

#### 4.2.1.2. *2<sup>ème</sup> approche : corrélation nano-indentation / résistance mécanique*

##### 4.2.1.2.1. Modification du formalisme de la 1<sup>ère</sup> approche

En première approximation, une modification simple de l'équation IV-4 peut être proposée. La constante reliant HIT et R<sub>m</sub> est alors ajustée à partir des R<sub>m</sub> obtenus par essais de traction sur l'état témoin, non irradié et sans TTh :

$$R_m = 0,143 \text{ HIT} \quad (\text{Equation IV-5})$$

Les valeurs de R<sub>m</sub> pour les états irradiés peuvent alors être calculées à partir de cette équation IV-5 et sont données dans le Tableau IV- 3. L'évolution des valeurs de R<sub>m</sub> est faible, ce qui suggérerait un durcissement faible. Précisons de plus que même si les différentes valeurs pour ces états irradiés sont dans la barre d'incertitude, l'évolution monotone laisse penser qu'un durcissement faible est bien effectif, pour l'alliage T40.

**Tableau IV- 3. Valeurs de dureté de pénétration (HIT) obtenues par essais de nano-indentation, calculs de la dureté Vickers associée (HVIT) et estimation calculée de la résistance maximale à la traction ( $R_m$ ) et du taux de durcissement, pour l'alliage T40.**

	HIT (MPa)	HVIT (MPa)	$R_m$ (MPa)	Taux de durcissement (%)
<b>Témoin (non irradié, sans TTh)</b>	3401 ± 365	322 ± 35	488 ± 52	Référence
<b>Non irradié, TTh 6h 430°C</b>	3588 ± 497	339 ± 47	515 ± 71	5,5
<b>Irradié 0,6 dpa 430°C</b>	3486 ± 480	330 ± 45	500 ± 69	2,5
<b>Irradié 1,3 dpa 430°C</b>	3620 ± 504	342 ± 48	519 ± 72	6,4
<b>Irradié 2 dpa 430°C</b>	3705 ± 489	350 ± 46	532 ± 70	9,0
<b>Irradié 3 dpa 430°C</b>	3731 ± 492	353 ± 47	535 ± 71	9,6

#### 4.2.1.2.2. Autre formalisme : Nix-Gao

De par la littérature, dans le cas d'irradiations aux ions, le formalisme de Nix-Gao est utilisé pour déterminer le durcissement dans le cas d'essais de nano-indentation, afin de prendre en compte les effets de taille des indentations [160]. Ce formalisme s'écrit :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right) = \sqrt{\left(1 + \frac{h^*}{h}\right)} \quad (\text{Equation IV-6})$$

Où :

H est la dureté obtenue pour une profondeur d'indentation donnée h ;

$H_0$  est la dureté qui serait obtenue à l'infini (constante) ;

$h^*$  est une longueur qui caractérise la dépendance en profondeur de la dureté. Il est à noter que  $h^*$  n'est pas une valeur constante pour un matériau et une géométrie d'indenteur donnés. La valeur dépend de la quantité de dislocations présentes. Nous n'avons pas déterminé cette valeur car la connaissance de ce paramètre ne nous est pas utile par la suite. Ce paramètre pourrait toutefois être déterminé à partir des régressions linéaires données en Figure IV- 6.

Cette relation peut aussi s'écrire comme suit :

$$H^2 = H_0^2 \left(1 + \frac{h^*}{h}\right) = H_0^2 + \frac{H_0^2}{h} h^* \quad (\text{Equation IV-7})$$

Graphiquement, tracer  $H^2$  en fonction de  $1/h$  permet de déterminer l'ordonnée à l'origine et le coefficient directeur de la droite. L'ordonnée à l'origine correspond à  $H_0^2$ .  $H_0$  ainsi

déterminé pour chacune des conditions d'irradiation, permet de calculer la variation de dureté  $\Delta H_0$  pour chacune des conditions de la façon suivante :

$$\Delta H_0 = H_{0 \text{ irradié}} - H_{0 \text{ témoin}} \quad (\text{Equation IV-8})$$

où  $H_{0 \text{ irradié}}$  correspond au  $H_0$  des états irradiés et  $H_{0 \text{ témoin}}$  à l'état de réception.

Sur la base des équations IV-2 et IV-3, cette variation de  $\Delta H_0$  peut ensuite être reliée à la variation de dureté Vickers  $\Delta H_v$  [158] et enfin à la variation de la résistance mécanique maximale  $\Delta \sigma$  [157]. Les relations sont les suivantes :

$$\Delta H_v = 0,0945 \Delta H_0 \quad (\text{Equation IV-9})$$

$$\Delta \sigma = 3 \Delta H_v \quad (\text{Equation IV-10})$$

Dans notre étude, seulement deux points expérimentaux sont disponibles et utilisés dans ce formalisme de Nix et Gao. Toutefois, même si habituellement cette approche nécessite plus de points expérimentaux, l'évolution linéaire du  $\text{HIT}^2$  en fonction de  $1/h_m$  ayant été montrée [160], nous permet d'utiliser ce formalisme. La Figure IV- 6 et le Tableau IV- 4 illustrent les données expérimentales ( $\text{HIT}^2$  en fonction de  $1/h_m$ ) obtenues pour l'alliage T40 irradié à la température de 430°C pour des doses allant de 0,6 dpa à 3 dpa.

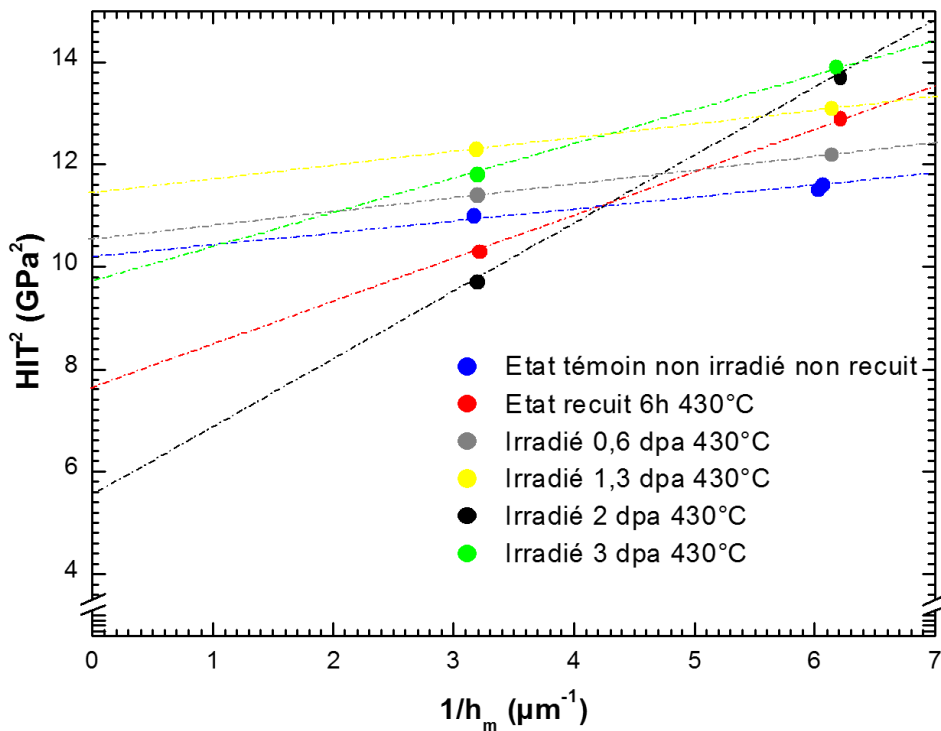


Figure IV- 6. Evolution du  $\text{HIT}^2$  en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation pour l'alliage T40 (essais de nano-indentation).

Tableau IV- 4. Estimation calculée de  $H_0$ ,  $\Delta H_0$ ,  $\Delta H_v$ ,  $\Delta\sigma$  et du taux de durcissement, pour l'alliage T40. Une valeur de  $R_m$  est estimée pour toutes les conditions à partir du  $\Delta\sigma$  et en prenant comme référence la valeur obtenue par essai de traction (488 MPa).

	$H_0$ (GPa)	$\Delta H_0$ (MPa)	$\Delta H_v$ (« MPa »)	$\Delta\sigma$ (MPa)	Taux de durcissement (%)	$R_m$ (MPa)
Témoin (non irradié, sans TTh)	3,2			Référence		
Non irradié, TTh 6h 430°C	2,7	-471	-44,5	-134,8	- 27,6	353
Irradié 0,6 dpa 430°C	3,3	46,4	4,4	13,3	2,7	501
Irradié 1,3 dpa 430°C	3,4	167	15,8	47,8	9,8	536
Irradié 2 dpa 430°C	2,4	-858	-81,1	-245,6	- 50,4	242
Irradié 3 dpa 430°C	3,1	-127	-12,0	-36,4	- 7,6	451

Les taux de durcissement associés aux doses de 0,6 dpa et 1,3 dpa sont compris entre 3% et 10%, et sont du même ordre de grandeur que ceux calculés en IV- 4.2.1.2.1.

Contrairement au formalisme de la première approche, nous ne constatons pas de durcissement pour les fortes doses. Au contraire, les valeurs de  $\Delta\sigma$  sont clairement négatives pour les doses de 2 dpa et 3 dpa, ce qui s'apparenterait à un adoucissement significatif du matériau. Ce résultat est surprenant car on s'attendrait à une augmentation du taux de durcissement. En effet, les résultats de nano-indentation obtenus sur des aciers irradiés aux ions indiquent une augmentation continue du  $H_0$  avec la dose [161]. Les résultats obtenus à forte dose avec le formalisme Nix-Gao pour l'alliage T40 n'ont donc pas été considérés par la suite.

Finalement, tout du moins à faible dose, les deux formalismes conduisent à des résultats comparables, malgré la simplicité du premier formalisme.

Une comparaison des valeurs de  $R_m$  déterminées (Tableau IV- 3 pour le premier formalisme et Tableau IV- 4 pour le second) avec les données de la littérature disponibles sur un alliage  $\alpha$  (Ti-5Al-2,5Sn ou 2Sn) et le titane pur est illustrée sur la Figure IV- 7 [78,84,88,162]. A partir de ces valeurs pour des doses inférieures à 0,6 dpa, nous avons calculé le taux de durcissement induit par l'irradiation. Ce taux de durcissement correspond au ratio entre la variation du  $R_m$  entre l'état irradié et l'état témoin et la valeur du  $R_m$  à l'état témoin. Ainsi, le titane pur présente un taux de durcissement de 15% à 58% alors que l'alliage  $\alpha$ , Ti-5Al-2,5Sn (ou 2Sn), durcit à hauteur de quelques pourcents (inférieur à 8%). D'après l'estimation des  $R_m$ , l'alliage T40 étudié présenterait un taux de durcissement de l'ordre de 1% à 10% (Tableau IV- 3 et Tableau IV- 4). La valeur estimée des  $R_m$  et leur évolution sous

irradiation pour l'alliage T40 semblent donc cohérentes avec l'ordre de grandeur des taux de durcissement tirés de la littérature.

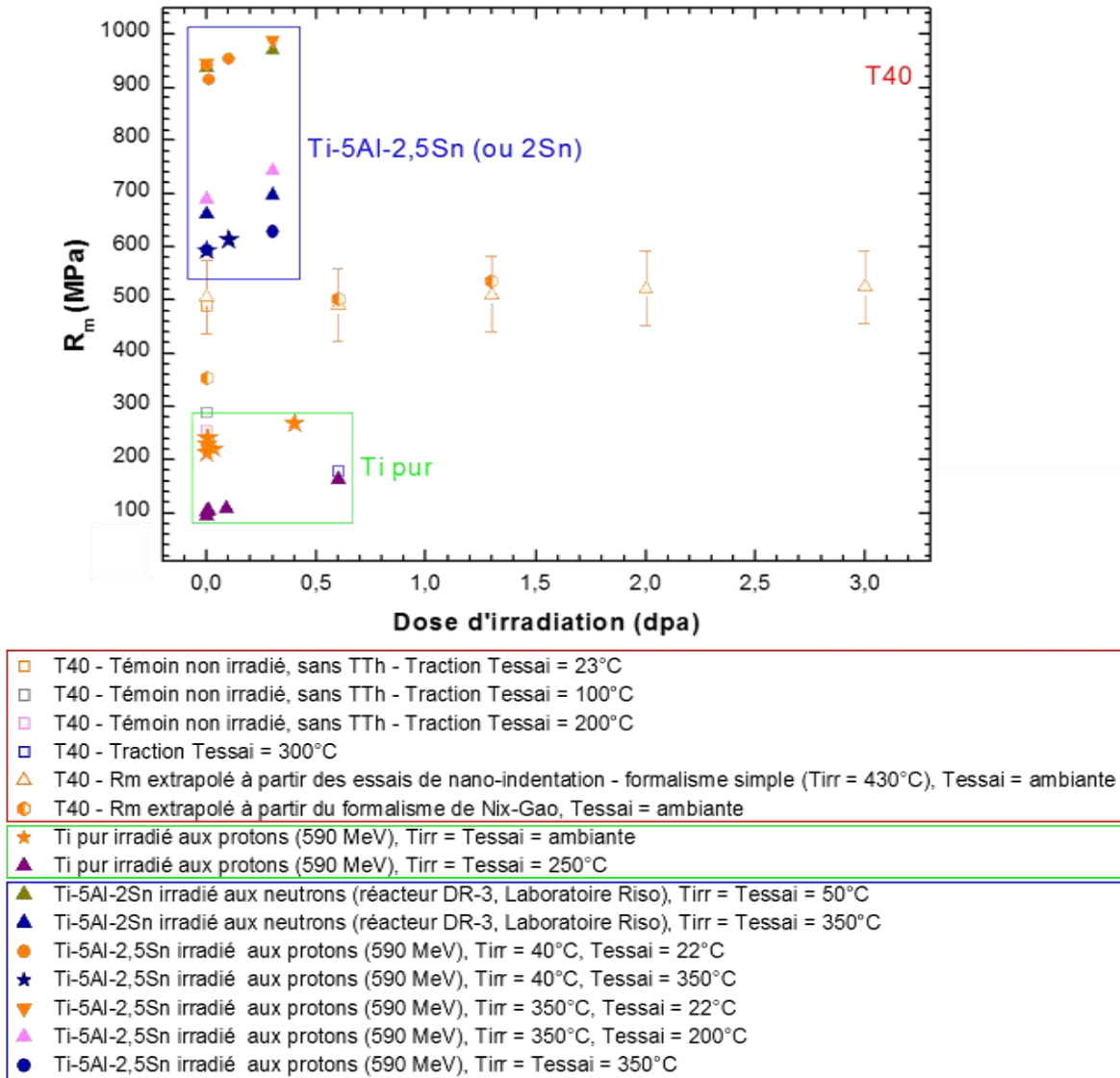


Figure IV- 7. Evolution du  $R_m$  en fonction de la dose d'irradiation pour le T40 étudié (essais de traction et nano-indentation) et comparaison avec des données de la littérature issues d'essais de traction sur du titane pur [78,162] et un alliage  $\alpha$  (Ti-5Al-2,5Sn ou 2Sn) [84,88].

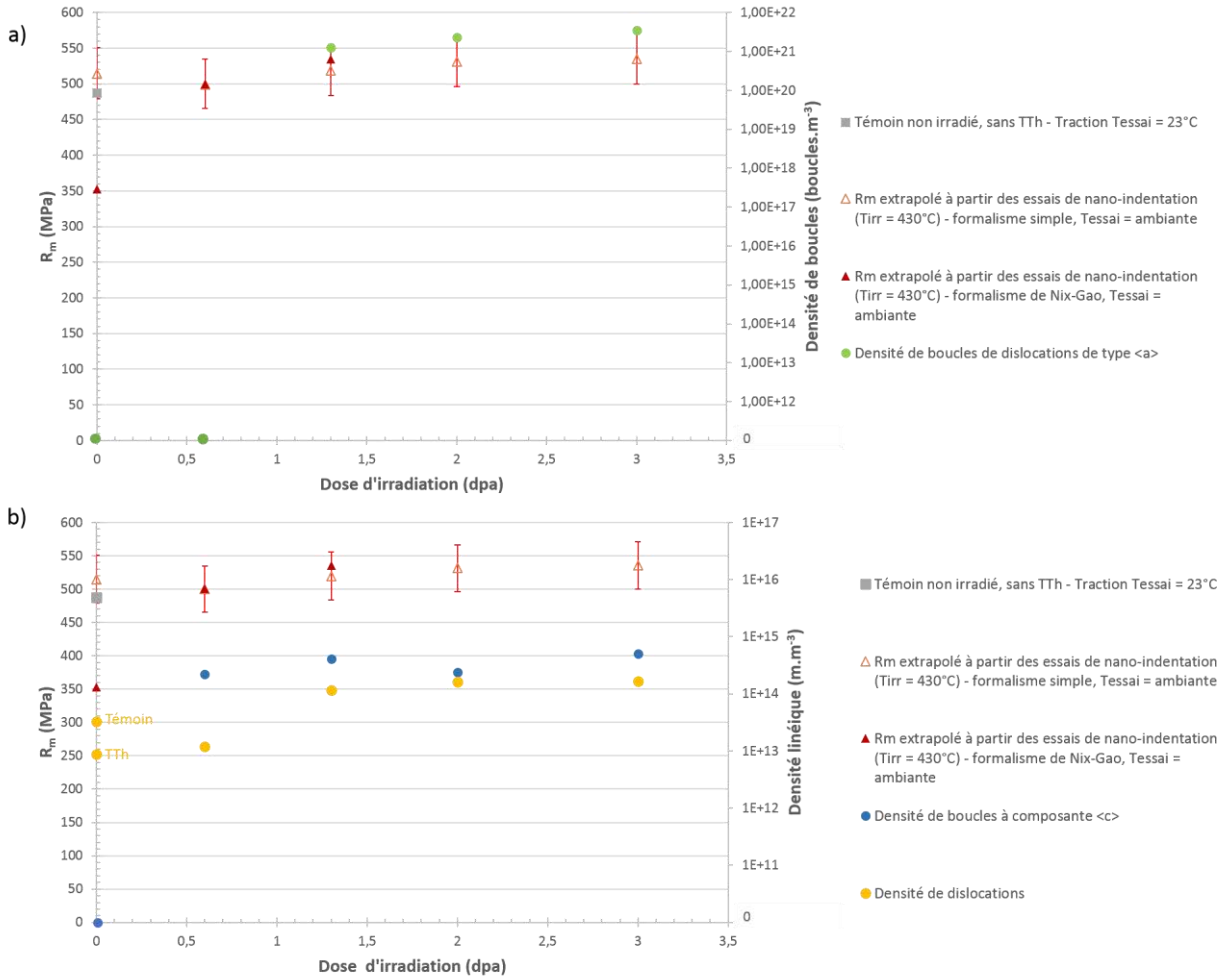
#### 4.2.2. Corrélation du durcissement avec la microstructure

##### 4.2.2.1. Comparaison microstructure / propriétés mécaniques

Les valeurs de  $R_m$  obtenues précédemment avec les deux formalismes peuvent être mises en regard avec l'évolution des défauts présents dans la microstructure sous irradiation (Figure IV- 8). A la dose de 0,6 dpa, un léger durcissement est observé par rapport à l'état témoin non irradié sans TTh (données de traction). A cette dose, la microstructure est constituée principalement de boucles à composante  $\langle c \rangle$  et de dislocations. L'apparition des



boucles à composante  $\langle c \rangle$  semble donc compenser la diminution de la densité de dislocations, et expliquerait ce durcissement. Soulignons que les mesures réalisées à 150 nm sur l'état témoin non irradié mais ayant subi un TTh semblent erronées car la valeur de HVIT (et donc un  $R_m$ ) est supérieure après TTh (Tableau IV- 3 et Figure IV- 8), ce qui indiqueraient un durcissement en contradiction avec la restauration observée par MET. Le formalisme de Nix-Gao conduit toutefois bien à une diminution de la dureté, non négligeable qui plus est. L'évolution importante de la microstructure d'irradiation entre l'état irradié à la dose de 0,6 dpa et 1,3 dpa (augmentation de la densité de dislocations et surtout apparition d'une grande densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  entre 0,6 dpa et 1,3 dpa) ne semble se traduire que par un effet modéré sur l'évolution du  $R_m$ . De même aux doses supérieures, nous ne notons qu'un léger durcissement avec l'augmentation de la dose (formalisme simplifié) qui semble principalement corrélé à l'évolution de la densité des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . En effet, à plus forte dose, les densités de dislocations et de boucles de dislocations à composante  $\langle c \rangle$  n'évoluent pratiquement pas. Ainsi, l'apparition des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  ne semble pas avoir de conséquences importantes sur les propriétés mécaniques en traction de l'alliage T40 à la température d'irradiation à 430°C. Cette apparition de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  peu durcissantes, dans le « régime haute température » est en accord avec la littérature [84].



**Figure IV- 8. Evolution de R<sub>m</sub> en fonction de la dose d’irradiation pour l’alliage T40 (essais de traction et nano-indentation) et évolution de la densité de :** a) boucles de dislocations de type <a> et b) boucles à composante <c> et dislocations. Les densités de défauts pour la dose de 0 dpa correspondent à l’état témoin, non irradié, sans TTh. Le R<sub>m</sub> extrapolé (formalisme simplifié) à la dose de 0 dpa correspond au témoin non irradié, avec TTh à 430°C 6h.

4.2.2.2. *Evaluation de la contribution des défauts au durcissement*

La présence d’obstacles entravant le glissement des dislocations induit un durcissement du matériau. Une augmentation de la contrainte est alors nécessaire pour franchir ces obstacles. Différents types d’obstacles existent. Dans l’alliage T40, outre le réseau de dislocations, des boucles de dislocations de type <a> et des boucles à composante <c> sont présentes. Le durcissement global du matériau est donc la résultante des contributions de chacun des types d’obstacles. Il y a plusieurs alternatives pour sommer ces différentes contributions [163] :

- Sommation linéaire

$$\Delta\sigma = \sum \Delta\sigma_k = \Delta\sigma_{dislocations} + \Delta\sigma_{boucles<a>} + \Delta\sigma_{boucles<c>} \quad \text{(Equation IV-11)}$$

Cette méthode est utilisée si les obstacles ont des échelles distinctes et si les forces d’ancrage associées sont différentes.

- Sommation quadratique

$$\Delta\sigma = \sqrt{\sum \Delta\sigma_k^2} = \sqrt{(\Delta\sigma_{dislocations}^2 + \Delta\sigma_{boucles<a>}^2 + \Delta\sigma_{boucles<c>}^2)} \quad (\text{Equation IV-12})$$

Cette méthode est utilisée si les obstacles ont des densités et des forces d'ancrage comparables.

- Sommation linéaire et quadratique

$$\Delta\sigma = \Delta\sigma_{dislocations} + \sqrt{(\Delta\sigma_{boucles<a>}^2 + \Delta\sigma_{boucles<c>}^2)} \quad (\text{Equation IV-13})$$

Cette méthode est utilisée si les interactions à courtes portées (boucles de dislocations) sont comparables mais sont différentes des interactions longues portées (dislocations).

Le premier terme traduit le durcissement dû à l'évolution du réseau de dislocations [164].

$$\Delta\sigma_{dislocations} = \alpha_{dislocations} \mu M b (\sqrt{\rho_{irradié}} - \sqrt{\rho_{témoin}}) \quad (\text{Equation IV-14})$$

Où :

$\alpha_{dislocations}$  est une constante empirique qui traduit la force de l'obstacle ( $0 < \alpha < 1$ ),

M est le facteur de Taylor,

$\mu$  est le module de cisaillement du matériau (= 38 GPa pour le T40 [8]),

b est le vecteur de Burgers de la dislocation.

Le durcissement relatif aux boucles de dislocations de type <a> s'exprime comme suit [49] :

$$\Delta\sigma_{boucles<a>} = \alpha_{boucles<a>} \mu M b \sqrt{N_k d_k} \quad (\text{Equation IV-15})$$

Où :

$\alpha_{boucles}$  est compris entre 0 et 1,

$N_k$  est la densité de boucles de dislocations de type <a> ,

$d_k$  est le diamètre moyen de ces boucles.

Le durcissement relatif aux boucles à composante <c> peut s'écrire de la même façon que pour les boucles de dislocations de type <a>. Cependant, étant donné que la grandeur considérée pour décrire l'évolution des boucles à composante <c> est la densité linéique, nous avons exprimé le durcissement d'une façon similaire aux dislocations :

$$\Delta\sigma_{boucles<c>} = \alpha_{boucles<c>} \mu M b (\sqrt{\rho_{irradié}} - \sqrt{\rho_{témoin}}) \quad (\text{Equation IV-16a})$$

Etant donné que la microstructure de l'état de réception ne contient pas de boucles à composante <c>, nous obtenons :

$$\Delta\sigma_{\text{boucles}\langle c\rangle} = \alpha_{\text{boucles}\langle c\rangle} \mu M b \sqrt{\rho_{\text{irradié}}} \quad (\text{Equation IV-16b})$$

Dans le but de tenir compte des différentes forces d'interaction entre une dislocation en mouvement et les différents obstacles rencontrés, la constante empirique d'interaction  $\alpha$  est ajustée.

Les calculs de durcissement ont été réalisés, avec chacune des sommations possibles (linéaire, quadratique et mixte linéaire-quadratique). Dans un premier temps, des calculs ont été réalisés avec des valeurs de paramètres d'interaction  $\alpha$  issues de données de la littérature disponibles sur des aciers ou du zirconium :

- $\alpha_{\text{dislocations}} = 0,3$  [164];
- $\alpha_{\text{boucles}\langle a\rangle}$  et  $\alpha_{\text{boucles}\langle c\rangle}$  compris entre 0,2 et 0,5 [163,164].

La valeur de  $\mu$  est égale à 38 GPa pour le T40 [8]. La valeur de  $M$  comprise entre 2 et 4 dans les alliages de zirconium [165] et proche de 3 pour les aciers [166], a été prise égale à 2,5 pour l'alliage T40. La valeur de  $b_{\text{dislocations}}$  a été prise égale à 0,260 nm, comme suggéré par Satou et al. [167]. Les valeurs de  $b_{\text{boucles}\langle a\rangle}$  et  $b_{\text{boucles}\langle c\rangle}$  ont été calculées pour le titane  $\alpha$ , et sont respectivement égales à 0,289 nm et 0,431 nm. Ce premier jeu de données a servi de base pour ajuster les paramètres d'interaction  $\alpha$ .

Le fort adoucissement de l'échantillon traité thermiquement pendant 6h, déterminé par le formalisme de Nix-Gao, ne peut être modélisé par une simple évolution du réseau de dislocations (facteur  $\alpha_{\text{dislocations}}$  non réaliste, supérieur à 1, serait nécessaire). Les taux de durcissement mesurés pour les deux doses d'irradiation (0,6 dpa et 1,3 dpa) sont très similaires à celles obtenues avec le formalisme simplifié. L'affinement des paramètres de modélisation du durcissement s'est donc fait à partir des données du formalisme simplifié.

Après affinement, les valeurs sont les suivantes :

- $\alpha_{\text{dislocations}} = 0,15$
- $\alpha_{\text{boucles}\langle a\rangle} = 0,15$
- $\alpha_{\text{boucles}\langle c\rangle} = 0,02$

Une démarche similaire a été adoptée pour les autres expressions du durcissement et les valeurs des constantes  $\alpha$  sont similaires. Les valeurs de  $\Delta\sigma$  pour chacune des méthodes de sommation sont données dans le Tableau IV- 5. Il faut préciser que dans le cas de la sommation quadratique, nous avons soustrait la contribution  $(\Delta\sigma_{\text{dislocations}})^2$  afin de traduire un adoucissement dû à la restauration du réseau de dislocations pour la lame irradiée à la dose de 0,6 dpa.

Le jeu de paramètres  $\alpha$  calculé permet de reproduire correctement l'évolution de la résistance mécanique  $R_m$ , la sommation quadratique semblant être la plus adaptée pour décrire l'évolution du  $R_m$  mesurée dans l'alliage T40 irradié à la température de 430°C. Pour évaluer la contribution de chaque type de défauts en fonction de la dose d'irradiation, nous avons reporté sur la Figure IV- 9 chaque contribution calculée à partir de la sommation linéaire, pour chaque dose donnée. Comme attendu à faible dose (0,6 dpa), le léger durcissement constaté est attribué à la présence des boucles à composante  $\langle c\rangle$  qui compensent l'adoucissement lié à la restauration des dislocations. A plus fortes doses, le durcissement est associé à trois composantes : les boucles à composante  $\langle c\rangle$  qui n'évoluent

pas après 0,6 dpa, les dislocations dont la densité augmente de nouveau sous irradiation et tend vers une saturation au-delà de 1,3 dpa et les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  qui apparaissent à partir de 1,3 dpa et augmentent légèrement en densité. Ainsi, au-delà de 2 dpa l'évolution semble globalement liée à l'évolution des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . A 3 dpa, les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  représentent la principale contribution au durcissement (de l'ordre de 45%), et ensuite dislocations et boucles à composante  $\langle c \rangle$  contribuent de façon analogue (de l'ordre respectivement de 30% et 25%).

Les valeurs de  $\alpha$  calculées sont relativement faibles, en particulier pour les boucles à composante  $\langle c \rangle$ . Toutefois, ces valeurs ne sont pas surprenantes car la résistance maximale évolue peu (Figure IV- 9) alors que du point de vue microstructural, une évolution importante a été notée entre les doses de 0,6 dpa et 1,3 dpa (augmentation de la densité de dislocations et apparition de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ ). La valeur relativement basse de  $\alpha$  pour les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  est ainsi en accord avec leur caractère légèrement durcissant noté dans la littérature [84]. De même, la très faible valeur du  $\alpha$  des boucles à composante  $\langle c \rangle$  semble être en accord avec des travaux de la littérature portant sur du zirconium et mettant en évidence l'absence de lien entre l'évolution des grandeurs mécaniques et l'apparition des boucles à composante  $\langle c \rangle$  [168]. D'ailleurs, Cockeram et al. [163] semble dire que le modèle de durcissement est plus proche des données expérimentales lorsque les boucles à composante  $\langle c \rangle$  ne sont pas prises en compte. Dans notre cas, les boucles à composante  $\langle c \rangle$  sont tout de même à considérer pour expliquer notamment le durcissement à faible dose. Même si elles représentent des obstacles très faibles au mouvement des dislocations, du fait de leur forte densité elles contribuent néanmoins à un faible durcissement du matériau.

**Tableau IV- 5. Calcul du  $\Delta\sigma$  pour chacune des méthodes de sommation des contributions des défauts, et rappel des valeurs expérimentales  $\Delta R_m$  obtenues à partir du  $R_m$  (avec le formalisme simplifié) pour l'alliage T40.**

	Calcul linéaire	Calcul quadratique	Calcul linéaire + quadratique	Valeurs expérimentales $\Delta R_m$
<b>Témoin (non irradié, sans TTh)</b>	0	0	0	0
<b>Irradié 0,6 dpa 430°C</b>	6	12	6	12
<b>Irradié 1,3 dpa 430°C</b>	60	35	48	31
<b>Irradié 2 dpa 430°C</b>	68	40	57	43
<b>Irradié 3 dpa 430°C</b>	81	47	66	46

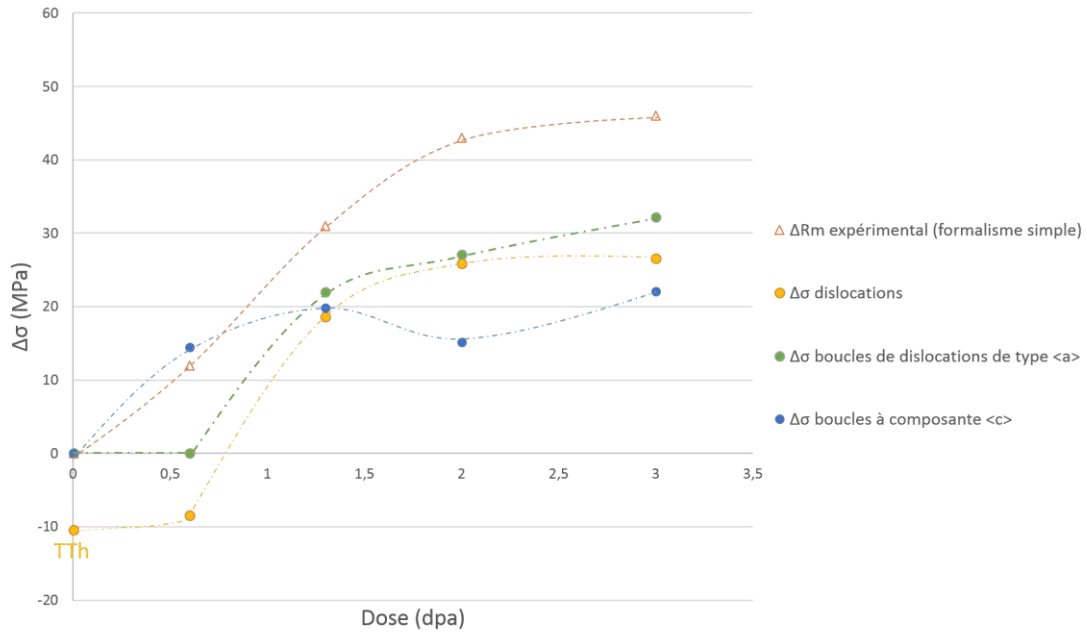


Figure IV- 9. Contribution de chaque type de défauts et leur évolution avec la dose d’irradiation dans l’alliage de titane T40.

### 4.3. TA6V

#### 4.3.1. *Evaluation du durcissement*

Au même titre que pour l’alliage T40 (section IV- 4.2.1), la valeur de  $R_m$  issue des essais de traction (Tableau IV- 6) est tout d’abord comparée à la valeur calculée du  $R_m$  en utilisant la valeur  $HV_{30}$  (Equation IV-1). Ainsi, la valeur  $HV_{30}$  égale à 300 (section III- 1.2.4) correspond à une résistance mécanique maximale de 900 MPa. Cette valeur est comparable à celle obtenue lors des essais de traction (Tableau IV- 6). Puis, les valeurs  $HV_{30}$  et  $HVIT$  (obtenue à partir des essais de nano-indentation et en appliquant l’équation IV-3) pour l’état témoin non irradié sans TTh sont très différentes. L’équation IV-3 ne peut donc pas non plus être appliquée en l’état pour l’alliage TA6V.

Tableau IV- 6. Essais de traction réalisés par DCNS à température ambiante et aux températures de 100°C, 200°C et 300°C sur l’alliage TA6V.

Température des essais de traction	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)
23°C	873 ± 5	950 ± 3
100°C	780 ± 7	861 ± 1
200°C	650 ± 1	746 ± 2
300°C	545 ± 7	665 ± 4

Comme pour l’alliage de titane T40, les deux mêmes formalismes ont été évalués.

4.3.1.1. *2<sup>ème</sup> approche : modification du formalisme simplifié*

Le facteur reliant HIT et  $R_m$  a été ajusté en considérant le comportement en traction de l’état témoin :

$$R_m = 0,163 \text{ HIT} \quad (\text{Equation IV-17})$$

Ce facteur est très légèrement supérieur en comparaison à celui obtenu pour l’alliage T40. Les valeurs calculées de  $R_m$  et du taux de durcissement pour les états irradiés à 430°C sont données dans le Tableau IV- 7. Le matériau durcit sous irradiation avec un maximum de durcissement à 1,3 dpa. La valeur de durcissement semble ensuite diminuer continument avec la dose, ce qui nous semble plutôt surprenant d’après les données de la littérature rappelées en section I- 2.6.2.2.

**Tableau IV- 7. Valeurs de dureté de pénétration (HIT) obtenues par essais de nano-indentation, calculs de la dureté Vickers associés (HVIT), estimation calculée de la résistance maximale à la traction ( $R_m$ ) et du taux de durcissement, pour l’alliage TA6V.**

	HIT (MPa)	HVIT (MPa)	$R_m$ (MPa)	Taux de durcissement (%)
<b>Témoin (non irradié, sans TTh)</b>	5837 ± 836	552 ± 79	950 ± 136	Référence
<b>Non irradié, TTh 6h 430°C</b>	5379 ± 561	509 ± 53	875 ± 91	- 7,9
<b>Irradié 0,6 dpa 430°C</b>	5985 ± 699	566 ± 66	974 ± 114	2,5
<b>Irradié 1,3 dpa 430°C</b>	7451 ± 627	704 ± 59	1213 ± 102	27,7
<b>Irradié 2 dpa 430°C</b>	7029 ± 688	688 ± 65	1144 ± 112	20,4
<b>Irradié 3 dpa 430°C</b>	6520 ± 830	830 ± 78	1061 ± 135	11,7

4.3.1.2. *2<sup>ème</sup> approche : formalisme de Nix-Gao*

La Figure IV- 10 et le Tableau IV- 8 présentent les données expérimentales obtenues pour l’alliage TA6V irradié à la température de 430°C pour des doses allant de 0,6 dpa à 3 dpa avec le formalisme de Nix et Gao.



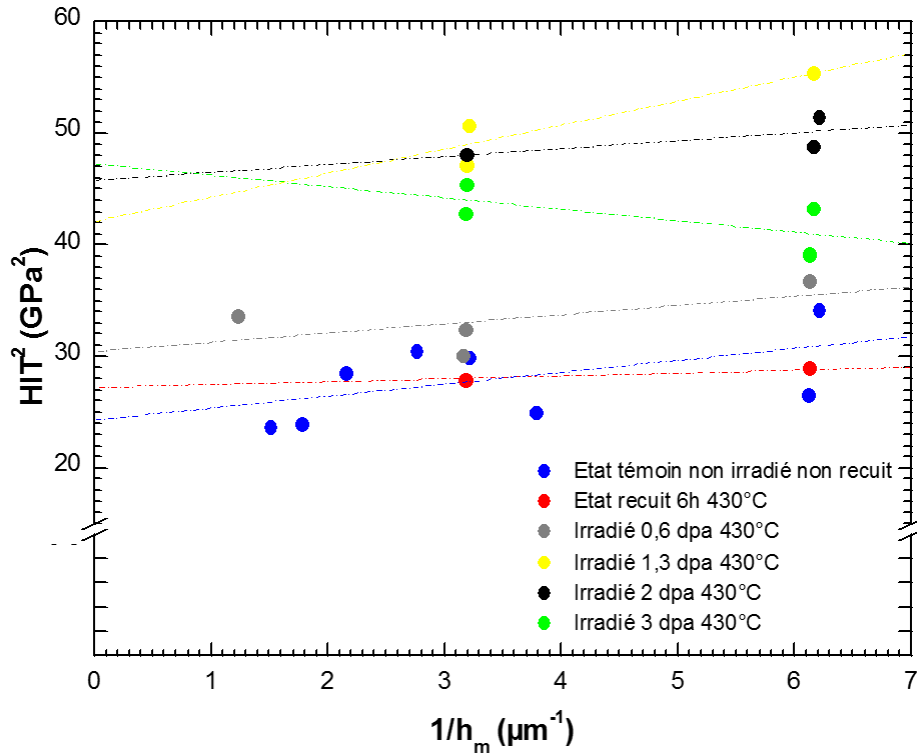


Figure IV- 10. Evolution du  $HIT^2$  en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation pour l'alliage TA6V étudié (essais de nano-indentation).

Tableau IV- 8. Estimation calculée de  $H_0$ ,  $\Delta H_0$ ,  $\Delta H_v$ ,  $\Delta\sigma$  et du taux de durcissement, pour l'alliage TA6V. Une valeur de  $R_m$  est estimée pour toutes les conditions à partir du  $\Delta\sigma$  et en prenant comme référence la valeur obtenue par essai de traction (950 MPa).

	$H_0$ (GPa)	$\Delta H_0$ (MPa)	$\Delta H_v$ (« MPa »)	$\Delta\sigma$ (MPa)	Taux de durcissement (%)	$R_m$ (MPa)
Témoin (non irradié, sans TTh)	4,9			Référence		
Non irradié, TTh 6h 430°C	5,2	258	24,3	73,7	7,8	1024
Irradié 0,6 dpa 430°C	5,5	603	57	173	18,2	1123
Irradié 1,3 dpa 430°C	6,5	1554	147	445	46,8	1395
Irradié 2 dpa 430°C	6,8	1848	175	529	55,7	1479
Irradié 3 dpa 430°C	7,0	2037,7	193	584	61,5	1534

Nous pouvons ainsi constater que le taux de durcissement augmente avec la dose et semble tendre vers une saturation. En effet, les valeurs d'ordonnée à l'origine pour les fortes doses sont très proches, ce qui conduirait à des valeurs de durcissement proches (Figure IV-10). Toutefois, à la dose de 3 dpa, nous pouvons constater que la pente est légèrement décroissante. L'obtention aux fortes doses de mesures supplémentaires pour des profondeurs comparables ainsi qu'à d'autres profondeurs permettrait de conclure sur l'évolution du taux de durcissement à forte dose.

### Comparaison entre les deux formalismes

Les deux formalismes prédisent un durcissement significatif du matériau sous irradiation, de l'ordre de 10% à 30% pour le premier et jusqu'à environ 60% pour le deuxième. Toutefois, les évolutions sont légèrement différentes. Alors que le formalisme simplifié présente un maximum de durcissement à dose modérée (1,3 dpa), le formalisme de Nix et Gao prédit plutôt une tendance à la saturation à partir de cette même dose. Le formalisme de Nix et Gao décrit probablement mieux l'évolution des propriétés mécaniques dans le cas de l'alliage TA6V.

Une comparaison de ces valeurs avec les données disponibles de la littérature [85,88] pour l'alliage TA6V est illustrée sur la Figure IV- 11. A partir des valeurs de la littérature, nous avons déduit les taux de durcissement induits par l'irradiation pour des doses inférieures à 0,6 dpa. Les taux de durcissement semblent dépendre de la température à laquelle les irradiations ont été réalisées. Ainsi, alors qu'une irradiation neutronique à la température de 60°C conduit à un taux de durcissement de l'ordre de 6% dans l'alliage de titane TA6V, une irradiation à la température de 150°C conduit à un taux de durcissement supérieur, de l'ordre de 18%. A la température de 350°C, l'alliage TA6V durcit encore plus, à hauteur de 25% à 35% voire même 50% pour des irradiations aux protons et aux neutrons. Les irradiations protoniques étant utilisées pour reproduire les microstructures et par conséquent aussi les évolutions des propriétés mécaniques des irradiations neutroniques (comme vu en section I-2.6.2), ces différences de taux de durcissement constatées entre irradiations protoniques et neutroniques proviennent probablement des différences de microstructures initiales dans l'alliage TA6V. Les taux de durcissement calculés à partir des données de la littérature pour une température d'essai de traction égale à température ambiante ou 350°C sont similaires [88]. La comparaison du taux de durcissement obtenu à partir de nos essais de nano-indentation sur l'alliage TA6V irradié aux ions  $Ti^{2+}$  ( $T_{irr} = 430^{\circ}C$  et  $T_{essai} = 22^{\circ}C$ ) avec ceux obtenus pour une température d'irradiation aux neutrons égale à la température d'essai de traction de 350°C, peut être faite. Pour rappel, la température de 430°C a été choisie pour simuler une microstructure après irradiation neutronique à une température proche de 350°C. Pour des doses comparables ( $< 0,6$  dpa), nous obtenons des valeurs de durcissement plus faibles que celles extraites de la littérature. A plus forte dose, on atteint des valeurs de taux de durcissement supérieures à 20%, le formalisme de Nix et Gao donnant même systématiquement un durcissement significativement supérieur au formalisme simplifié. Ajoutons toutefois que des valeurs de taux de durcissement plus faible (de l'ordre de la dizaine de % pour une dose d'environ 3 dpa) dans l'alliage TA6V après irradiation aux ions xénon par rapport aux neutrons ont aussi été observées par Amroussia et al. [96].

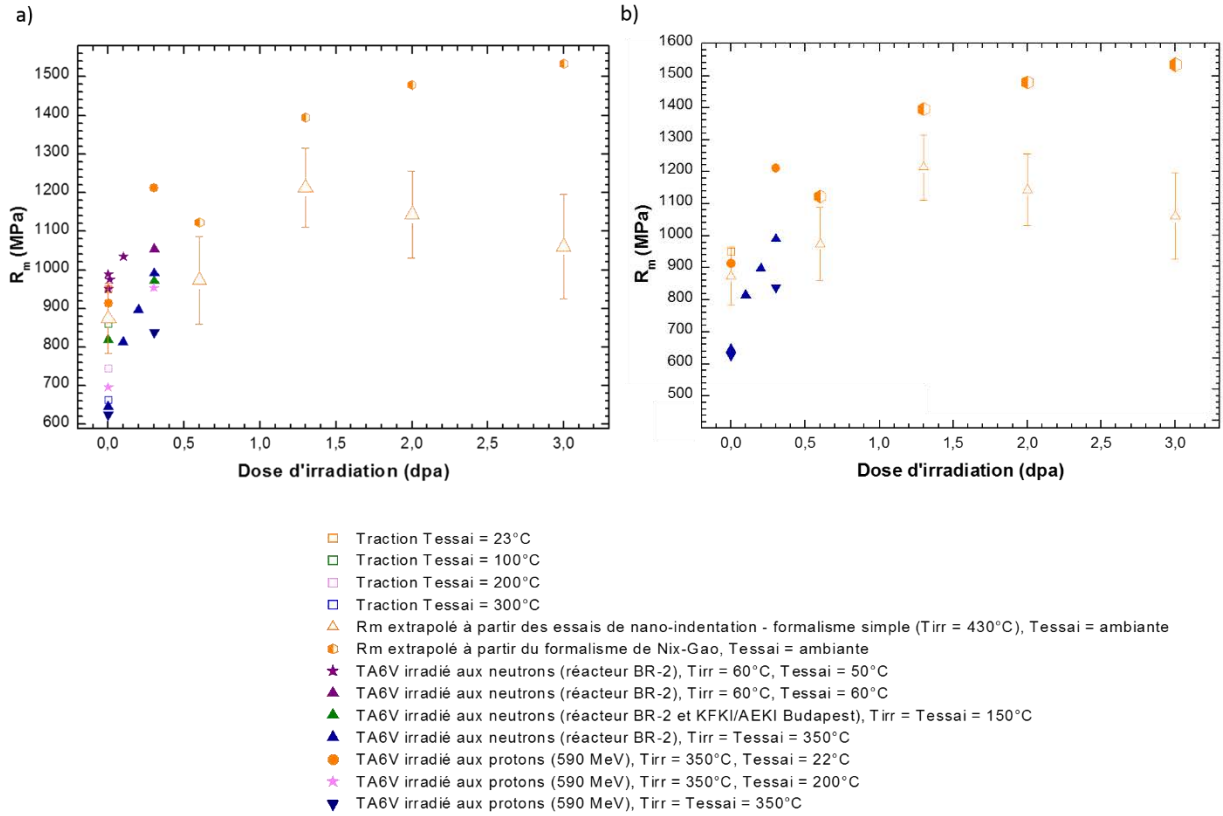


Figure IV- 11. Evolution de  $R_m$  en fonction de la dose d'irradiation pour l'alliage TA6V (essais de traction et nano-indentation) et comparaison avec des données de la littérature (a) toutes les données, b) uniquement les données à  $T_{irr} = 350^\circ\text{C}$  issues d'essais de traction [85,88].

#### 4.3.2. Corrélation du durcissement avec la microstructure

##### 4.3.2.1. Comparaison microstructure / propriétés mécaniques

Les dislocations ne semblent pas évoluer sensiblement entre l'état de réception et après irradiation à une dose de 1,3 dpa (section III- 3.2.2.1.2). A plus forte dose, la microstructure de dislocations initiale dans la phase  $\alpha$  laisse place par un réseau dense de dislocations enchevêtrées. Du fait de la complexité de la microstructure, nous n'avons pas quantifié l'évolution de la densité de dislocations au cours de l'irradiation. L'évolution de la densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , de précipités et du  $R_m$  en fonction de la dose est illustrée sur la Figure IV- 12.

Contrairement à l'alliage de titane T40, l'évolution de la microstructure et du  $R_m$  semble plus difficile à corréler. A faible dose (inférieure à 1,3 dpa), seule une fine précipitation d'une phase riche en vanadium est présente dans la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V. A l'inverse de la taille des précipités, leur densité évolue peu avec la dose. Au vue de ces résultats, il est difficile d'établir un lien direct entre l'augmentation de  $R_m$  et l'évolution de l'état de précipitation. Cependant, pour rappel, il avait été constaté à la dose de 1,3 dpa que les précipités étaient ancrés sur les dislocations. Cet ancrage des précipités sur les dislocations pourrait alors en partie expliquer cette forte augmentation de la résistance en traction entre 0,6 dpa et 1,3 dpa. Rajoutons aussi qu'il est probable que la densité de précipités déterminée

à la dose de 0,6 dpa soit surestimée car il a été très délicat d'identifier les différents variants d'orientation morphologique. Une augmentation de la densité des précipités entre les doses de 0,6 dpa et 1,3 dpa serait donc attendue, en accord avec l'augmentation importante du  $R_m$ . Aux plus fortes doses, en complément à la précipitation, nous avons observé des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , dont la densité évolue peu avec la dose, ainsi qu'un réseau de dislocations enchevêtrées. Du point de vue du  $R_m$ , on tend progressivement vers une asymptote horizontale avec la dose lorsque le formalisme de Nix et Gao est considéré et une diminution avec le formalisme simplifié. La présence des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et de ce réseau de dislocations ne conduit donc pas à une évolution notable des propriétés mécaniques, c'est-à-dire que ces boucles ainsi que ce réseau de dislocations seraient peu durcissants, comme pour l'alliage T40. Cette faible contribution peut paraître étonnante car les boucles sont de petite taille et en grand nombre. En revanche, la présence potentielle de ces boucles à la dose de 1,3 dpa pourrait contribuer au durcissement notable constaté. Malheureusement, nous n'avons pas décelé la présence de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  sur la lame irradiée à la dose de 1,3 dpa. Une différence de dose entre l'échantillon observé par MET (dose inférieure) et la zone considérée pour les essais de nano-indentation (dose supérieure) pourrait expliquer pourquoi nous n'observons pas de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  dès la dose de 1,3 dpa sur la lame MET.

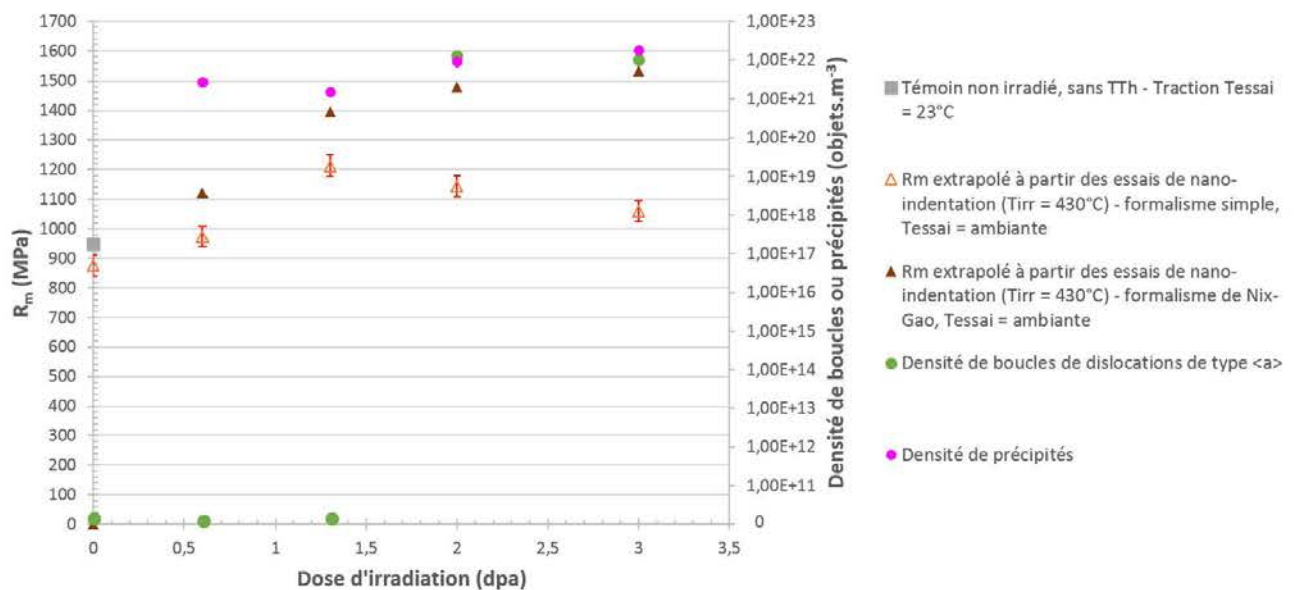


Figure IV- 12. Evolution du  $R_m$  en fonction de la dose d'irradiation pour l'alliage TA6V étudié (essais de traction et nano-indentation) et évolution de la densité de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et de précipités.

#### 4.3.2.2. Evaluation de la contribution des défauts au durcissement

Comme cela a été vu dans la section IV- 4.2.2.2, différents types d'obstacles entravent le mouvement des dislocations. Dans l'alliage TA6V, il s'agit des dislocations, des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et des précipités.

De même que pour l'alliage T40, le durcissement a été calculé en considérant chacune des méthodes de sommation (présentées en IV- 4.2.2.2). La démarche utilisée pour le calcul des contributions de chaque type de défaut est similaire à celle utilisée pour l'alliage T40. En plus de l'équation IV- 15 utilisée pour les boucles de dislocations de type <a>, l'équation IV- 18, complète l'approche en prenant en compte les précipités (équation de même forme que pour les boucles de dislocations de type <a>).

Le durcissement relatif aux précipités peut donc s'exprimer comme suit :

$$\Delta\sigma_{précipités} = \alpha_{précipités} \mu M b \sqrt{N_k d_k} \quad (\text{Equation IV-18})$$

Où :

$\alpha_{précipités}$  est compris entre 0 et 1,

$N_k$  est la densité de précipités

$d_k$  est le diamètre moyen de ces précipités.

Dans le cas de l'alliage TA6V, les différentes sommations données dans les équations IV- 11, IV- 12 et IV- 13 s'écrivent alors comme suit :

- Sommation linéaire

$$\Delta\sigma = \sum \Delta\sigma_k = \Delta\sigma_{dislocations} + \Delta\sigma_{boucles<a>} + \Delta\sigma_{précipités} \quad (\text{Equation IV-19})$$

- Sommation quadratique

$$\Delta\sigma = \sqrt{\sum \Delta\sigma_k^2} = \sqrt{(\Delta\sigma_{dislocations}^2 + \Delta\sigma_{boucles<a>}^2 + \Delta\sigma_{précipités}^2)} \quad (\text{Equation IV-20})$$

- Sommation linéaire et quadratique

$$\Delta\sigma = \Delta\sigma_{dislocations} + \sqrt{(\Delta\sigma_{boucles<a>}^2 + \Delta\sigma_{boucles<c>}^2)} \quad (\text{Equation IV-21})$$

Les données de la littérature ont été testées de manière à affiner les paramètres d'interaction  $\alpha$  du modèle. Le module de cisaillement ( $\mu$ ) pour l'alliage TA6V est 44 GPa [8]. Nous avons pris un facteur de Taylor (M) égal à 2, au même titre que Cockeram et al. [163] pour le Zircaloy-2 et 4 texturé. En effet, plus un matériau est texturé, plus son facteur de Taylor est faible. Ainsi, dans notre étude, l'alliage TA6V étant plus texturé que l'alliage T40 (facteur de Taylor pris égal à 2,5, section IV- 4.2.2.2), la valeur du facteur de Taylor a été prise plus faible. Le  $b_{boucles <a>}$  a été pris égal au  $b_{précipités}$  (traduisant tous deux un franchissement), comme suggéré par Satou et al. [167]. Dans le titane  $\alpha$ , il est égal à 0,289 nm. Comme mentionné précédemment, l'évolution de la densité des dislocations avec la dose n'a pas été établie. La contribution des dislocations au durcissement global du matériau n'a donc pas été prise en compte et aucun affinement sur le  $\alpha_{dislocations}$  n'a été réalisé.

Ce jeu de données a permis d'ajuster les coefficients  $\alpha_{boucles <a>}$  et  $\alpha_{précipités}$  pour l'alliage TA6V irradié.

Après affinement, les valeurs des coefficients sont les suivantes :

- $\alpha_{\text{boucles } \langle a \rangle} = 0,8 / \alpha_{\text{précipités}} = 0,95$  pour la sommation linéaire
- $\alpha_{\text{boucles } \langle a \rangle} = 1 / \alpha_{\text{précipités}} = 1$  pour les sommations quadratique et linéaire + quadratique (elles sont identiques puisque la contribution des dislocations n'est pas considérée)

Les valeurs de  $\Delta\sigma$  pour chacune des méthodes de sommation sont données dans le Tableau IV- 9. Précisons que la densité et la taille des précipités à la dose de 3 dpa ont été prises égales à celles obtenues par MET dans le cas de la dose 0,6 dpa fort flux, sans TTh car il a été constaté par SAT que les densités et tailles étaient similaires pour ces deux conditions de dose sans TTh préalable). La sommation linéaire semble être la mieux adaptée pour décrire l'alliage TA6V irradié à plus forte dose. Pour évaluer la contribution de chaque type de défauts en fonction de la dose d'irradiation, nous avons reporté sur la Figure IV- 13 chaque contribution calculée à partir de la sommation linéaire, pour chaque dose donnée. Entre 1,3 dpa et 2 dpa, l'évolution de durcissement est plus modérée, ce qui tendrait à suggérer que la contribution des dislocations, non prise en compte, serait modérée.

Les premiers résultats montrent que les précipités et les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  contribuent notablement au durcissement de l'alliage, avec une contribution légèrement plus importante pour les précipités, de l'ordre de 60%. Ceci est en accord avec la littérature [84]. La forte valeur de  $\alpha$  déterminée pour les précipités montrerait qu'ils sont très durcissants. Les fortes valeurs de  $\alpha$  calculées pour les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  indiqueraient que ces boucles sont aussi fortement durcissantes et laisseraient penser que les précipités ne peuvent expliquer, seuls, un durcissement aussi important que celui constaté à la dose de 1,3 dpa. Cette valeur de  $\alpha$  pour les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  paraît, au premier abord, élevée en comparaison à celle relativement faible dans le cas de l'alliage T40 et celle de la gamme habituellement rencontrée (0,2-0,5). Cependant, les densités sont plus importantes et leur taille plus petite en comparaison à celles relevées dans l'alliage T40, et peuvent contribuer notablement au durcissement. Il est à noter que ces grandeurs sont comparables à celles obtenues lors d'une irradiation à la température de 300°C. Il a d'ailleurs été vu dans la section I- 2.6.2 qu'une irradiation neutronique à des températures inférieures à 250°C conduisaient à un fort durcissement du matériau.

Pour rappel, nous avons un écart d'un facteur 8 entre les mesures de densités de précipités obtenues par SAT et par MET pour les doses de 0,6 dpa et 3 dpa fort flux (sans TTh préalable à l'irradiation). Aucun essai de nano-indentation n'a pu être conduit sur ces échantillons. En reprenant les calculs des  $\alpha$  sur la base de densités de précipités augmentées d'un facteur 8 pour toutes les doses (0,6 dpa, 1,3 dpa, 2 dpa et 3 dpa, fort flux, avec TTh préalable à l'irradiation), des valeurs de  $\alpha_{\text{boucles } \langle a \rangle} = 0,35$  et  $\alpha_{\text{précipités}} = 0,45$ , sont obtenues avec la sommation linéaire. Cette première approximation permet de retrouver des valeurs de  $\alpha$  plus faibles et plus semblables à celles rencontrées dans la littérature. Ces valeurs traduisent tout de même un caractère plus durcissant que celles obtenues pour l'alliage T40.

Tableau IV- 9. Calcul du  $\Delta\sigma$ , pour chacune des méthodes de sommation des contributions des défauts microstructuraux, et rappel des valeurs expérimentales obtenues à partir du  $H_0$  (avec le formalisme de Nix-Gao) pour l'alliage TA6V.

	Calcul linéaire	Calcul quadratique	Calcul linéaire + quadratique	Valeurs expérimentales $\Delta R_m$
Témoin (non irradié, sans TTh)	0	0	0	0
Irradié 0,6 dpa 430°C	128	134	134	173
Irradié 1,3 dpa 430°C	120	126	126	445
Irradié 2 dpa 430°C	536	432	432	529
Irradié 3 dpa 430°C	591	487	487	584

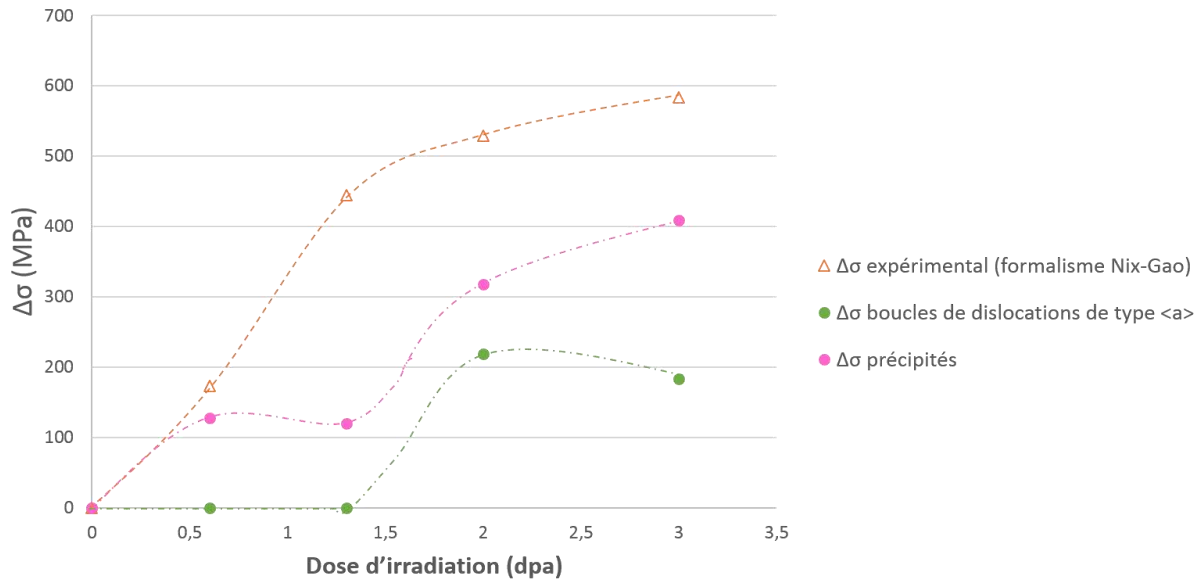


Figure IV- 13. Contribution de chaque type de défauts et leur évolution avec la dose d'irradiation dans l'alliage de titane TA6V.

## 5. BILAN

Ce travail de thèse a permis de mettre en évidence la présence de différents types de défauts microstructuraux après irradiation et de mettre en exergue le rôle de la composition chimique des phases sur le domaine d'apparition des défauts observés.



L'effet des différents paramètres explorés, sur les dislocations et boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , pourrait s'expliquer, pour les deux alliages de titane, en s'appuyant sur les différents régimes de températures explicités dans la littérature. L'absence d'effet de la dose et du flux, pour les deux alliages de titane étudiés, sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , pour une température d'irradiation de 300°C n'est pas surprenante et semble pouvoir s'expliquer par la faible mobilité des défauts ponctuels dans ce régime dit de « basse température ». A 430°C, pour l'alliage T40, les grains  $\alpha$  contiennent un petit nombre de grosses boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et un réseau dense de dislocations enchevêtrées. Nous avons associé cette température au régime « haute température », où l'augmentation de la température entraîne une diminution de la densité et une augmentation de leur diamètre. L'absence de boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$ , dans l'alliage T40 à la dose de 0,6 dpa fort flux, a été inattendue mais peut être expliquée en partie par le fait que dans le domaine « haute température », l'élimination des défauts ponctuels aux puits est prédominante sur la recombinaison. Les dislocations servent alors de puits et consomment l'essentiel des défauts ponctuels retardant ainsi l'apparition des boucles. Cela se traduit par une restauration du réseau de dislocations de l'état initial. L'augmentation en taille des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  associée à leur diminution en densité, avec la diminution du flux à 430°C s'explique par le couplage flux (temps)/température pour obtenir une microstructure donnée (diminuer le flux équivaut à augmenter la température). Dans le cas de l'alliage TA6V, des tendances similaires à l'alliage T40 pour les influences de la dose et du flux à 430°C sont observées avec des effets moins marqués. La chimie de la phase  $\alpha$  semble donc impacter la microstructure d'irradiation avec un décalage du régime dit de « haute température » vers des températures plus élevées. Dans le cas de l'alliage TA6V irradié à 430°C, les phénomènes de diffusion moins marqués sont confirmés par la restauration du réseau initial de dislocations plus lente que pour l'alliage T40. La présence d'un TTh préalable à l'irradiation dans le cas de l'alliage TA6V semble décaler le régime dit de « haute température » vers des températures un peu plus basses.

Les boucles à composante  $\langle c \rangle$ , habituellement observées dans les alliages de zirconium en moins grande quantité que dans l'alliage T40, présentent la particularité de se défauter avec l'augmentation de la température. Ces boucles parfaites, plus mobiles, ont alors un aspect très sinueux. L'absence d'effet de la dose et du flux, à 300°C, signifie que la densité linéique de boucles à composante  $\langle c \rangle$  est déjà saturée, à une dose aussi faible que 0,6 dpa. A 430°C (avec et sans TTh préalable), le délai plus important d'apparition des boucles à composante  $\langle c \rangle$  qu'à 300°C, peut s'expliquer par l'apparition plus précoce de l'émission thermique de lacunes dans la phase de nucléation, qui conduirait à l'élimination des boucles à composante  $\langle c \rangle$  à la suite de leur nucléation.

Les précipités, observés dans l'alliage de titane TA6V, semblent se former par germination hétérogène. A 430°C, les phénomènes de diffusion accélérée sous irradiation, jouent un rôle important dans la présence de ségrégation, à l'origine de la germination des précipités (phénomène du RIS). La composition chimique des précipités est proche de celle prédite à l'équilibre thermodynamique à la température de 430°C. A 300°C, la germination hétérogène est favorisée par la formation de clusters riches en vanadium dans les cascades, mais une germination favorisée par RIS n'est toutefois pas à écarter. L'augmentation en taille et la diminution en densité avec la température est due à une compétition entre barrière de nucléation et longueur de diffusion en vanadium. A 430°C, la taille et la densité de précipités

évoluent peu dès la dose de 0,6 dpa. L'explication de l'augmentation de la taille et la diminution de la densité des précipités avec la diminution du flux d'irradiation est la même que pour l'effet du flux sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  (diminuer le flux = augmenter la température). La présence d'un TTh préalable à l'irradiation semble confirmer l'influence des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  comme sites de germination des précipités.

D'un point de vue mécanique, l'utilisation de différents formalismes a permis d'estimer l'évolution de la résistance mécanique maximale  $R_m$  en fonction de la dose d'irradiation à partir des essais de nano-indentation. Il a ainsi été montré que les alliages de titane étudiés présentent des comportements mécaniques différents après irradiation à 430°C. Ainsi, l'alliage TA6V se différencie par un durcissement plus important. Nous avons ensuite tenté d'attribuer une contribution de chacun des défauts au durcissement global des alliages. Pour l'alliage T40, la contribution des boucles à composante  $\langle c \rangle$  est majoritaire à faible dose (0,6 dpa) alors que c'est la contribution des défauts de type  $\langle a \rangle$  qui devient majoritaire à plus forte dose. Pour l'alliage de titane TA6V, les précipités contribuent seuls au durcissement à faible dose, et à plus forte dose, précipités et boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  sont responsables du durcissement.



# Conclusions et perspectives

## 1. CONCLUSIONS

L'utilisation des alliages de titane, en remplacement des aciers inoxydables classiquement utilisés dans les chaufferies nucléaires, est envisagée dans un objectif d'allègement de la structure, de diminution de l'exposition radiologique des personnels en cours de maintenance et de démantèlement, d'une meilleure tenue à la corrosion en milieu primaire tout en conservant des propriétés mécaniques similaires [1].

L'objectif de ces travaux de thèse a été d'enrichir les connaissances actuelles sur les évolutions microstructurales et les propriétés mécaniques des alliages de titane sous irradiation et de contribuer, à terme, à une justification étayée de l'utilisation du titane auprès des autorités de sûreté nucléaire.

L'étude s'est intéressée à deux alliages de titane industriels : le T40 et le TA6V. Ces deux alliages ont été sélectionnés car il existe une littérature relativement riche tant d'un point de vue des microstructures que des propriétés mécaniques, en partie lié à leur large utilisation dans le domaine de l'aéronautique, du naval de défense et de la pétrochimie. Par ailleurs, ces deux alliages sont suffisamment différents pour permettre une étude plus fondamentale notamment sur l'effet de la chimie des phases sous irradiation.

Une étude paramétrique des effets d'irradiations (température, dose, flux) sur ces deux alliages de titane a été menée grâce à des irradiations aux ions réalisées sur la plateforme JANNuS – Saclay à deux températures (300°C et 430°C), deux doses (0,6 et 3 dpa) et deux flux (plus d'un ordre de grandeur entre les deux flux utilisés). La caractérisation de la microstructure des matériaux à l'état de réception et après les différentes expériences d'irradiation a été réalisée principalement par microscopie électronique en transmission et sonde atomique tomographique. L'évolution du comportement mécanique a été abordée au travers d'essais de nano-indentation sur les deux alliages irradiés à la température de 430°C.

Ces travaux de thèse ont permis tout d'abord de mettre en évidence les différents types de défauts habituellement observés dans les alliages de titane irradiés (dislocations, boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et précipités dans l'alliage TA6V). Des boucles à composante  $\langle c \rangle$ , non clairement observées jusqu'alors dans les alliages de titane, ont été mises en évidence dans l'alliage T40 dans ces travaux de thèse. La précipitation riche en vanadium dans la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V présente à partir de 350°C dans le cas d'irradiations neutroniques [169], a été observée en quantité importante dès la température de 300°C, lors des irradiations aux ions  $\text{Ti}^{2+}$ .

Ces travaux de thèse ont ensuite permis d'affiner la compréhension des effets de la dose, du flux d'irradiation et de la température d'irradiation sur l'évolution microstructurale des alliages de titane et plus succinctement sur la réponse mécanique. L'analyse de l'influence de ces différents paramètres sur la microstructure et les propriétés mécaniques a reposé notamment sur un comptage précis des défauts. Les données sur le titane irradié ont ainsi pu être enrichies. En effet, elles sont peu exhaustives dans la littérature, en général à faible dose et ne traitent ni de l'alliage T40, ni des effets du flux d'irradiation. Dans le cas de l'alliage de titane TA6V, des données quantitatives ont en particulier pu être fournies aux températures

d'irradiation de 300°C et 430°C à la fois sur la taille et la densité des précipités mais aussi sur l'évolution de leur chimie en fonction des conditions d'irradiation. La chimie des précipités d'aussi petite taille et l'étude des précipités à la température de 300°C, n'ont jamais été traités auparavant, à notre connaissance. Grâce à l'ensemble de ces données, des mécanismes décrivant l'évolution des défauts microstructuraux ont pu être proposés et ces évolutions ont pu être corrélées aux évolutions mécaniques du matériau (durcissement sous irradiation).

Les effets de ces paramètres peuvent se résumer ainsi :

- Effet de la dose et du flux (basse température) : A la température de 300°C, peu d'effet de la dose et du flux sur les boucles de dislocations de type <a>, pour les deux alliages, est à mentionner. Il en est de même pour les boucles à composante <c> (alliage T40). Cette absence d'effet notable de la dose et du flux sur les boucles s'explique par la faible mobilité des défauts à cette température de 300°C.
- Effet de la température : L'augmentation de la température se traduit, dans les deux alliages de titane, par une augmentation de la taille et une diminution de la densité des boucles de dislocations et des précipités (uniquement présents dans l'alliage TA6V). Dans le cas des boucles de dislocations de type <a>, pour lesquelles l'effet est plus marqué pour l'alliage T40 que pour l'alliage TA6V, cette évolution s'explique par un changement de régime d'irradiation par rapport au 300°C. Concernant la fine précipitation dans la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V, elle est favorisée par la présence de canaux riches en vanadium à 430°C et de clusters riches en vanadium à 300°C. L'augmentation de la température conduit à une diminution de la densité et une augmentation de la taille que nous attribuons à la compétition entre les limites thermodynamique et cinétique.
- Effet de la dose à 430°C : Avec ou sans TTh préalable, une dose seuil d'apparition plus tardive des boucles de dislocations de type <a> dans l'alliage T40 est observée et est probablement due à l'absorption d'une partie des défauts ponctuels par le réseau initial de dislocations. Cette absorption des défauts ponctuels par les dislocations est favorisée par les phénomènes de diffusion qui deviennent importants à cette température et se traduit par la restauration du réseau initial de dislocations. D'un point de vue mécanique, l'évolution de la microstructure (apparition des boucles à composante <c> et de boucles de dislocations de type <a> dans la phase  $\alpha$ ) à 430°C ne semble pas avoir de conséquence importante puisque peu de durcissement est noté sous irradiation, en comparaison à l'état brut de réception. Concernant l'alliage TA6V, peu d'effet de dose est constaté sur l'évolution des défauts (boucles de dislocations de type <a> et précipités, dans le cas d'irradiation sans TTh préalable). En revanche, une évolution des défauts (augmentation en taille et en densité des défauts) est constatée dans le cas d'irradiation avec TTh préalable. Mécaniquement, cette évolution de la microstructure observée lors d'irradiations précédées par un TTh se traduit par un durcissement de plusieurs dizaines de pourcents. En complément, il faut ajouter que les différences de durcissement importantes entre les deux alliages étudiés peuvent s'expliquer par les contributions de chacun des défauts présents dans la microstructure.
- Effet du flux à 430°C : La réduction du flux se traduit, pour l'alliage T40, par une dose seuil d'apparition des boucles abaissée et une influence de la température plus

marquée, et dans l'alliage TA6V, par une évolution en taille et densité des défauts d'irradiation. Cette différence s'explique par l'équivalence flux (temps)/température (diminuer le flux revenant à augmenter la température d'irradiation).

- Effet matériau : Quelle que soit la température, la microstructure d'irradiation dans la phase  $\alpha$  des deux alliages diffère, puisque la présence de vanadium dans la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V conduit à la formation de fins précipités. Toutefois, en excluant cette précipitation, à 300°C, les deux alliages de titane ont des microstructures de dislocations (boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  et dislocations) similaires. En revanche, à 430°C, l'alliage T40 est dépourvu de boucles de dislocations à faible dose (0,6 dpa). Cette différence est attribuée à la différence de chimie dans la phase  $\alpha$  qui semble décaler le régime dit de « haute température » vers des températures plus élevées.

Ainsi, les différents travaux réalisés durant cette thèse pouvant favoriser un des deux alliages de titane pour une utilisation dans le domaine du nucléaire doivent être comparés aux résultats obtenus dans le projet ANR, du point de vue de l'hydruration [2,170].

## 2. PERSPECTIVES

Dans la continuité de ces travaux de thèse, il serait intéressant de :

- Compléter l'ensemble des expériences d'irradiation réalisées avec de nouvelles températures. D'un point de vue de l'utilisation dans le domaine du nucléaire, des études à des températures proches de 300°C seraient plus pertinentes puisque les alliages de titane ne sont pas envisagés pour des utilisations à des températures supérieures à 430°C, compte-tenu de l'effondrement des caractéristiques mécaniques à des températures supérieures à 430°C. Même si l'on peut s'attendre à ce qu'il n'y ait pas d'effet de la dose et du flux d'irradiation à des températures inférieures à 300°C (étant donné qu'à 300°C aucun effet notable n'est mis en évidence), il paraît intéressant de s'en assurer ainsi que d'évaluer l'évolution à des températures légèrement supérieures. Des irradiations à des températures supérieures à 430°C peuvent également être intéressantes d'un point de vue plus fondamental de compréhension du comportement sous irradiation (le phénomène de gonflement est-il présent à plus haute température ? Comment évolue la précipitation à plus haute température ?, ...).
- Compléter l'analyse du comportement mécanique. En particulier, des essais de nano-indentations après irradiation à 300°C permettraient une première approche mécanique dans le régime « basse » température. Pour l'alliage de titane TA6V, ils permettraient d'évaluer la contribution des précipités au durcissement.
- Compléter l'approche « statique » des caractérisations *post* irradiations aux ions par une approche « dynamique » de caractérisations *in-situ* (irradiations aux électrons dans un MET Très Haute Tension) dans le but d'accéder à la cinétique de germination et de croissance des défauts induits sous irradiation.
- Comprendre plus avant la présence des précipités formés sous irradiation dans l'alliage TA6V en modifiant la composition chimique nominale (en particulier le vanadium) et en effectuant un traitement thermique *post* irradiation.

- Compléter l'analyse du comportement sous irradiation par des données microstructurales et mécaniques obtenues par irradiations aux neutrons de nos deux alliages de titane. En particulier l'irradiation aux neutrons d'échantillons massifs permettrait des caractérisations mécaniques à une échelle plus macroscopique, type essais de traction par exemple.

Toutes ces données quantitatives, présentes et futures, pourront alors nourrir une approche de modélisation en servant de données d'entrée et de comparaison afin de fournir une meilleure compréhension des comportements obtenus sous irradiation.



## Table des annexes

Annexe A1 : .....	193
Analyse microstructurale par MEB – EBSD : Cartographies et <i>post</i> traitement.....	193



## Annexe A1 :

Analyse microstructurale par MEB – EBSD : Cartographies et *post* traitement

Dans le but d’obtenir des informations sur la texture et les distributions en taille de grains du matériau d’étude, des cartographies d’orientations cristallines ont été réalisées à partir des analyses en MEB – EBSD.

### 1. CARTOGRAPHIES D’ORIENTATION

Les cartographies d’orientation sont constituées de pixels (1 pixel = 1 point de mesure) de coordonnées (x,y), auxquels sont attribuées des valeurs relatives à la mesure d’orientation suivant un repère macroscopique. Deux modes de représentation des cartographies sont proposées :

- **Indice de qualité** du cliché de diffraction (appelé contraste de bandes) correspondant à la luminosité des bandes de diffraction d’un cliché par rapport à la luminosité du fond normalisé. Chaque pixel se voit attribuer un niveau de gris en fonction de la valeur du contraste de bande du cliché. Les joints de grains sont généralement représentés par des points sombres (2 clichés de diffraction superposés, donc peu de contraste de bande = bas indice de qualité). A l’inverse, les zones peu déformées, comme les grains recristallisés, sont représentées par des points clairs (bande de diffraction intense, donc fort contraste = haut indice de qualité). Cet indice, influencé par l’intensité de diffraction des phases, la densité de dislocations et l’orientation cristallographique, permet d’obtenir une information sur la morphologie de la microstructure. A titre d’exemple, la cartographie en contraste de bande de l’alliage de titane T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  est donnée Figure A1- 1. Les points non indexés se trouvent soit aux joints de grains, soit dans les grains mais de « manière isolée » et leur répartition spatiale est aléatoire.

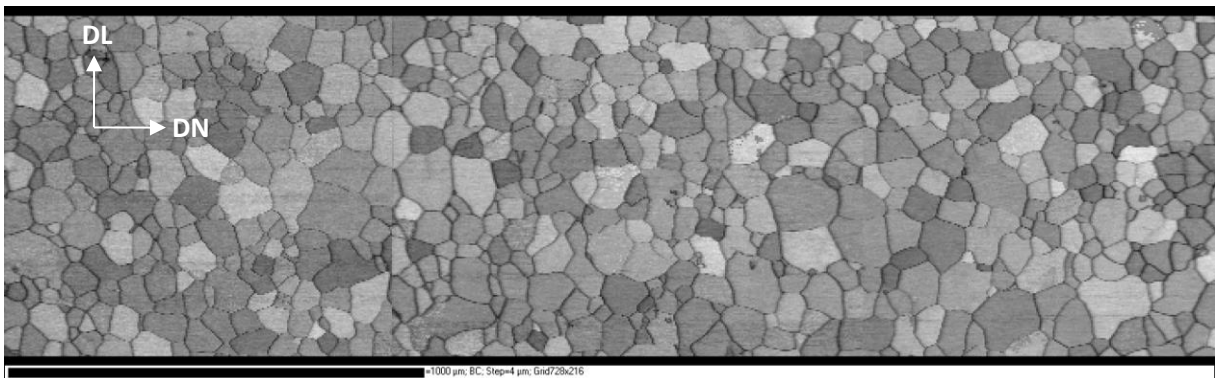


Figure A1- 1. Cartographie en contraste de bande de l’alliage T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ .

- **Orientation des plans**  $\{hkl\}$  représentant la distribution des plans  $\{hkl\}$  suivant le code couleur donné par le triangle standard pour une direction macroscopique choisie. Cette représentation par un système de couleur permet de visualiser rapidement la présence d'une texture plus ou moins marquée. Pour exemple, la cartographie brute de l'alliage de titane T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  est donnée Figure A1- 2.

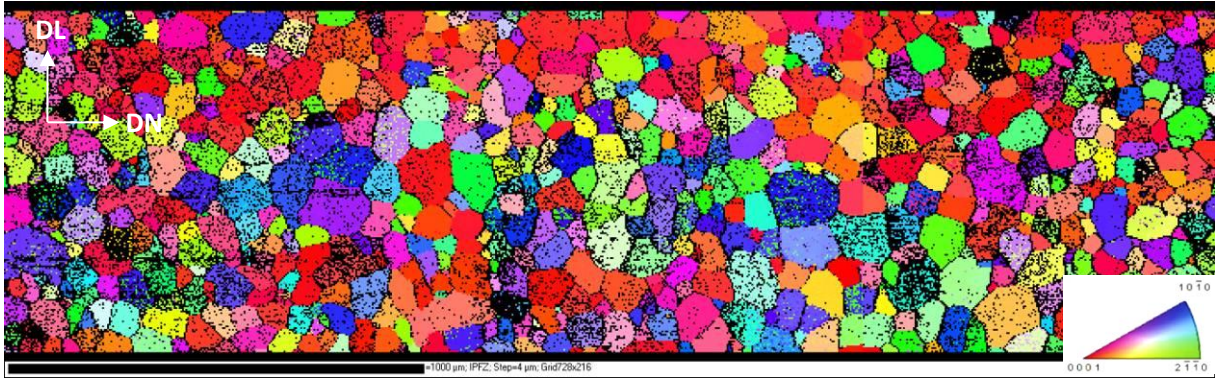


Figure A1- 2. Cartographie d'orientation brute des plans  $\{hkl\}$  de l'alliage de titane T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ .

Les cartographies brutes présentent un certain nombre de points non indexés, liés à un état de surface de l'échantillon imparfait ou liés à la microstructure (au niveau des joints de grains, fissures, ...). Les cartographies brutes sont ensuite reconstruites.

## 2. PROCEDURE DE NETTOYAGE/RECONSTRUCTION

L'étape de reconstruction consiste alors :

- à supprimer les grains isolés de faible taille (un ou quelques pixels). Les grains détectés de diamètre inférieur à 4 pixels ont été jugés non représentatifs et ont été supprimés.
- à supprimer les pixels isolés (incorrectement indexés). L'orientation des plus proches voisins leurs ont alors été attribués.
- à indexer par extrapolation des points non indexés (solutions zéro). Les points non indexés ont été indexés par extrapolation en leur attribuant l'orientation de leurs 8 plus proches voisins indexés puis 7, 6 et 5 voisins indexés.

A titre d'exemple, la cartographie d'orientation après reconstruction des plans  $\{hkl\}$  de l'alliage de titane T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  est donnée Figure A1- 3. La cartographie semble alors montrer la présence d'une texture préférentielle de fibre selon la direction de laminage (coloration rouge).

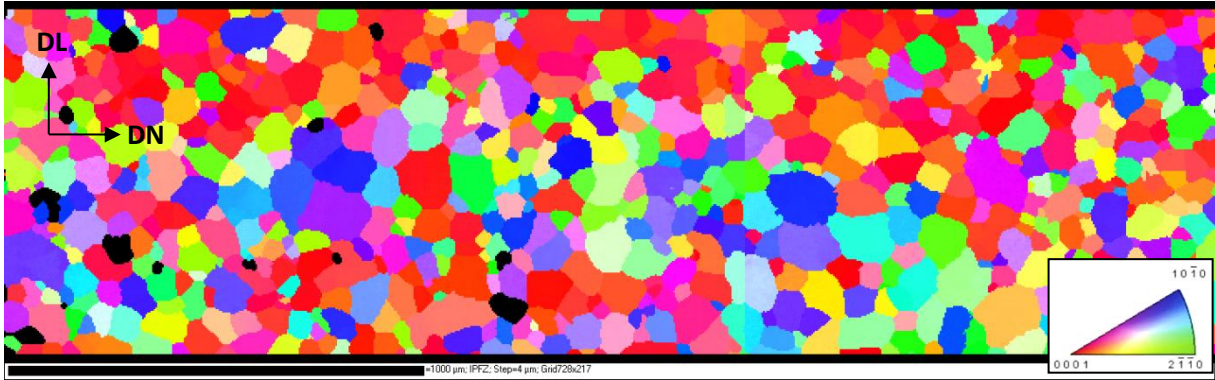


Figure A1- 3. Cartographie d'orientation après reconstruction des plans  $\{hkl\}$  de l'alliage de titane T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ .

Ces cartographies sont ensuite complétées par les figures de pôle. Dans le cas de l'alliage T40, la figure de pôle du plan de base  $\{0002\}$ , illustrée Figure A1- 4, fait apparaître des axes  $\langle c \rangle$  étalés dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ , avec un maximum situé proche  $\overline{DN}$ . Les plans prismatiques d'ordre 1  $\{10\overline{1}0\}$  et d'ordre 2  $\{11\overline{2}0\}$  sont orientés suivant la direction  $\overline{DL}$ , avec un étalement dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DT})$ . L'alliage T40 présente une texture préférentielle dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ .

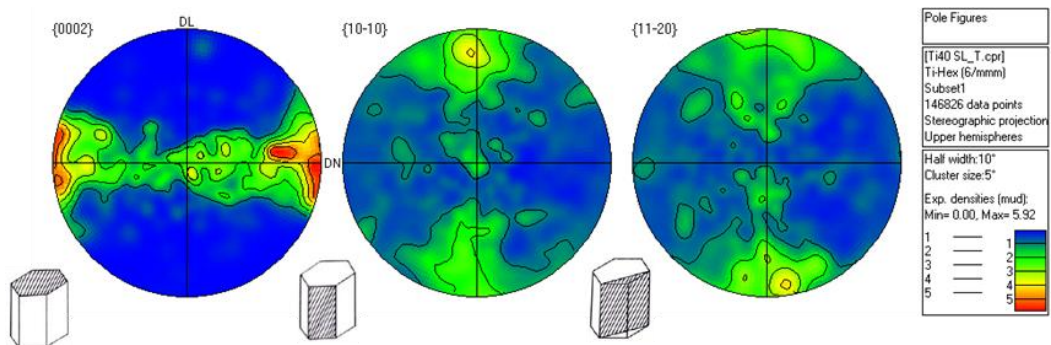


Figure A1- 4. Figures de pôles du plan de base  $\{0002\}$  et des plans prismatiques  $\{10-10\}$  et  $\{11-20\}$  de l'alliage de titane T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ .

### 3. ORIENTATION CRISTALLINE DE L'ALLIAGE T40

La cartographie d'orientation après reconstruction (Figure A1- 5) de l'alliage T40 met en évidence une coloration dominante vert et bleu, indiquant une orientation cristallographique préférentielle, avec une majorité des plans prismatiques d'ordre 1 et 2 orientés dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ . Ceci est confirmé par les figures de pôles des plans prismatiques d'ordre 1  $\{10\overline{1}0\}$  et d'ordre 2  $\{11\overline{2}0\}$  (Figure A1- 6) qui sont orientés suivant la direction  $\overline{DL}$ . La figure de pôle du plan de base  $\{0002\}$  fait apparaître des axes  $\langle c \rangle$  étalés dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ , avec un maximum situé proche de  $\overline{DN}$  et  $\overline{DT}$ .



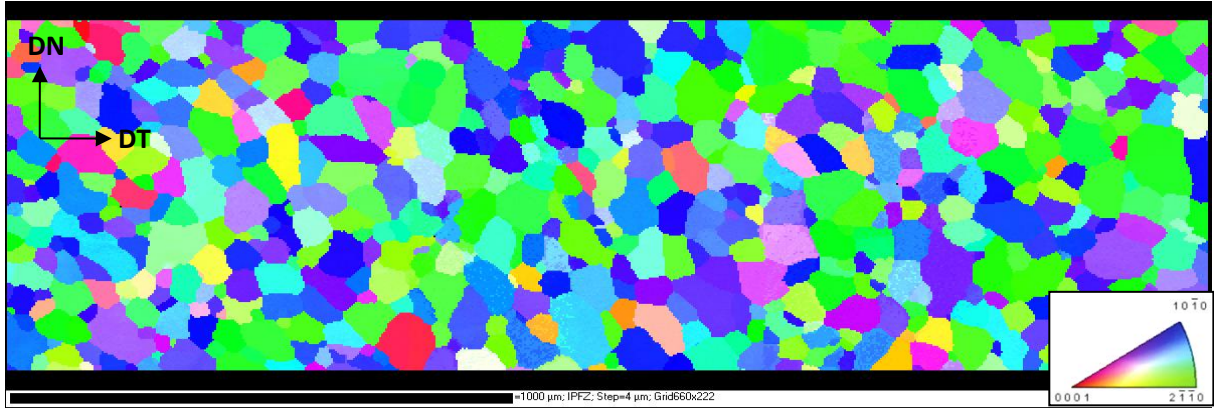


Figure A1- 5. Cartographie d'orientation reconstruite des plans  $\{hkl\}$  de l'alliage T40 dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ .

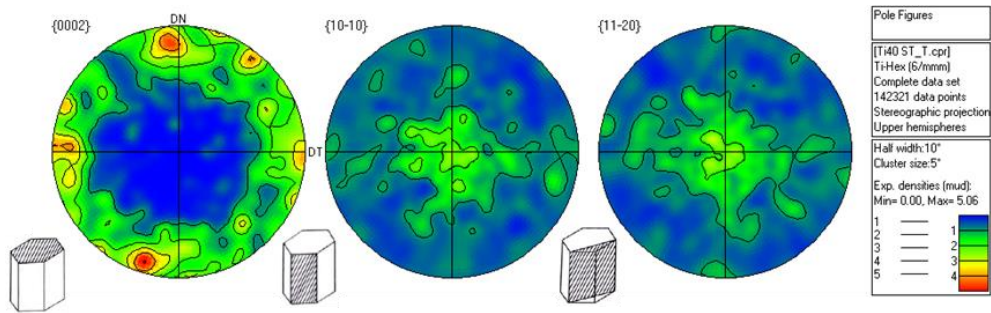


Figure A1- 6. Figures de pôles du plan de base  $\{0002\}$  et des plans prismatiques  $\{10-10\}$  et  $\{11-20\}$  de l'alliage T40.

Les analyses réalisées en MEB – EBSD dans ces travaux de thèse sont en accord avec celles réalisées par TIMET, sur des zones plus étendues, dans les plans  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  (Figure A1- 7 et Figure A1- 8) et  $(\overline{DN}, \overline{DT})$  (Figure A1- 9 et Figure A1- 10).

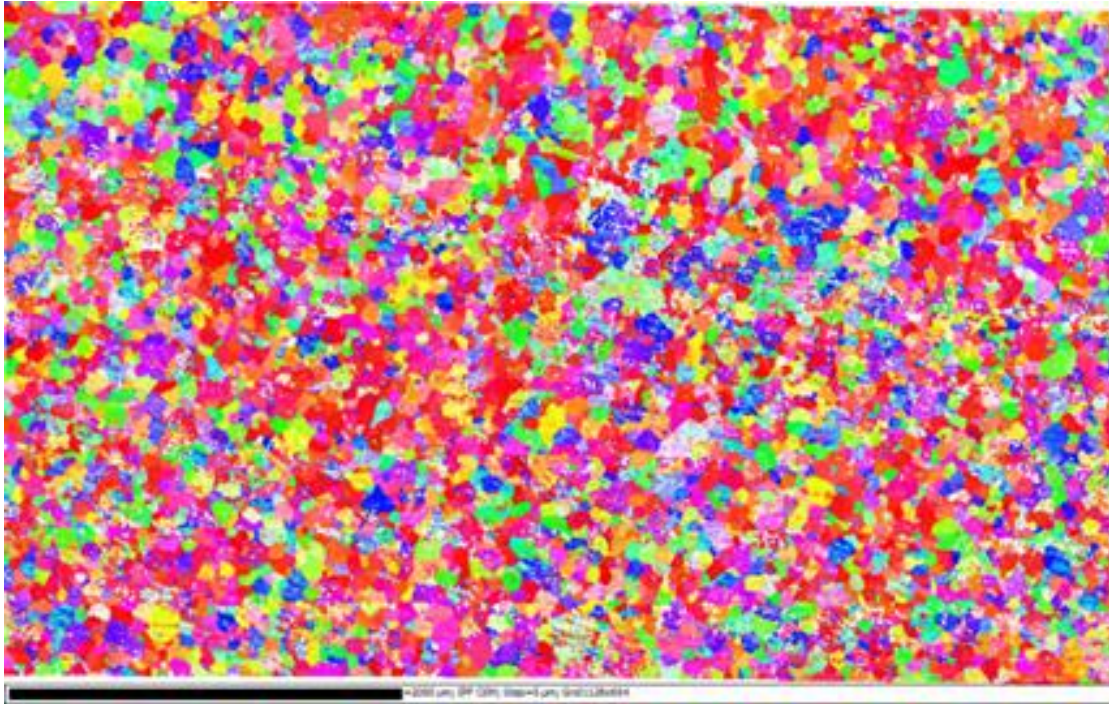


Figure A1- 7. Cartographie d'orientations de l'alliage T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ . Analyses réalisées par TIMET.

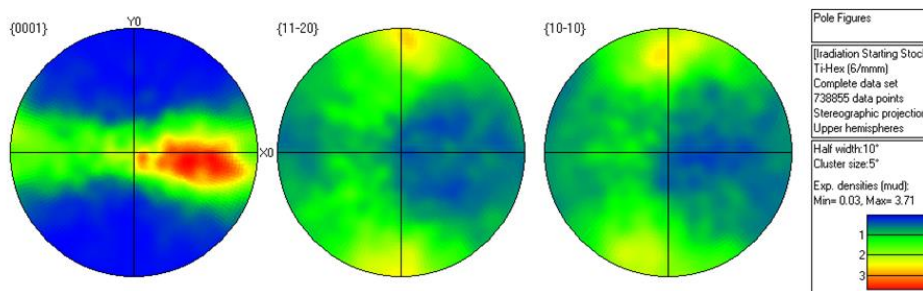


Figure A1- 8. Figures de pôle de l'alliage T40 dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ . Analyses réalisées par TIMET.



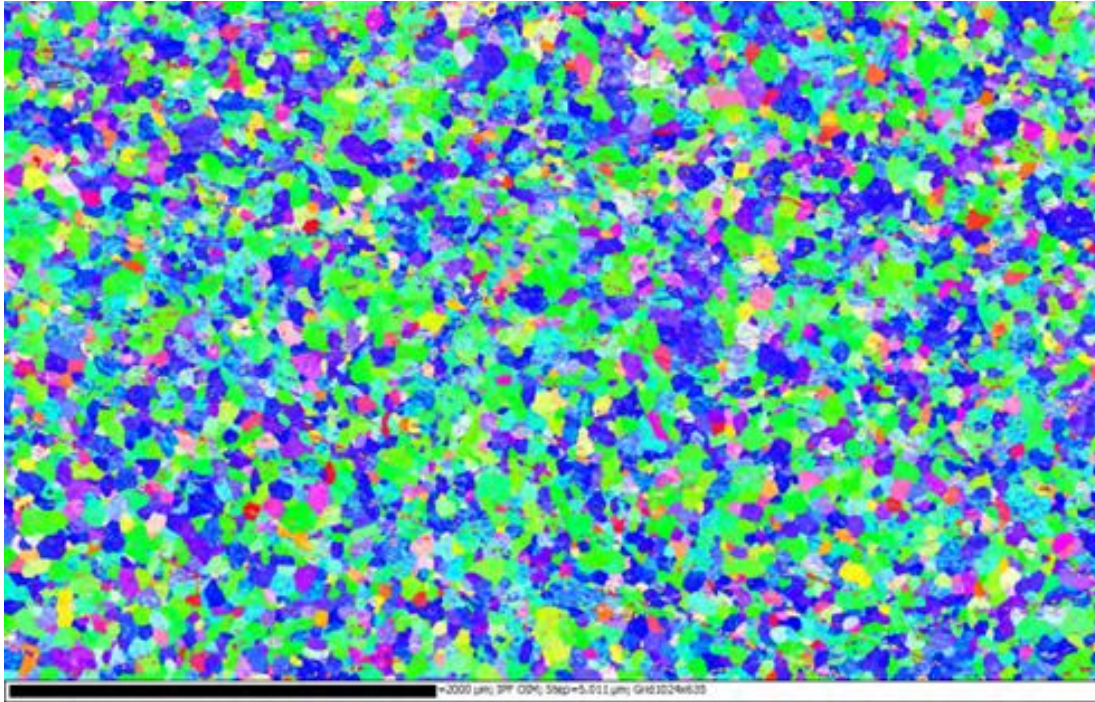


Figure A1- 9. Cartographie d'orientations de l'alliage T40 dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ . Analyses réalisées par TIMET.

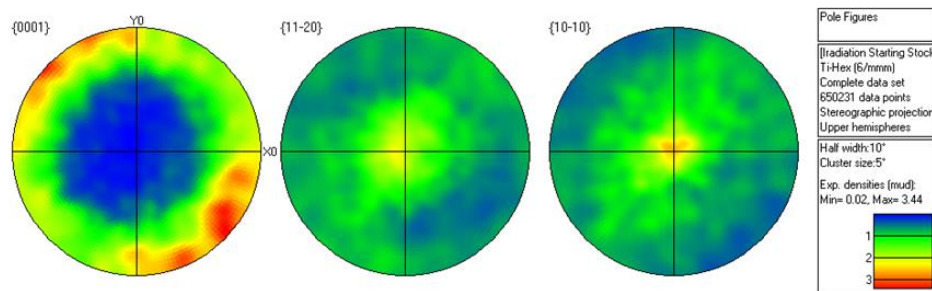


Figure A1- 10. Figures de pôle de l'alliage T40 dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ . Analyses réalisées par TIMET.

#### 4. ORIENTATION CRISTALLINE DE L'ALLIAGE TA6V

De la même manière que pour l'alliage T40, des analyses MEB – EBSD ont été conduites sur l'alliage TA6V. Les cartographies d'orientation obtenues Figure A1- 11 mettent en évidence la présence de macro-zones dans lesquelles on va trouver une orientation préférentielle (par exemple, grains colorés en vert, orientés selon le plan  $\{11\overline{2}0\}$  sur la partie basse de la figure a ou au milieu de la figure b)).

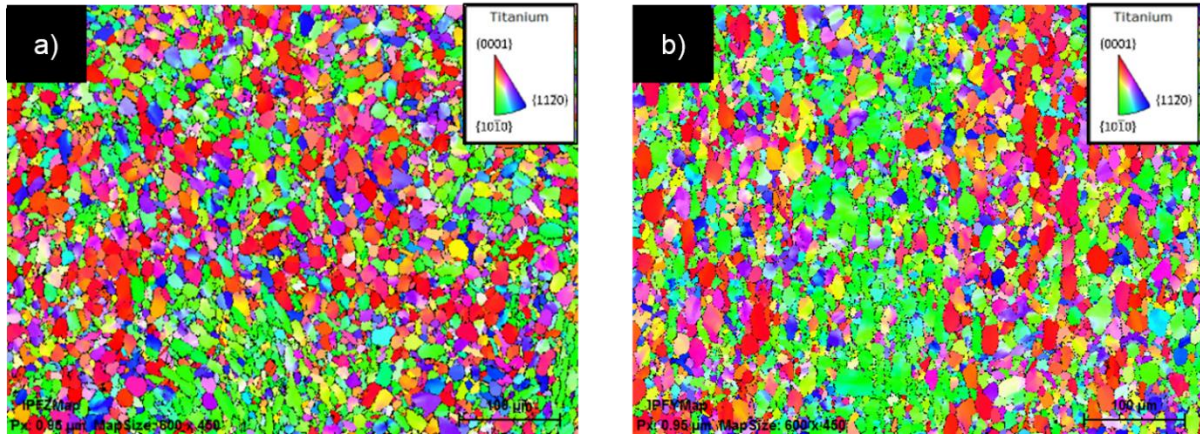


Figure A1- 11. Cartographie d'orientations des plans  $\{hkl\}$  de la phase  $\alpha$  de l'alliage TA6V dans les plans : a)  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  et b)  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ .

Les figures de pôles associées à ces cartographies d'orientation sont données en Figure A1-12. D'après la Figure A1- 12a, les plans prismatiques  $\{10\overline{1}0\}$  sont majoritairement orientés selon  $\overline{DL}$ . Il en résulte des axes  $\langle c \rangle$  orientés selon la direction de laminage (Figure A1- 12b).

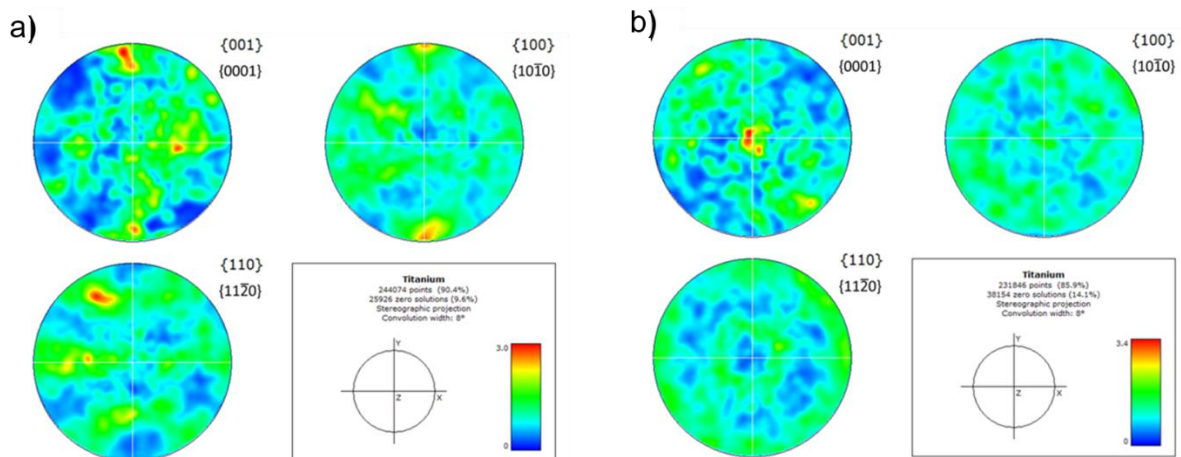


Figure A1- 12. Figures de pôles du plan de base  $\{0001\}$  et des plans prismatiques  $\{10\overline{1}0\}$  et  $\{11\overline{2}0\}$  de l'alliage TA6V dans les plans : a)  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  et b)  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ .

De même que pour l'alliage T40, les analyses réalisées en MEB – EBSD sur l'alliage TA6V, dans ces travaux de thèse sont en accord avec celles réalisées par TIMET, sur des zones plus étendues, dans les plans  $(\overline{DL}, \overline{DN})$  (Figure A1- 13 et Figure A1- 14) et  $(\overline{DN}, \overline{DT})$  (Figure A1- 15 et Figure A1- 16).



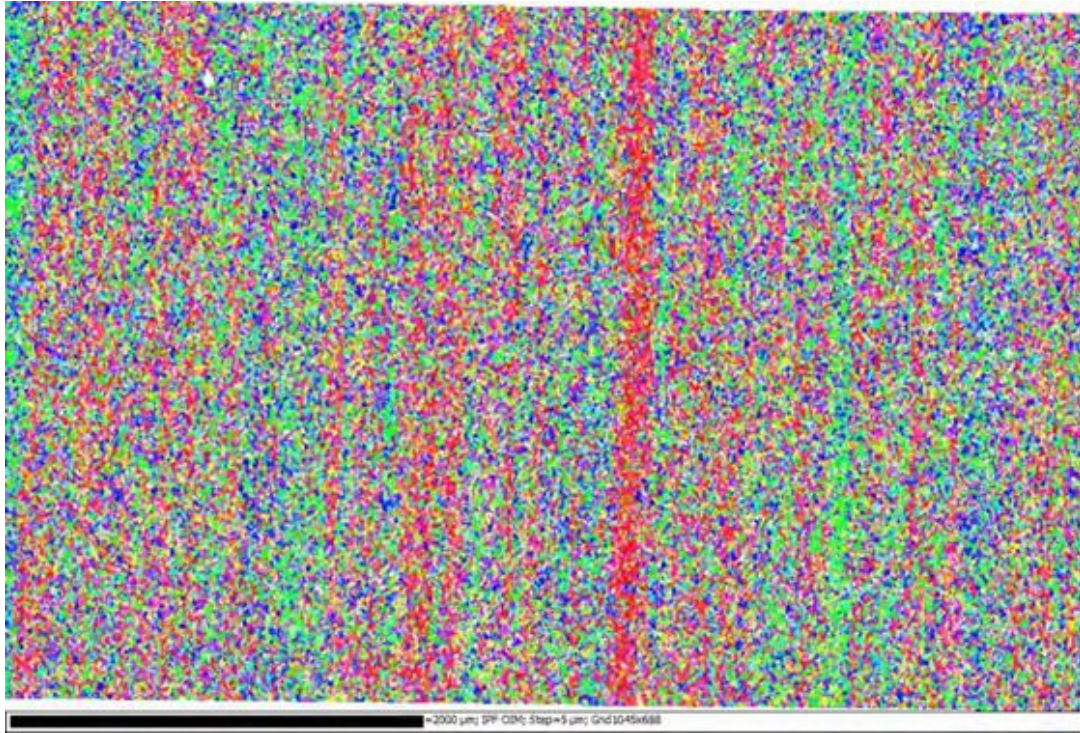


Figure A1- 13. Cartographie d'orientations de l'alliage TA6V dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ . Analyses réalisées par TIMET.

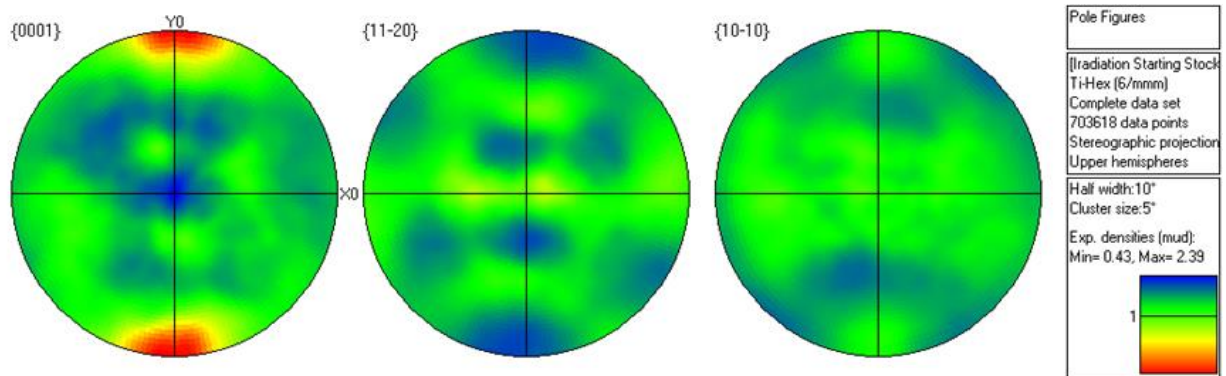


Figure A1- 14. Figures de pôle de l'alliage TA6V dans le plan  $(\overline{DL}, \overline{DN})$ . Analyses réalisées par TIMET.



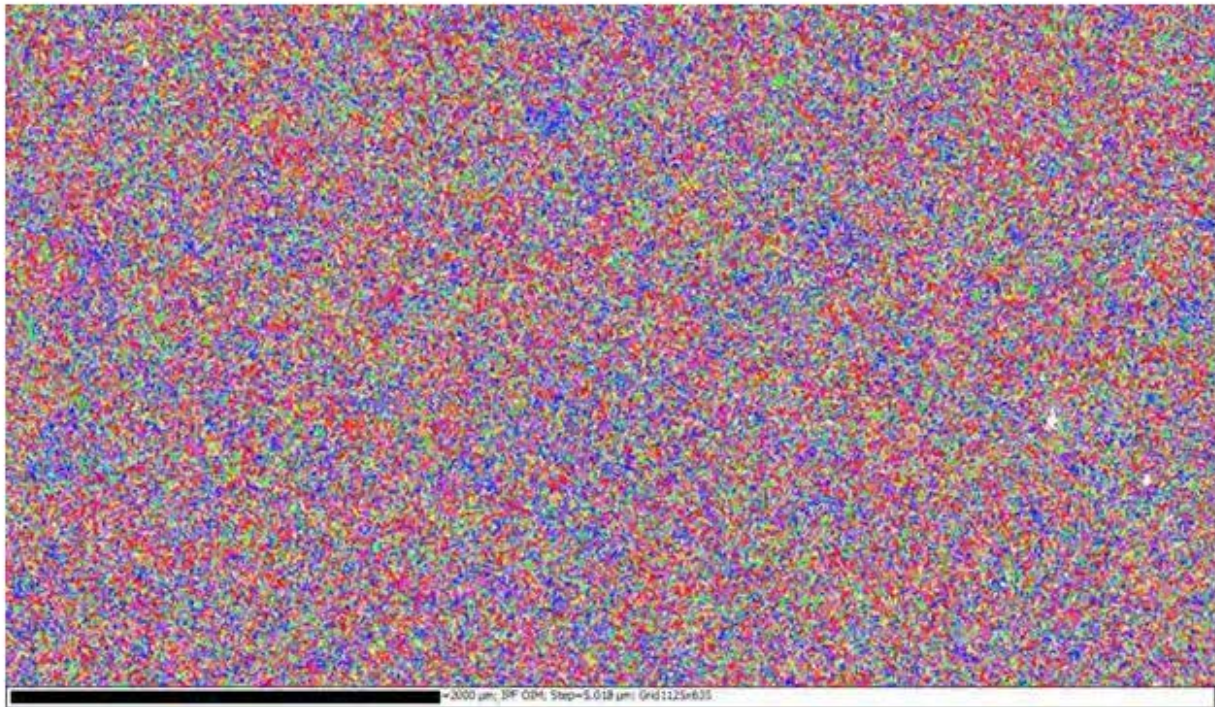


Figure A1- 15. Cartographie d'orientations de l'alliage TA6V dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ . Analyses réalisées par TIMET.

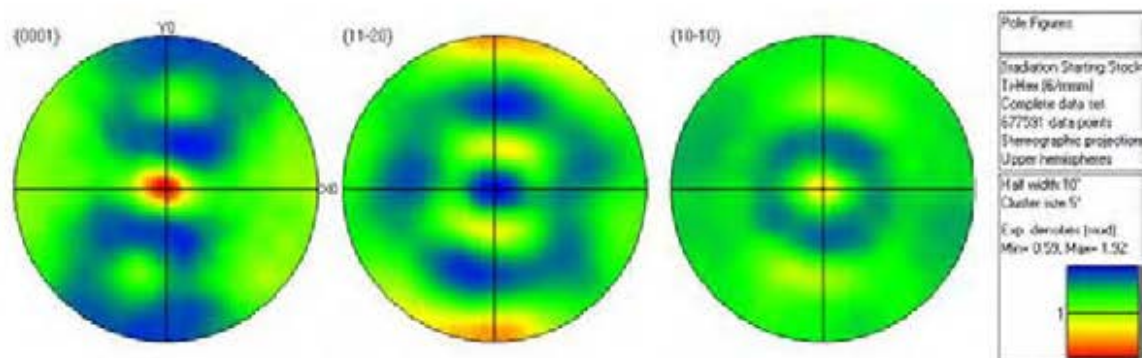


Figure A1- 16. Figures de pôle de l'alliage TA6V dans le plan  $(\overline{DN}, \overline{DT})$ . Analyses réalisées par TIMET.

## 5. PROCEDURE DE DETERMINATION DE LA TAILLE DE GRAIN

Enfin, les cartographies acquises ont été utilisées pour obtenir la distribution en taille de grains dans chacun des plans d'étude. Connaissant l'orientation de chaque pixel indexé, il est possible de détecter les grains qui sont définis comme des regroupements de pixels contigus dont l'orientation est similaire.

La détection de grains se fait sur un critère de désorientation, fixé à  $10^\circ$ . Les pixels voisins dont la désorientation n'excède pas  $10^\circ$  appartiennent au même grain, une désorientation de plus de  $10^\circ$  entre deux pixels voisins définit donc un joint de grain.

A partir de cette liste de grains détectés, on peut obtenir quantitativement la surface de chaque grain et leur diamètre équivalent (on assimile une forme circulaire aux grains équiaxes). Les grains tronqués, situés au bord de la cartographie sont exclus de l'analyse car ils ne sont pas représentatifs de la taille des grains, dans l'échantillon. Les tailles de grains étant mesurées sur une surface polie (intersection des grains polyèdres en trois dimensions avec la surface), il s'agit de la moyenne à deux dimensions.

A cela, il ne faut pas oublier de noter que les tailles de grains données par le logiciel n'incluent pas les lattes, prises séparément. En d'autres termes, les lattes d'une même colonie étant de même orientation cristallographique, le logiciel les assimile à un seul grain à part entière.

# Références

- [1] ANR TESAMI, Document scientifique, Programme Matériaux et Procédés pour les Produits Performants (MATETPRO) - ANR TESAMI, (2012).
- [2] Résultats obtenus dans le cadre de l'ANR TESAMI, (2016).
- [3] S. Kelzenberg, E. Ehrlich, Radiological aspects of titanium alloys as structural materials for a fusion reactor, *J. Nucl. Mater.* 226. (1995) 319–322.
- [4] M. Griffiths, A review of microstructure evolution in zirconium alloys during irradiation, *J. Nucl. Mater.* 159. (1988) 190–218.
- [5] F. Onimus, J.-L. Béchade, 4.01 Radiation Effects in Zirconium Alloys, in: *Compr. Nucl. Mater.*, Elsevier, 2012: pp. 1–31.
- [6] G. Lütjering, J.C. Williams, *Titanium*, Second Edition, Springer, 2007.
- [7] W.B. Pearson, *Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals*, Pergamon, New York, 1967.
- [8] R. Boyer, E.W. Collings, G. Welsch, *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*, ASM International, 1994.
- [9] W.C. Burgers, On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium, *Phys. 1.* (n.d.) 561–586.
- [10] A. Kamp, Master Thesis: Investigation of Titanium  $\alpha$  plates by EBSD analysis, 2007.
- [11] C.G. Rhodes, J.C. Williams, The precipitation of  $\alpha$ -phase in metastable  $\beta$ -phase Ti-alloys, *Metall. Trans. 6A.* (1975) 2103–2114.
- [12] E. Sarath Kumar Menon, H.I. Aaronson, Interfacial structure of Widmanstätten plates in a Ti-Cr alloy, *Acta Metall.* 34. (1986) 1975–1981.
- [13] T. Furuhashi, J.M. Howe, H.I. Aaronson, Interphase boundary structures of intragranular proeutectoid  $\alpha$  plates in a hypoeutectoid Ti-Cr alloy, *Acta Metall. Mater.* 39. (1991) 2873–2886.
- [14] T. Furuhashi, T. Makino, Y. Idei, H. Ishigaki, A. Takada, T. Maki, Morphology and crystallography of  $\alpha$  precipitates in  $\beta$  Ti-Mo binary alloys, *Mater. Trans. JIM* 39. (1998) 31–39.
- [15] M. Surand, Thèse: Etude du comportement viscoplastique en traction et en fluage de l'alliage TA6V de 20 à 600 degrés celsius, Université de Toulouse, 2013.
- [16] P. Castany, Thèse: Etude des mécanismes de déformation d'un alliage Ti-6Al-4V par déformation MET in situ - Influence du traitement de surface, Université de Toulouse, 2007.
- [17] Z. Jieping, G. Haicheng, Z. Huijin, Z. Shufen, C. Laird, Tensile deformation and fracture in high purity titanium: In situ observation by scanning electron microscopy, *Mater. Sci. Eng.* 114. (1989) 89–96.
- [18] J.W. Davis, D.L. Smith, The impact of hydrogen in a fusion reactor environment on titanium alloys, *J. Nucl. Mater.* 85-86. (1979) 71–76.
- [19] Y. Combres, Propriétés du titane et de ses alliages, *Tech. Ing. M4780.* (2010).
- [20] W.-H. Ho, A comparison of tensile properties and corrosion behavior of cast Ti-7,5Mo with c.p. Ti, Ti-15Mo and Ti-6Al-4V alloys, *J. Alloys Compd.* 464. (2008) 580–583.
- [21] Y.B. Chun, S.H. Yu, S.L. Semiatin, S.K. Hwang, Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium, *Mater. Sci. Eng.* 398. (2005) 209–219.
- [22] M. Greger, V. Masek, Development microstructure and mechanical properties of commercially pure titanium processed by equal channel angular pressing and cold drawing, in: *Nanocon 2012*, Brno, Czech Republic, 2012.
- [23] M.L. Wasz, F.R. Brotzen, R.B. McLellan, A.J. Griffin, Effect of oxygen and hydrogen on mechanical properties of commercial purity titanium, *Int. Mater. Rev.* 41. (1996) 1–12.

- [24] T. Leguey, R. Schäublin, P. Marny, M. Victoria, Microstructure of Ti5Al2.5Sn and Ti6Al4V deformed in tensile and fatigue tests, *J. Nucl. Mater.* 305. (2002) 52–59.
- [25] Y. Robert, Thèse: Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif: caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécaniques associés à ce procédé, Mines Paris Tech, 2007.
- [26] A.V. Dobromyslov, V.A. Elkin, The orthorhombic  $\alpha''$ -phase in binary titanium-base alloys with d-metals of V VIII groups, *Mater. Sci. Eng.* 438-440. (2006) 324–326.
- [27] W. Szkliniarz, G. Smolka, Analysis of volume effects of phase transformation in titanium alloys, *J. Mater. Process. Technol.* 53. (1995) 413–422.
- [28] R. Castro, L. Séraphin, Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V, *Mém. Etudes Sci. Rev. Métallurgie* 63. (1966) 1025–1058.
- [29] H.W. King, Quantitative Size-Factors for Metallic Solid Solutions, *J. Mater. Sci.* 1. (1966) 79–90.
- [30] G.V. Samsonov, *Refractory Transition Metal Compounds: High Temperature Cermets*, Academic Press, New York, 1964.
- [31] G. Lütjering, Property optimization through microstructural control in titanium and aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng.* 263. (1999) 117–126.
- [32] I. Weiss, F.H. Froes, D. Eylon, Welsch, G.E., Modification of alpha morphology in Ti6Al4V by thermomechanical processing, *Metall. Trans.* 17. (1986) 1935–1947.
- [33] E.B. Shell, S.L. Semiatin, Effect of initial microstructure on plastic flow and dynamic globularization during hot working of Ti6Al4V, *Metall. Trans.* 30. (1999) 3219–3229.
- [34] Technical Committee of European Titanium Producers, *Microstructural standards for titanium alloys bars*, Edition 2, n.d.
- [35] P. Castany, F. Pettinari-Sturmel, J. Crestou, J. Douin, A. Coujou, Experimental study of dislocation mobility in a Ti-6Al-4V alloy, *Acta Mater.* 55. (2007) 6284–6291.
- [36] T. Sakai, M.E. Fine, Failure of Schmid's law in Ti-Al alloys for prismatic slip, *Scr. Metall.* 8. (1974) 541–544.
- [37] G.T. Gray III, G. Lütjering, J.C. Williams, The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behavior of Ti-8.6 Wt Pct Al, *Metall. Mater. Trans.* 21A. (1990) 95–105.
- [38] V. Hasija, S. Ghosh, M.J. Mills, D.S. Joseph, Deformation and creep modeling in polycrystalline Ti 6Al alloys, *Acta Mater.* 51. (2003) 4533–4549.
- [39] M. Brandes, M.J. Mills, J.C. Williams, The Influence of Slip Character on the Creep and Fatigue Fracture of an  $\alpha$  Ti-Al Alloy, *Metall. Mater. Trans.* 41A. (2010) 3463–3472.
- [40] T. Neeraj, M.J. Mills, Short-range order (SRO) and its effect on the primary creep behavior of a Ti-6wt.%Al alloy, *Mater. Sci. Eng.* 319-321. (2001) 415–419.
- [41] J. Huez, X. Feaugas, A.L. Helbert, I. Guillot, M. Clavel, Damage process in commercially pure  $\alpha$ -titanium alloy without (Ti40) and with (Ti40-H) hydrides, *Metall. Mater. Trans.* 29A. (1998) 1615–1628.
- [42] L.W. Berger, D.N. Williams, R.I. Jaffee, Hydrogen in titanium-aluminum alloys, *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng.* 212. (1958) 509–513.
- [43] N.E. Paton, B.S. Hickman, D.H. Lcslic, Behavior of hydrogen in alpha-phase Ti-Al alloys, *Metall. Trans.* 2. (1971) 2791.
- [44] D.B. Shan, Y.Y. Zong, Y. Lv, B. Guo, The effect of hydrogen on the strengthening and softening of Ti-6Al-4V alloy, *Scr. Mater.* 58. (2008) 449–452.
- [45] P. Marny, T. Leguey, I. Belianov, M. Victoria, Tensile and fatigue properties of two titanium alloys as candidate materials for fusion reactors, *J. Nucl. Mater.* 283-287. (2000) 602–606.
- [46] F. Fortuna, E. Oliviero, M.-O. Ruault, *Faisceaux d'ions - Théorie et mise en oeuvre*, Tech. Ing. M4395. (2009).



- 
- [47] P. Hosemann, Studying radiation damage in structural materials by using ion accelerators, *Rev. Accel. Sci. Technol.* 4. (2011) 161–182.
- [48] K.C. Russell, Phase stability under irradiation, *Prog. Mater. Sci.* 28. (1984) 229–434.
- [49] G.S. Was, *Fundamentals of Radiation Materials Science: Metals and Alloys*, Springer, Berlin, 2007.
- [50] W.G. Wolfer, 1.01 Fundamental Properties of Defects in Metals, in: *Compr. Nucl. Mater.*, Elsevier, 2012: pp. 1–45.
- [51] G.S. Was, R.S. Averback, 1.07 Radiation Damage using ion beams, in: *Compr. Nucl. Mater.*, Elsevier, 2012: pp. 195–221.
- [52] R. Hellborg, H.J. Whitlow, Y. Zhang, *Ion beams in nanoscience and technology*, Springer, Berlin, 2009.
- [53] P. Berge, G. Zacharie, *Endommagement des matériaux dans les centrales nucléaires à eau pressurisée*, Eyrolles, Paris, 1997.
- [54] K.M. Mukashev, F.F. Umarov, Chapter 6: Physicochemical and Radiation Modification of Titanium Alloys Structure, in: *Titan. Alloys - Adv. Prop. Control*, 2013: pp. 116–147.
- [55] S. Miro, Thèse: Etude de l'endommagement et de la diffusion de l'hélium dans des fluoroapatites, Université de Caen, 2004.
- [56] S.J. Zinkle, 1.03 Radiation-Induced Effects on Microstructure, in: *Compr. Nucl. Mater.*, Elsevier, 2012: pp. 65–98.
- [57] D.B. Williams, C.B. Carter, *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*, Second Edition, Springer, 2009.
- [58] G.S. Was, T. Allen, Radiation-induced segregation in multicomponent alloys: effect of particle type, *Mater. Charact.* 32. (1994) 239–255.
- [59] M. Nastar, F. Soisson, 1.18 Radiation-Induced Segregation, in: *Compr. Nucl. Mater.*, Elsevier, 2012: pp. 471–496.
- [60] H. Bernas, *Materials Science with Ion Beams*, Springer, Berlin, 2010.
- [61] K. Nordlund, R.S. Averback, Inverse Kirkendall mixing in collision cascades, *Phys. Rev. B* 59. (1999) 20–23.
- [62] B.D. Stumphy, Thesis: Self-organization of Cu-based immiscible alloys under irradiation: an atom-probe tomography study, University of Illinois at Urbana-Champaign, 2013.
- [63] P.R. Okamoto, L.E. Rehn, Radiation-induced segregation in binary and ternary alloys, *J. Nucl. Mater.* 83. (1979) 2–23.
- [64] D.L. Plumton, G.L. Kulcinski, R.A. Dodd, Radiation induced precipitation in 9 MeV Al ion irradiated Ti-6Al-4V, *J. Nucl. Mater.* 144. (1987) 264–274.
- [65] V.N. Shishov, The Evolution of Microstructure and Deformation stability in Zr-Nb-(Sn, Fe) Alloys under Neutron Irradiation, in: *Journal of ASTM International*, West Conshohocken, 2012: pp. 37–66.
- [66] S. Doriot, B. Verhaeghe, J.-L. Béchade, D. Menut, D. Gilbon, J.-P. Mardon, J.-M. Cloué, A. Miquet, L. Legras, Microstructural Evolution of M5TM7 Alloy Irradiated in PWRs up to High Fluences - Comparison With Other Zr-Based Alloys, in: Robert Comstock and Pierre Barberis, 2014: pp. 759–799.
- [67] P.J. Maziasz, Overview of microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steels, *J. Nucl. Mater.* 205. (1993) 118–145.
- [68] C. Simonot, Thèse: Evolutions microstructurales des alliages de zirconium sous irradiation: Liens avec le phénomène de croissance, 1995.
- [69] S.J. Zinkle, P.J. Maziasz, R.E. Stoller, Dose dependence of the microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steel, *J. Nucl. Mater.* 206. (1993) 266–286.
- [70] M. Griffiths, D. Faulkner, R.C. Styles, Neutron damage in  $\alpha$ -titanium, *J. Nucl. Mater.* 119. (1983) 189–207.

- [71] L.K. Mansur, Correlation of neutron and heavy-ion damage: II. The predicted temperature shift in swelling with changes in radiation dose rate, *J. Nucl. Mater.* 78. (1978) 156–160.
- [72] M. Griffiths, Microstructure evolution in h.c.p. metals during irradiation, *Philos. Mag.* 63. (1991) 835–847.
- [73] M. Griffiths, Evolution of microstructure in hcp metals during irradiation, *J. Nucl. Mater.* 205. (1993) 225–241.
- [74] O.A. Kozhevnikov, E.V. Nesterova, V.V. Rybin, I.I. Yarmolovich, Influence of neutron irradiation on deformability and fracture micromechanisms of titanium  $\alpha$ -alloys, *J. Nucl. Mater.* 271-272. (1999) 472–477.
- [75] C.H. Woo, Theory of irradiation deformation in non-cubic metals: effects of anisotropic diffusion, *J. Nucl. Mater.* 159. (1988) 237–256.
- [76] M. Griffiths, R.A. Holt, A. Rogerson, Microstructural aspects of accelerated deformation of Zircaloy nuclear reactor components during service, *J. Nucl. Mater.* 225. (1995) 245–258.
- [77] J.L. Brimhall, G.L. Kulcinski, H.E. Kissinger, B. Mastel, Microstructural analysis of neutron irradiated titanium and rhenium, *Radiat. Eff.* 9. (1971) 273–278.
- [78] T. Leguey, N. Baluc, R. Schäublin, M. Victoria, Structure/mechanics relationships in proton irradiated pure titanium, *J. Nucl. Mater.* 307-311. (2002) 696–700.
- [79] R.H. Jones, L.A. Charlot, Microstructure of irradiated Ti-70A and Ti-6Al-4V, *J. Nucl. Mater.* 91. (1980) 329–335.
- [80] P. Wilkes, G.L. Kulcinski, Heavy ion irradiation of a Ti-6Al-4V alloy, *J. Nucl. Mater.* 78. (1978) 427–430.
- [81] G. Ayrault, Radiation-induced precipitation in single- and dual-ion irradiated Ti-6Al-4V, *J. Nucl. Mater.* 113. (1983) 1–13.
- [82] D.L. Plumton, G.L. Kulcinski, R.A. Dodd, Phase transformations in ion irradiated Ti-6242s alloys, *J. Nucl. Mater.* 144. (1987) 252–263.
- [83] S.C. Agarwal, G. Ayrault, D.I. Potter, A. Taylor, F.V. Nolfi, Microstructure of single and dual-ion irradiated Fe-20Ni-15Cr and Ti-6Al-4V alloys, *J. Nucl. Mater.* 85-86. (1979) 653–657.
- [84] S. Tähtinen, P. Moilanen, B.N. Singh, D.J. Edwards, Tensile and fracture toughness properties of unirradiated and neutron irradiated titanium alloys, *J. Nucl. Mater.* 307-311. (2002) 416–420.
- [85] S. Tähtinen, P. Moilanen, B.N. Singh, Effect of displacement dose and irradiation temperature on tensile and fracture toughness properties of titanium alloys, *J. Nucl. Mater.* 367-370. (2007) 627–632.
- [86] B.K. Singh, V. Singh, Effect of fast neutron irradiation on tensile properties of AISI 304 stainless steel and alloy Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng.* 528. (2011) 5336–5340.
- [87] F. Hegedues, R. Brüttsch, B. Oliver, P. Marmy, Fracture toughness and tensile properties of the titanium alloys Ti6Al4V and Ti5Al2.5Sn before and after proton and neutron irradiations at 150°C, Switzerland, 2004.
- [88] P. Marmy, T. Leguey, Impact of irradiation on the tensile and fatigue properties of two titanium alloys, *J. Nucl. Mater.* 296. (2001) 155–164.
- [89] P. Marmy, T. Leguey, I. Belianov, M. Sauder, R. Brüttsch, The tensile and fatigue behavior of the titanium alloys Ti6Al4V and Ti5Al2.4Sn before and after irradiation with protons to doses up to 0.3 dpa, 2001.
- [90] G. Ayrault, Microstructure of irradiated fusion reactor first-wall materials - Damage Analysis and Fundamental Studies, Quaterly Progress Report DOE/ET-0065/3, 1979.
- [91] J.W. Davis, S.M.L. Sastry, Microstructure of titanium alloys after EBR-II irradiation - Alloy Development for Irradiation Performance, Quaterly Progress Report DOE/ER-0045/1, U.S. Department of Energy, 1979.
- [92] R.A. Erek, D.I. Potter, H. Wiedersich, Void formation and solute segregation in Ti-14.4 at% Al, *J. Nucl. Mater.* 80. (1979) 120–125.

- [93] T. Muroga, S. Ishino, P.R. Okamoto, H. Wiedersich, TEM-investigation of solute redistribution under irradiation, *J. Nucl. Mater.* 122-123. (1984) 634–638.
- [94] D.I. Potter, H. Wiedersich, Mechanisms and kinetics of precipitate restructuring during irradiation, *J. Nucl. Mater.* 83. (1979) 208–213.
- [95] P.R. Okamoto, H. Wiedersich, Segregation of alloying elements to free surfaces during irradiation, *J. Nucl. Mater.* 53. (1974) 336–345.
- [96] A. Amroussia, M. Avilov, C.J. Boehlert, F. Durantel, C. Grygiel, W. Mittig, I. Monnet, F. Pellemoine, Swift heavy ion irradiation damage in Ti-6Al-4V and Ti-6Al-4V-1B: Study of the microstructure and mechanical properties, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* 365. (2015) 515–521.
- [97] Y. Higashiguchi, H. Kayano, Effect of hydrogen on the mechanical properties at high temperature of fast-neutron irradiated Ti-alloys, *J. Nucl. Mater.* 103-104. (1981) 925–930.
- [98] TIMET, Certificat matière Barre laminée T40 CU97262C6, (2012).
- [99] TIMET, Certificat matière Barre laminée TA6V BU97282B1, (2012).
- [100] G.S. Was, J.T. Busby, T. Allen, E.A. Kenik, A. Jenssen, S.M. Bruemmer, J. Gan, A.D. Edwards, P.M. Scott, P.L. Andresen, Emulation of neutron irradiation effects with protons: validation of principle, *J. Nucl. Mater.* 300. (2002) 198–216.
- [101] M.J. Fluss, P. Hosemann, J. Marian, Charged-Particle Irradiation for Neutron Radiation Damage Studies, in: *Charact. Mater.*, Second Edition, John Wiley & Sons, 2012: pp. 2111–2127.
- [102] P. Trocellier, Communication personnelle, (2015).
- [103] Y. Serruys, P. Trocellier, S. Miro, E. Bordas, M.-O. Ruault, O. Kaïtasov, S. Henry, O. Leseigneur, T. Bonnaille, S. Pellegrino, S. Vaubaillon, D. Uriot, JANNUS: A multi-irradiation platform for experimental validation at the scale of the atomistic modeling, *J. Nucl. Mater.* 386-388. (2009) 967–970.
- [104] Y. Serruys, M.-O. Ruault, P. Trocellier, S. Miro, A. Barbu, L. Boulanger, O. Kaïtasov, S. Henry, O. Leseigneur, P. Trouslard, S. Pellegrino, S. Vaubaillon, JANNUS: experimental validation at the scale of atomic modelling, *Comptes Rendus Phys.* 9. (2008) 437–444.
- [105] P. Trocellier, S. Miro, Y. Serruys, Les matériaux au coeur du processus d'innovation - Etude du comportement sous irradiation des matériaux nucléaires: apport de la plateforme JANNUS, *Clefs CEA N°59.* (2010) 35–37.
- [106] Y. Serruys, P. Trocellier, Systèmes nucléaires du futur – Génération IV - La plateforme Jannus: simuler par faisceaux d'ions l'irradiation des matériaux, *Clefs CEA N°55.* (n.d.) 110–113.
- [107] L. Beck, Y. Serruys, S. Miro, P. Trocellier, E. Bordas, F. Leprêtre, D. Brimbail, T. Loussouarn, H. Martin, S. Vaubaillon, S. Pellegrino, D. Bachiller-Perea, Ion irradiation and radiation effect characterization at the JANNUS-Saclay triple beam facility, *J. Mater. Res.* 30. (2015) 1183–1194. doi:10.1557/jmr.2014.414.
- [108] D. Durand, S. Doriot, Note Technique CEA/DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M/NT/2013-3405/A - Etude métallurgique, avant et après irradiation aux ions, d'alliages base titane: analyses métallographiques et observations en Microscopie Electronique en Transmission (MET), (2013).
- [109] O.A. Kozhevnikov, E.V. Nesterova, V.V. Rybin, I.I. Yarmolovich, Mechanical properties, fine structure, and micromechanisms of fracture in titanium  $\alpha$ -alloys irradiated with neutrons, *Met. Sci. Heat Treat.* (1999) 412–416.
- [110] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Litmark, *The Stopping and Range of Ions in Matter*, n.d.
- [111] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Litmark, *The Stopping and Ranges of Ions in Solids*, Pergamon, New York, 1985.
- [112] R.E. Stoller, M.B. Toloczko, G.S. Was, A.G. Certain, S. Dwaraknath, F.A. Garner, On the use of SRIM for computing radiation damage exposure, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* 310. (2013) 75–80.

- [113] P. Trocellier, P. Trouslard, Spectrométrie de collisions élastiques et de réactions nucléaires. Théorie, Tech. Ing. P2560. (2002).
- [114] B. Schmidt, K. Wetzig, Ion beams in Materials Processing and Analysis, Springer, Wien, 2013.
- [115] F.J. Humphreys, Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, *J. Mater. Sci.* 36. (2001) 3833–3854.
- [116] D. Banerjee, C.G. Shelton, B. Ralph, J.C. Williams, A resolution of the interface phase problem in titanium alloys, *Acta Metall.* 36. (1988) 125–141.
- [117] M. Karlik, B. Jouffrey, Etude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Analyse chimique locale, Tech. Ing. M4136. (2008).
- [118] R.F. Egerton, Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope, Second Edition, Plenum Press, New York, 1996.
- [119] K. Iakoubovskii, K. Mitsuishi, Y. Nakayama, K. Furuya, Thickness Measurements With Electron Energy Loss Spectroscopy, *Microsc. Res. Tech.* 71. (2008) 626–631.
- [120] J. Ruste, Microanalyse X par sonde électronique - Principe et instrumentation, Tech. Ing. P885. (2009).
- [121] R. Castaing, Electron Probe Microanalysis, in: *Adv. Electron. Electron Phys.*, Academic Press, 1960: pp. 317–386.
- [122] B. Gault, M.P. Moody, J.M. Cairney, S.P. Ringer, Atom Probe Microscopy, Springer Verlag, New York, 2012.
- [123] M.P. Carroll, K. Stephenson, K.O. Findley, Characterization of high energy ion implantation into Ti-6Al-4V, *J. Nucl. Mater.* 389. (2009) 248–253.
- [124] X. Liu, R. Wang, A. Ren, J. Jiang, C. Xu, P. Huang, W. Qian, Y. Wu, C. Zhang, Evaluation of radiation hardening in ion-irradiated Fe based alloys by nanoindentation, *J. Nucl. Mater.* 444. (2014) 1–6.
- [125] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, *J. Mater. Res.* 19. (2004) 3–20.
- [126] O. Maciejak, P. Aubert, Mesure de dureté par nano-indentation, Tech. Ing. NM7200. (2007) 1–12.
- [127] E.S. Fisher, C.J. Renken, Single-Crystal Elastic Moduli and the hcp  $\rightarrow$  bcc transformation in Ti, Zr and Hf, *Phys. Rev.* 135 N°2A. (1964) A482–A494.
- [128] M. Surand, Thèse: Etude du comportement viscoplastique en traction et en fluage de l'alliage TA6V de 20 à 600 degrés celsius, Université de Toulouse, 2013.
- [129] R. Castro, L. Séraphin, Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V, *Mém. Etudes Sci. Rev. Métallurgie* 63. (1966) 1025–1058.
- [130] M.T. Jovanovic, S. Tadic, S. Zec, Z. Miskovic, I. Bobic, The effect of annealing temperatures and cooling rates on microstructure and mechanical properties of investment cast Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Des.* 27. (2006) 192–199.
- [131] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Litmark, The Stopping and Ranges of Ions in Solids, Pergamon, New York, 1985.
- [132] M. Griffiths, D. Faulkner, R.C. Styles, Neutron damage in  $\alpha$ -titanium, *J. Nucl. Mater.* 119. (1983) 189–207.
- [133] D. Connetable, J. Huez, E. Andrieu, C. Mijoule, First-principles study of diffusion and interactions of vacancies and hydrogen in hcp-titanium, *J. Phys. Condens. Matter* 23. (2011) 1–14.
- [134] V. Dubinko, A. Turkin, A. Abyzov, M. Griffiths, Modeling of the Simultaneous Evolution of Vacancy and Interstitial Dislocation Loops in hcp Metals Under Irradiation, in: *Journal of ASTM International*, 2006: pp. 157–174.

- [135] F.A. Garner, 4.02 Radiation Damage in Austenitic Steels, in: *Compr. Nucl. Mater.*, Elsevier, 2012: pp. 33–95.
- [136] C. Pokor, Y. Brechet, P. Dubuisson, J.-P. Massoud, A. Barbu, Irradiation damage in 304 and 316 stainless steels: experimental investigation and modeling., *J. Nucl. Mater.* 326. (2004) 19–29.
- [137] A. Renault-Laborne, P. Gavaille, J. Malaplate, C. Pokor, B. Tanguy, Correlation of radiation-induced changes in microstructure/ microchemistry, density and thermo-electric power of type 304L and 316 stainless steels irradiated in the Phénix reactor, *J. Nucl. Mater.* 460. (2015) 72–81.
- [138] D.O. Northwood, R.W. Gilbert, L.E. Bahen, P.M. Kelly, R.G. Blake, A. Jostsons, P.K. Madden, D. Faulkner, W.-H. Ho, R.B. Adamson, Characterization of neutron irradiation damage in zirconium alloys - an international “Round-Robin” experiment, *J. Nucl. Mater.* 79. (1979) 379–394.
- [139] R.M. Hengstler-Eger, P. Baldo, L. Beck, J. Domer, K. Ertl, P.B. Hoffman, C. Hugenschmidt, M.A. Kirk, W. Pctry, P. Pikart, A. Rempel, Heavy ion irradiation induced dislocation loops in AREVA’s M5 alloy, *J. Nucl. Mater.* 423. (2012) 170–182.
- [140] C. Yan, R. Wang, Y. Wang, X. Wang, G. Bai, Effects of ion irradiation on microstructure and properties of zirconium alloys - a review, *Nucl. Eng. Technol.* 47. (2015) 323–331.
- [141] N. Gharbi, F. Onimus, D. Gilbon, J.-P. Mardon, X. Feaugas, Impact of an applied stress on c-component loops under Zr ion irradiation in recrystallized Zircaloy-4 and M5@, *J. Nucl. Mater.* 467. (2015) 785–801.
- [142] L. Tournadre, F. Onimus, J.-L. Béchade, D. Gilbon, J.-M. Cloué, J.-P. Mardon, X. Feaugas, O. Toader, C. Bachelet, Experimental study of the nucleation and growth of c-component loops under charged particle irradiations of recrystallized Zircaloy-4, *J. Nucl. Mater.* 425. (2012) 76–82.
- [143] R.A. Holt, R.W. Gilbert, <c> component dislocations in annealed Zircaloy irradiated at about 570 K, *J. Nucl. Mater.* 137. (1986) 183–189.
- [144] M. Griffiths, HVEM study of the effects of alloying elements and impurities on radiation damage in Zr-alloys, *J. Nucl. Mater.* 205. (1993) 273–283.
- [145] D. Gilbon, C. Simonot, Effect of irradiation on the microstructure of Zircaloy-4, in: M. Garde and E. R. Bradley, Eds, Philadelphia, 1994: pp. 521–548.
- [146] D. Gilbon, A. Soniak, S. Doriot, J.-P. Mardon, Irradiation creep and growth behavior, and microstructural evolution of advanced Zr-base alloys, in: West Conshohocken, 2000: pp. 51–73.
- [147] S. Doriot, B. Verhaeghe, J.-L. Béchade, D. Menut, D. Gilbon, J.-P. Mardon, J.-M. Cloué, A. Miquet, L. Legras, Microstructural Evolution of M5TM7 Alloy Irradiated in PWRs up to High Fluences - Comparison With Other Zr-Based Alloys, in: Robert Comstock and Pierre Barberis, 2014: pp. 759–799.
- [148] L. Tournadre, F. Onimus, J.-L. Béchade, D. Gilbon, J.-M. Cloué, J.-P. Mardon, X. Feaugas, Toward a better understanding of the hydrogen impact on the radiation induced growth of zirconium alloys, *J. Nucl. Mater.* 441. (2013) 222–231.
- [149] Y. Idrees, Thesis: Microstructural evolution in Zr and Zr alloy Excel under ion irradiation, Queen’s University, 2013.
- [150] Y. Idrees, E.M. Francis, Z. Yao, A. Korinek, M.A. Kirk, M. Sattari, M. Preuss, M.R. Daymond, Effects of alloying elements on the formation of <c>-component loops in Zr alloy Excel under heavy ion irradiation, *J. Mater. Res.* 30. (2015) 1310–1334.
- [151] D.R. Duncan, R.J. Puigh, E.K. Opperman, Titanium alloy tensile properties after neutron irradiation, *J. Nucl. Mater.* 103-104. (1981) 919–924.
- [152] Z. Wang, G. Ayrault, H. Wiedersich, Segregation in irradiated titanium alloys, *J. Nucl. Mater.* 108-109. (1982) 331–338.
- [153] Thermo-calc software, Sweden, 1997.
- [154] R. Cauvin, G. Martin, Radiation induced homogeneous precipitation in undersaturated solid-solutions, *J. Nucl. Mater.* 83. (1979) 67–78.

- 
- [155] P. Hosemann, D. Kiener, Y. Wang, S.A. Maloy, Issues to consider using nano indentation on shallow ion beam irradiated materials, *J. Nucl. Mater.* 425. (2012) 136–139.
- [156] D. François, *Essais mécaniques des métaux: Essais de dureté*, Tech. Ing. M4160. (2005).
- [157] J.T. Busby, M.C. Hash, G.S. Was, The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels, *J. Nucl. Mater.* 336. (2005) 267–278.
- [158] T. Chudoba, M. Griepentrog, Comparison between conventional Vickers hardness and indentation hardness obtained with different instruments, *Z Met.* 96. (2005) 1242–1246.
- [159] P. Budzynski, V.A. Skuratov, T. Kochanski, Mechanical properties of the alloy Ti-6Al-4V irradiated with swift Kr ion, *Tribol. Int.* 42. (2009) 1067–1073.
- [160] W.D. Nix, H. Gao, Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity, *J. Mech. Phys. Solides* 46. (1998) 411–425.
- [161] J. Gupta, Thesis: Intergranular stress corrosion cracking of ion irradiated 304L stainless steel in PWR environment, Université de Toulouse, 2016.
- [162] T. Leguey, N. Baluc, R. Schäublin, M. Victoria, Temperature dependence of irradiation effects in pure titanium, *Philos. Mag.* 85. (2005) 689–695.
- [163] B.V. Cockeram, K.J. Leonard, T.S. Byun, L.L. Snead, J.L. Hollenbeck, Development of microstructure and irradiation hardening of Zircaloy during low dose neutron irradiation at nominally 377–440°C, *J. Nucl. Mater.* 449. (2014) 69–87.
- [164] C. Pokor, Y. Brechet, P. Dubuisson, J.-P. Massoud, X. Averty, Irradiation damage in 304 and 316 stainless steels: experimental investigation and modeling. Part II: Irradiation induced hardening, *J. Nucl. Mater.* 326. (2004) 30–37.
- [165] J. Ribis, F. Onimus, J.-L. Béchade, S. Doriot, A. Barbu, C. Cappelaere, C. Lemaignan, Experimental study and numerical modelling of the irradiation damage recovery in zirconium alloys, *J. Nucl. Mater.* 403. (2010) 135–146.
- [166] D.R. Olander, *Fundamental Aspects of Nuclear Reactor Fuel Elements*, Technical Information Center, US-DOE, ERDA, 1976.
- [167] M. Satou, T. Chuto, K. Abe, Improvement in post-irradiation ductility of neutron irradiated V-Ti-Cr-Si-Al-Y alloy and the role of interstitial impurities, *J. Nucl. Mater.* 283-287. (2000) 367–371.
- [168] F. Onimus, J.-L. Béchade, A polycrystalline modeling of the mechanical behavior of neutron irradiated zirconium alloys, *J. Nucl. Mater.* 384. (2009) 163–174.
- [169] S. Tähtinen, P. Moilanen, B.N. Singh, Effect of displacement dose and irradiation temperature on tensile and fracture toughness properties of titanium alloys, *J. Nucl. Mater.* 367-370. (2007) 627–632.
- [170] V. Duquesnes, Thèse: De l'hydruration du titane et ses alliages: impact des paramètres de mise en forme du matériau et conséquences sur sa durabilité en milieu corrosif, Université de Bourgogne Franche-Comté, 2016.





## **Etude de l'évolution microstructurale sous irradiation aux ions $Ti^{2+}$ de deux alliages de titane. Lien avec les propriétés mécaniques.**

Ce travail de thèse s'intéresse à l'évolution de la microstructure sous irradiation d'alliages de titane, en vue de leur potentielle utilisation dans le domaine du nucléaire. Une étude paramétrique (température, dose et flux d'irradiation) a donc été menée, à l'aide de simulations d'irradiations neutroniques par des irradiations aux ions (plateforme JANNuS – Saclay), sur les alliages T40 et TA6V, et de caractérisations microstructurales qualitatives et quantitatives *post* irradiation (MET, analyse d'image, SAT). Ainsi, différents défauts d'irradiation ont été identifiés. En particulier, la présence de boucles à composante  $\langle c \rangle$  dans l'alliage T40 et de précipités riches en vanadium dans l'alliage TA6V a clairement pu être mise en évidence dès la température de 300°C. La microstructure résultante est fortement dépendante des paramètres d'irradiation et de l'alliage de titane considéré. Un effet important de la température (entre 300°C et 430°C) a été noté sur les boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  pour l'alliage T40 et sur les précipités pour l'alliage TA6V. Les doses et les flux considérés à 300°C ne modifient pas la distribution des défauts des deux alliages. A 430°C, l'augmentation de la dose modifie peu le paysage des boucles de dislocations de type  $\langle a \rangle$  pour l'alliage TA6V contrairement à l'alliage T40. Les précipités, quant à eux ne semblent pas affectés par l'augmentation de la dose. Une analyse des mécanismes mis en jeu est proposée. Enfin, des essais de nano-indentation ont permis une première description du lien microstructure / propriétés mécaniques. A 430°C, l'alliage T40 ne semble pas être impacté mécaniquement par l'évolution de la microstructure avec la dose d'irradiation contrairement à l'alliage TA6V.

Mots clés : alliages de titane, irradiations aux ions, évolution des défauts d'irradiation, MET, analyse d'image.

---

## **Microstructural evolution study of two titanium alloys under $Ti^{2+}$ ion irradiation. Link with mechanical properties.**

This PhD work deals with microstructural evolution of titanium alloys under irradiation, due to their potential use in the nuclear field. Parametric study (temperature, dose and irradiation flux) was conducted, using ion irradiations (JANNuS – Saclay platform) to simulate neutron irradiation damage. Two titanium alloys (CP Ti grade 2 and Ti-6Al-4V) were considered and qualitative and quantitative *post* irradiation microstructural characterizations were done (TEM, image analysis, APT). Thus, various irradiation defects were identified. In particular, presence of  $\langle c \rangle$ -component loops was highlighted in CP Ti grade 2 and vanadium-rich precipitates in Ti-6Al-4V from the temperature of 300°C. Resulting microstructure is hardly depending on irradiation parameters and considered titanium alloys. Important effect of temperature (between 300°C and 430°C) was noted on  $\langle a \rangle$ -type dislocation loops in CP Ti grade 2 and precipitates in Ti-6Al-4V. At 300°C, dose and flux have no effect on the defect distribution of the two titanium alloys. At 430°C, the increase of dose has a little consequence on the  $\langle a \rangle$ -type dislocation loops in Ti-6Al-4V, contrary to the ones observed in CP Ti grade 2. Precipitates, observed in Ti-6Al-4V, do not seem to be affected by the increase of the dose. Analysis of involved mechanisms is proposed. Finally, nano-indentation tests have allowed to get first description of the link between microstructure and mechanical properties. At 430°C, CP Ti grade 2 do not seem to be affected mechanically by the microstructural evolution with the irradiation dose, contrary to Ti-6Al-4V.

Key words: titanium alloys, ion irradiations, irradiation defect evolution, TEM, image analysis.