Anisotropie de propriétés mécaniques d'origine morphologique et cristallographique de l'alliage de titane β-métastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr : influence sur la durabilité en fatigue

Aurélien Helstroffer

▶ **To cite this version:**

Aurélien Helstroffer. Anisotropie de propriétés mécaniques d'origine morphologique et cristallographique de l'alliage de titane β-métastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr : influence sur la durabilité en fatigue. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2018. Français. NNT : 2018ESMA0001 . tel-01760118

HAL Id: tel-01760118

https://theses.hal.science/tel-01760118

Submitted on 6 Apr 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.

THESE

Pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale :

Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche :

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

Présentée par :

Aurélien Helstroffer

****

Anisotropie de propriétés mécaniques d'origine morphologique et cristallographique de l'alliage de titane β-métastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr : influence sur la durabilité en fatigue

****

Directeur de thèse : Patrick VILLECHAISE

Co-encadrant : Samuel HEMERY

****

Soutenance prévue le 13 février 2018

devant la Commission d'Examen

****

JURY

P. CASTANY	Maître de conférences HDR, INSA Rennes	Rapporteur
M. DEHMAS	Professeur des universités, INP-ENSIACET, Toulouse	Rapporteur
F. PETTINARI-STURMEL	Professeur des universités, Université Paul Sabatier, Toulouse	Examinateur
S. ANDRIEU	Ingénieur Matériaux, Safran Landing Systems	Examinateur
S. HEMERY	Maître de conférences, ISAE-ENSMA, Poitiers	Examinateur
P. VILLECHAISE	Directeur de recherche CNRS, Institut P', Poitiers	Examinateur

REMERCIEMENT

Cette thèse est le fruit d'une collaboration entre Safran Landing Systems et l'Institut Pprime de Poitiers. A ce titre, je tiens à remercier M. SONIAK et Mme ANDRIEU d'avoir permis la concrétisation de ce travail.

Je tiens également à sincèrement remercier les membres de mon jury pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour mes résultats de thèse. Merci à Mme. PETTINARI-STURMEL d'avoir acceptée le poste de présidente de ce jury et merci M. CASTANY et M. DEHMAS d'avoir accepté la "lourde" tâche d'être les rapporteurs de ce manuscrit. Manuscrit qui n'aurait pu voir le jour sans le travail (et surtout la patience) de Samuel et Patrick, mes directeurs.

Ce travail est également le fruit de nombreuse collaboration avec les chercheurs de l'axe endommagement et durabilité de l'institut Pprime. Je commencerai par remercier Pascal GADAUD pour l'énorme quantité de boulot qu'il a fourni, pour son implication dans ce projet mais également pour sa bonne humeur toujours plaisante dans les moments difficile. Un grand merci Loïc SIGNOR pour la réalisation et l'exploitation des agrégats et Carole NADOT pour la formation et les conseils sur l'homogénéisation et aussi pour leur bonne humeur car il y avait vachement d'ambiance dans ce labo !

Il me faut aussi saluer l'ensemble du personnel du laboratoire qui entretient cette bonne ambiance au sein du laboratoire et contribue pleinement à ce que chacun puisse y trouver sa place. En premier lieu, je souhaiterais remercier les personnes du secrétariat, Eliane, Brigitte et Karine, qui ont toujours été là pour nous accueillir avec le sourire (et des bonbons). Bien entendu, un grand merci à toute l'équipe technique pour leur aide, leurs conseils, leur patience et leur sourire. Florence pour les (nombreux) moments passés au MEB, Anne-Laure pour avoir illuminé les jours sombres, Mickael pour ses conseils, sa patience, sa bonne humeur (encore un !) Guillaume, David, Médéric, Damien, Florent, Max, Marc et les autres.

Enfin, pour faire une thèse expérimentale, il faut des éprouvettes. A ce titre, je souhaite remercier l'ensemble de l'atelier d'usinage (Jean-Louis, Laurent, Guerric, Nicolas et Théo) pour avoir réussi quel que soit l'étrangeté de mes demandes.

Enfin, j'en arrive peut-être aux remerciements les plus difficiles, les doctorants. Vous avez été pour moi ma seconde famille avec qui j'ai passé ces merveilleuses années. J'ai une pensée particulière pour tous ceux qui sont déjà parti pour le très sauvage monde du travail : Clara, Schlap, Fifi, Didier, Romain, Luc, Fabien, Aline, Camille, Rémi, Aude, Fanny, et malheureusement je suis sûr d'en oublier mais je n'en pense pas moins ! Je souhaite beaucoup de courage aux petits nouveaux qui ne vont pas tarder à le rejoindre : Alice, Nathan, Harrison, Lucille, Paul, Cyril et les autres.

Et enfin, je garde le meilleur pour la fin, roulement de tambour … le B001, seconde maison pendant ses longue années j'y ai côtoyé ce que l'humanité à produit de meilleur (ou pas) : Immanuel, Thomas, Tim, Rossé, Juanpecito del amor, Baptistouhouhou, Amélicorne, Elodicorne, Loulou, Selim, Marina, Ravi, François, Nico "bob rasovsky", Ahmad…

J'ai également une pensée pour mon double, Thibal, que j'ai connu lors de mon stage de fin d'étude et qui m'a accompagné une bonne partie de ma thèse. Je te rejoins, après un bout de chemin un peu plus long que prévu.

Un grand merci à Marion le lion alias bibi d'amour pour tous les moments passés ensemble depuis si longtemps et pour encore plus je l'espère.

Un grand merci également à mes amis de l'ENSMA qui sont toujours là pour moi et un grand merci à Ben-j qui rentre dans toutes les cases !!!

Je terminerai par une pensée particulière pour Florian, qui nous a quittés bien trop rapidement.

TABLE DES MATIÈRES

Introduction générale 1

Chapitre I. Etude Bibliographique 5

I.1. Généralités sur les alliages de titane 7

I.1.a. Les alliages de titane 8

I.1.b. Les alliages β-métastable 9

I.1.c. Processus d'élaboration et microstructure 10

I.2. Propriétés mécaniques des différentes phases rencontrées dans les alliages β-métastable. 14

I.2.a. La phase α 14

I.2.b. La phase β 20

I.2.c. La phase β'. 28

I.2.d. La phase α " 28

I.2.e. La phase ω 28

I.3. Alliages de titane, des microstructures multi-échelles 34

I.3.a. Texture morphologique dans les alliages de titane 34

I.3.b. Texture cristallographique dans les alliages de titane 35

I.3.c. Choix des variants cristallographiques 38

I.4. Comportement sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane. 42

I.4.a. Propriétés sous sollicitation monotone 42

I.4.b. Propriétés sous sollicitation cyclique 49

I.5. Synthèse 57

Chapitre II. Caractérisation des matériaux - techniques expérimentales et numériques. 59

II.1. Caractérisation des matériaux de l'étude 61

II.1.a. Etude de la microstructure industrielle 61

II.1.b. Microstructures modèles à partir d'un état forgé 77

II.1.c. Microstructure trempées 81

II.2. Techniques expérimentales 84

II.2.a. Mesure des modules d'élasticité par résonance dynamique 84

II.2.b. Essais sous sollicitation monotone 86

II.2.c. Essais sous sollicitation cyclique 88

II.2.d. Analyse EBSD 90

II.3. Démarche d'homogénéisation numérique 92

II.4. Synthèse 95

Chapitre III. Caratérisation des Proprietes Elastiques de l'alliage Ti-5553 97

III.1. Influence de la précipitation ω sur les propriétés élastiques du Ti-5553 trempé depuis le domaine ß.....99
III.2. Propriétés élastiques de la phase ß.....103
III.2.a. Résultats expérimentaux 103
III.2.b. Choix d'un jeu de constantes d'élasticité pour la phase ß du Ti-5553. 111
III.2.c. Modélisation par éléments finis.....116
III.3. Contribution de la précipitation α au comportement élastique du Ti-5553.....118
III.3.a. Caractérisation expérimentale - Contribution de la phase α primaire. 118
III.3.b. Caractérisation expérimentale - Contribution de la phase α secondaire. ..122
III.3.c. Modélisation de la déformation élastique de l'alliage Ti-5553 : Rôle de la phase ß. 126
III.4. Comparaison avec la microstructure industrielle 129
III.4.a. Influence de la direction de prélèvement des échantillons. 129
III.4.b. Application du modèle d'homogénéisation numérique. 134
III.4.c. Propriétés élastiques apparentes associées à une microstructure bimodale. 135
III.5. Conclusions 137
Chapitre IV. Anisotropie de propriétés sous sollicitations monotones et cycliques 139
IV.1. Etude des propriétés mécaniques sous sollicitations monotones 141
IV.1.a. Influence de la direction de prélèvement sur les caractéristiques mécaniques sous sollicitations monotones 141
IV.1.b. Etude de la déformation d'une microstructure bimodale au cours d'un essai sous sollicitation monotone. 146
IV.2. Propriétés mécaniques sous sollicitations cycliques.....152
IV.2.a. Comportement mécanique sous sollicitations cycliques 152
IV.2.b. Endommagement et propagation de fissure.....158
IV.2.c. Lien entre orientation cristallographique de la matrice β et amorçage de la fissure fatale. 163
IV.2.d. Effet de l'orientation cristallographique de la phase β sur l'activation des mécanismes de glissement 169
IV.3. Discussion.....177
IV.4. Conclusion chapitre IV 182
Conclusions générales et perspectives 183
Annexes.....187
Annexe I : description des familles d'alliages de titanes 188
Annexe II : Caractérisation de la microstrutcure industrielle à l'échelle du disque.....192
Annexe III : Mesure expérimentale du coefficient de poisson 195
Annexe IV : Description de la méthode de correlation d'image par suivie de mouchetis 199
Annexe V : Description de la méthode de génération d'agrégat 200

Annexe VI : Mesure du module de cisaillement de la microstructure industrielle 204
Références bibliographiques 205

INTRODUCTION GENERALE

Le monde de l'aéronautique, que l'on considère la conception des alliages et des grandes structures des aéronefs, des moteurs ou bien encore des équipements tels que les systèmes d'atterrissage ou de freinage, est en perpétuelle évolution. Les cahiers des charges associés à la conception des composants sont toujours plus exigeants vis-à-vis de la performance, de la sécurité mais aussi de la réduction des coûts d'exploitation tout en limitant au maximum l'impact sur l'environnement. Les efforts portent particulièrement sur la diminution de la masse des avions et l'espacement des visites de contrôle qui sont notamment impactées par l'augmentation des fréquences d'atterrissage.

Ces exigences techniques ont conduit les industriels, avionneurs, motoristes et équipementiers, à intégrer de nouveaux matériaux pour remplacer les alliages de densité importante, tels les aciers. Les nouvelles générations d'avions long-courriers, Airbus A350 et Boeing B787, sont désormais composées en grande partie de matériaux composites. Si ces derniers remplacent souvent avantageusement les alliages d'aluminium pour les voilures et la cellule des avions notamment, l'essentiel des composants des moteurs et des équipements pour lesquels les niveaux de propriétés mécaniques et de sécurité requis sont élevés restent fondés sur l'utilisation d'alliages métalliques. Les aciers, alliages de titane et superalliages base nickel sont donc encore très présents, leur choix dépendant en particulier du domaine de température de fonctionnement.

Lors de la conception de ces avions de nouvelle génération, le train d'atterrissage est l'un des éléments ayant le plus évolué, du point de vue du choix des matériaux. Les alliages de titane ont en effet été préférés progressivement aux aciers pour de nombreuses pièces, et notamment, la tige coulissante (Figure 1). Cet élément critique, doit résister aux phases d'atterrissage et de roulage pour l'ensemble de la durée de vie de l'appareil.

L'augmentation continuelle du trafic, qui impose des vitesses de rotation toujours plus importantes, fait subir à cet élément des efforts toujours plus intenses lors des atterrissages et en particulier lors des phases de virage sur la piste. Enfin, le dimensionnement de ce type de pièces est compliqué par la nature multiaxiale des efforts qui associent des modes complexes de torsion et de flexion **[Lok, 2014]**.

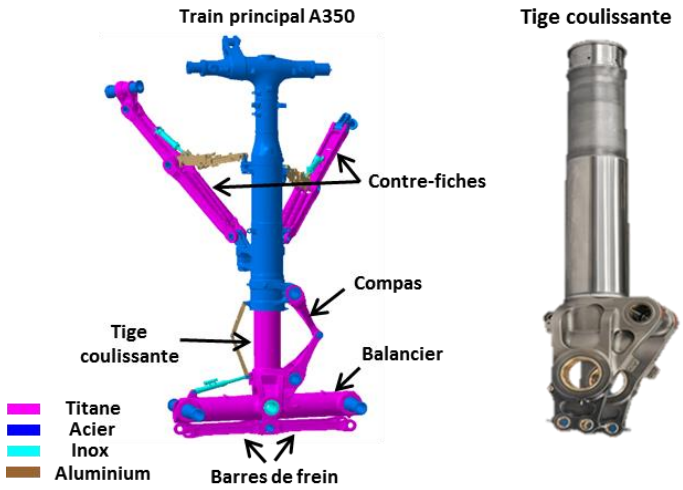


Figure 1 : Gauche : Matériaux utilisés pour la fabrication des éléments du train principal d'un Airbus A350. Droite : Photographie de la tige principale. Source : communication interne Safran.

Les alliages de titane sont relativement récents et plus onéreux que les alliages métalliques classiques comme les aciers. Ce coût élevé est en partie lié à la difficulté d'extraction de ce métal à partir du minerai, mais aussi à l'ensemble des phases complexes de transformation pour obtenir les microstructures métallurgiques souhaitées. Ils possèdent de nombreux atouts : une résistance pouvant égaler celle des aciers et ceci pour une large plage de température y compris cryogénique, des possibilités intéressantes de biocompatibilité, une résistance exceptionnelle à la corrosion, y compris en milieu marin, ou encore une densité presque deux fois inférieure à celle des aciers (Tableau 1).

Tableau 1: Comparaison des propriétés mécaniques de divers métaux pur ***[Lutjering, 2007]***

	Ti	Fe	Ni	Al
Température de fusion (°C)	1670	1538	1455	660
Transformation allotropique (°C)	$\beta \xrightarrow{882} \alpha$	$\gamma \xrightarrow{912} \alpha$	-	-
Structure cristalline	cc → hcp	cfc → cc	cfc	cfc
Module d'Young (GPa)	115	215	200	72
Limite d'élasticité (MPa)	1000	1000	1000	500
Masse volumique (g/cm^3)	4,5	7,9	8,9	2,7
Résistance à la corrosion	Très élevée	Faible	Moyenne	Elevée
Réactivité avec O_2	Très élevée	Faible	Faible	Elevée
Prix	Très élevé	Faible	Elevée	Moyen

Ces multiples propriétés ont amenés les alliages de titane à devenir incontournables dans plusieurs domaines. Ils sont ainsi régulièrement employés dans le milieu naval et dans les stations de dessalement d'eau de mer. Ces alliages sont également utilisés plus sporadiquement pour des éléments très techniques (golf, automobile..) ou dans le domaine du luxe (horlogerie, architecture …). Actuellement, l'aérospatiale, le biomédical et surtout l'aéronautique représentent la grande majorité de leurs applications industrielles.

Les alliages les plus couramment utilisés aujourd'hui possèdent une microstructure de type α+β. Ils sont constitués en grande majorité de la phase hexagonale compacte α. Celle-ci est la phase stable du titane à température ambiante. La phase β, cubique centrée, n'est pas stable à température ambiante pour du titane pur. Cependant l'addition d'éléments d'alliage permet d'en stabiliser une partie à température ambiante. Le Ti-6Al-4V et ses dérivés, qui sont les alliages les plus utilisés à l'heure actuelle, appartiennent à la catégorie des alliages α+β avec une teneur en phase β limitée à quelques pourcents. La résistance mécanique de cette classe d'alliages est relativement limitée ($Re_{max} \approx 1000$ MPa) comparée à celle des aciers hautes performances par exemple.

Les alliages de type β-métastable, contiennent suffisamment d'élément β-stabilisant pour retenir une quantité importante de phase β à température ambiante. Si les premières nuances β-métastable ont été développées après la seconde guerre mondiale, elles ont depuis une quinzaine d'année connu un regain d'intérêt très important. La quantité importante de phase β qu'elles peuvent retenir à température ambiante et les microstructures qu'il est possible d'obtenir permettent en effet d'atteindre des propriétés mécaniques inaccessibles aux alliages de type α+β ($Re_{max} \approx 1200$ MPa). Par exemple, les nuances Ti-10V-2Al-3Fe (Ti 10-2-3) et Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553), sont utilisées actuellement pour la fabrication de la tige coulissante de différents trains d'atterrissage. La fraction de phase β qu'elles contiennent est de l'ordre de 40%.

La bibliographie est très riche sur les propriétés de la phase α qui est largement étudiée dans le cadre des alliages de titane Commercialement Purs (CP) et des alliages α+β. La fraction volumique de phase β présente dans ces matériaux étant faible ($fv_\beta < 8\%$), sa contribution aux caractéristiques mécaniques a souvent été négligée. C'est pourquoi les études sur la prise en compte des propriétés de la phase β sont de plus en plus nombreuses aujourd'hui. Malgré cela, ses caractéristiques, et notamment celles liés à l'élasticité, ne sont pas encore bien établies. Certaines études tendent à montrer que l'anisotropie élastique de la phase cubique β est bien plus prononcée que celle de la phase hexagonale α **[Kim, 2002], [Ogi, 2004]**. Cependant, les données disponibles présentent de fortes disparités selon les alliages, les techniques permettant de les obtenir qu'elles soient expérimentales ou issues de simulations, et selon les auteurs. L'absence de résultats fiables et donc utilisables pour intégrer le caractère anisotrope des propriétés élastiques de la phase β du Ti-5553 constitue un verrou technologique. Il est en particulier difficile de rendre compte du caractère multiaxial des efforts dans le dimensionnement des pièces comme la tige principale sans intégrer pleinement cette anisotropie.

La fabrication de ce type de pièces, qui est aujourd'hui uniquement possible par la méthode coulée & forgée, impose différentes étapes de traitements thermomécaniques. La microstructure, et donc les propriétés mécaniques de la pièce en service, est contrôlée par ces traitements. Au cours de l'une des étapes de déformation à chaud, le matriçage, une direction préférentielle d'allongement des grains β, appelée texture morphologique ou fibrage apparait **[Weiss, 1998]**. Le fait qu'une telle texture morphologique soit ou non associé à une texture cristallographique des grains β reste à ce stade une question ouverte. Or, il est bien connu que la présence de textures cristallographiques dans les alliages de titane est un point clé vis-à-vis des propriétés. Par exemple, dans les alliages α + β, l'organisation en macrozones de nodules α (grandes zones pour lesquelles les nodules contigus présentent une orientation cristallographique très proche à même morphologie et taille) influence significativement la durabilité en fatigue **[Bache, 1998]**, **[Bache, 2001]**, **[Evans, 2005]**, **[Bridier, 2008]**.

L'influence sur les propriétés mécaniques des textures associées aux grains β n'est que peu étudiée notamment pour ce qui concerne les aspects cristallographiques. Le rôle des textures morphologique et cristallographique associées à la phase β a parfois été abordé par des prélèvements d'échantillons spécifiques **[Duval, 2013]**, **[Manda, 2015]**, **[Li, 2014]**. Ces aspects seront au centre de cette étude.

La microstructure de ces alliages a été fixée, et les propriétés unidirectionnelles liées à cette microstructure sont établies. Néanmoins, la réponse mécanique du matériau varie en fonction de la direction de prélèvement. Le caractère anisotrope de ces alliages pourrait être lié en partie à l'anisotropie de la phase α, qui est bien documentée dans la littérature **[Lutjering, 2007]**. Cependant, si l'anisotropie de propriétés élastiques de la phase β est réellement plus importante que celle de la phase α, la contribution de celle-ci à l'anisotropie élastique globale et locale du matériau pourrait être prépondérante **[Duval, 2013], [Martin, 2012]**. C'est dans ce contexte que s'inscrivent ces travaux de thèses, issue d'une collaboration entre Safran Landing Systems et l'Institut Pprime de Poitiers.

Le travail de thèse décrit dans ce manuscrit, réalisé au sein de l'axe Endommagement & Durabilité du Département de Physique et Mécanique des Matériaux (DPMM) de l'institut Pprime, vise deux objectifs principaux. Dans un premier temps, caractériser les propriétés mécaniques de la phase β du Ti-5553 et notamment

l'anisotropie élastique. Dans un second temps, nous chercherons à quantifier l'impact de cette anisotropie élastique, associée aux textures morphologique et cristallographique, sur les propriétés mécaniques. Pour cela, nous étudierons les mécanismes de déformation et d'endommagement sur la durabilité en fatigue de l'alliage Ti-5553 dans une configuration dite "industrielle". L'ensemble des travaux réalisés au cours de ce doctorat est présenté par la suite selon l'articulation suivante.

Dans un premier chapitre, le contexte scientifique sera précisé à travers une synthèse bibliographique. Le comportement des alliages est contrôlé par les propriétés des phases qui les composent et leurs interactions. C'est pourquoi la synthèse bibliographique abordera les différentes phases pouvant apparaitre dans les nuances étudiées. Une revue, qui se veut la plus exhaustive possible, des propriétés élastiques de la phase β sera aussi proposée. En conséquence de cette étude, une démarche dédiée sera mise en place pour répondre aux problématiques posées.

En particulier, plusieurs états métallurgiques dont l'état "industriel" seront exploités. Pour cela, dans un premier temps, il est indispensable de déterminer les caractéristiques mécaniques élastiques de la phase β. Dans ce but, des microstructures modèles "Trempées" composées essentiellement de phase β seront établies. Afin de pouvoir confronter à l'expérience les données sur l'anisotropie issues de la bibliographie, ces microstructures seront associées à des textures cristallographiques les plus prononcées possibles. Ces différents états (microstructure, texture morphologique et cristallographique) seront décrits dans le deuxième chapitre. Celui-ci détaillera également les techniques expérimentales de caractérisation et d'essais mécaniques permettant de relier les propriétés à la microstructure. Un outil numérique permettant d'estimer la contribution de la phase β aux propriétés mécaniques de l'alliage Ti-5553 sera également décrit.

L'ensemble des résultats établis sur les propriétés mécaniques élastiques des microstructures trempées, forgées et industrielle sera présenté dans le troisième chapitre. Les données établies à partir des différents types d'essais et caractérisations, permettront de mieux comprendre les propriétés mécaniques élastiques de la phase cubique β. Il sera donc possible de quantifier la contribution de chacune des phases aux propriétés des alliages β-métastable. Cette contribution sera évaluée pour différentes microstructures contenant différents taux de phase α. En particulier le module d'Young à une échelle mésoscopique, inférieure à une centaine de grains, sera caractérisé en fonction de la texture cristallographique et morphologique.

Finalement, les propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique, associées à la microstructure industrielle, seront étudiées dans le quatrième et dernier chapitre. Le lien entre les mécanismes d'endommagement et les hétérogénéités du champ de déformation dus à l'anisotropie de la phase β sera discuté. En fatigue, nous étudierons le couplage multi-échelle entre les grains β et la précipitation α primaire dans les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissure.

CHAPITRE I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Les alliages de titane comptent de nombreuses nuances qui présentent des propriétés mécaniques et des mécanismes de déformation très différents. Quelques notions concernant les différentes familles d'alliages ainsi que toutes les informations nécessaires à la compréhension des processus de fabrication qui permettent d'obtenir la microstructure étudiées seront détaillés dans la première partie de ce chapitre.

La partie suivante sera consacrée à la description des caractéristiques mécaniques pour les différentes phases que nous rencontrerons dans le cadre de notre étude. La microstructure étudiée du Ti-5553 contient une fraction significative de phase β dont les propriétés, en particulier élastiques, sont mal connues. Une attention particulière sera accordée à cet aspect.

Dans un troisième temps, les mécanismes d'apparition de texture morphologique ou cristallographique, inhérent aux techniques de fabrications actuelles de pièces comme la tige coulissante, seront abordés.

La dernière partie du chapitre décrira les propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique établies pour les alliages β-métastable. Les effets des textures morphologiques et cristallographiques sur l'anisotropie de propriétés mécaniques et leurs conséquences sur la durabilité en fatigue seront discutés.

I.1. Généralités sur les alliages de titane

Le titane, 22ème élément de la classification périodique, représente le dixième constituant en masse de la terre. Comme on peut le voir sur le diagramme d'équilibre Ti-Al présenté sur la Figure 2, le titane pur possède une température de fusion de l'ordre de 1670°C. Il présente également une transformation allotropique à 882°C. Au-dessus de cette température, le titane se trouve sous sa forme appelé β, qui possède une structure cristalline cubique centrée (cc) avec un paramètre de maille de 0.332 nm à 900°C **[Lutjering, 2007]** (Figure 3.a). Celle-ci devient hexagonale compacte (hc ou hcp pour Hexagonal Close Packed) en dessous de la température allotropique, également appelée transus β ou T_β (Figure 3.b).

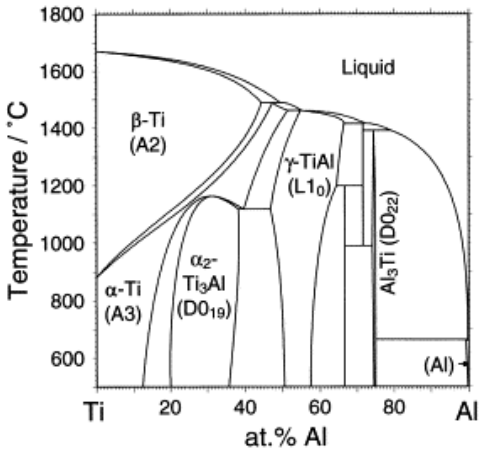


Figure 2 : Diagramme de phase du système Ti-Al **[Kattner, 1992]**

La transformation β → α est de type martensitique. Elle s'effectue sans diffusion suivant les relations d'orientations décrites par Burgers dans les alliages de zirconium. Un léger mouvement atomique transforme la direction dense de la phase cubique $< 111 >_\beta$ en une des directions compactes de la phase hexagonale $< 11\bar{2}0 >_\alpha$. Cette transformation impose des relations d'orientations entre la phase "mère" β et la phase "fille" α (Figure 3.c). Ces relations, appelées relations de Burgers **[Burgers, 1933]** sont les suivantes :

$$\{110\}_\beta \,||\, (0001)_\alpha$$
$$\langle 111\rangle_\beta \,||\, [11\bar{2}0]_\alpha$$

Ces relations d'orientations limitent, lors du refroidissement de la phase cubique centrée, les possibilités d'orientation de la phase hexagonale précipitée. Pour une orientation de la phase β, la phase α ne peut prendre que 12 orientations différentes. Chacune de ces 12 orientations est appelée variant. Une représentation des deux phases et un schéma des liens cristallographiques entre les phases α et β sont représentés sur la Figure 3.c et Figure 3.d.

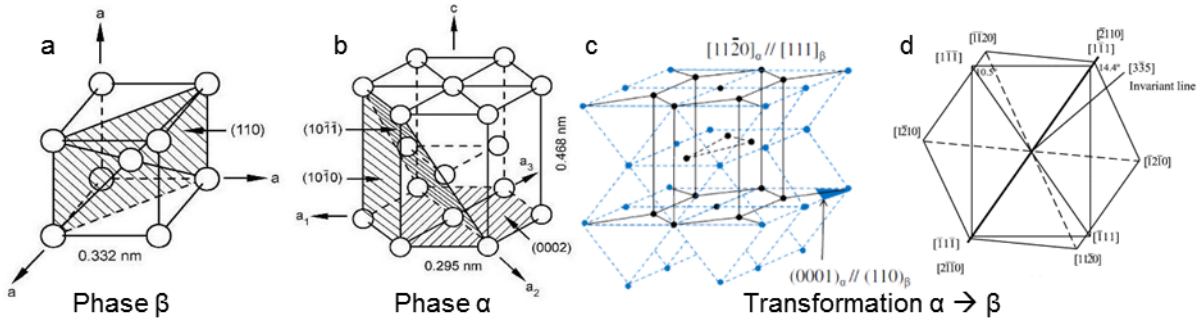


Figure 3 : (a) géométrie de la phase β; (b) Géométrie de la phase α **[Lutjering, 2007]***; (c) relation cristallographique entre les phases α en noir et β en bleu* **[Seraphin, 1965]***; (d) Relation entre les plans (110)β et (1120)α* **[Savage, 2004]**.

I.1.a. Les alliages de titane

Bien que le titane soit parfois utilisé industriellement sous une forme quasi-pure, appelée CP (Commercialement Pur), il est employé sous forme alliée pour la majorité des applications actuelles. L'effet de certains éléments d'alliages a été beaucoup étudié. Par exemple, l'hydrogène est bien connu pour fragiliser les alliages de titane en augmentant la vitesse de propagation des fissures notamment **[Teter, 2001]**. Mais les effets de chaque élément d'alliage et leurs interactions ne sont pas toujours connus en détails **[Lu, 2014]**. La propriété la mieux établie est l'affinité des éléments avec l'une ou l'autre des phases α et β. Les éléments favorisant la précipitation de phase α sont appelés α stabilisants. Ils ont pour effet d'augmenter le domaine de stabilité de la phase α ce qui conduit à augmenter la température de transus, comme on peut le voir sur la Figure 4.a. Les éléments permettant de stabiliser la phase β sont appelé β-stabilisants; ils permettent de conserver une partie de la phase β à température ambiante. Il existe deux catégories d'éléments stabilisant pour la phase β, représentées sur les Figure 4.b et Figure 4.c, les éléments isomorphes qui vont juste accroître la quantité de phase β à température ambiante et les éléments eutectoïdes qui vont favoriser la précipitation de composés définis. Les éléments β-stabilisant isomorphes les plus courants sont le Mo, V, W, Nb et le Ta. Les éléments β-stabilisant eutectiques les plus courants sont le Fe, Cr, Cu, Ni, Co, Mn, Si. Il existe également des éléments "neutres" comme Zr et Sn qui ont peu d'influence sur la stabilité de l'une ou l'autre des phases α et β (Figure 4.d).

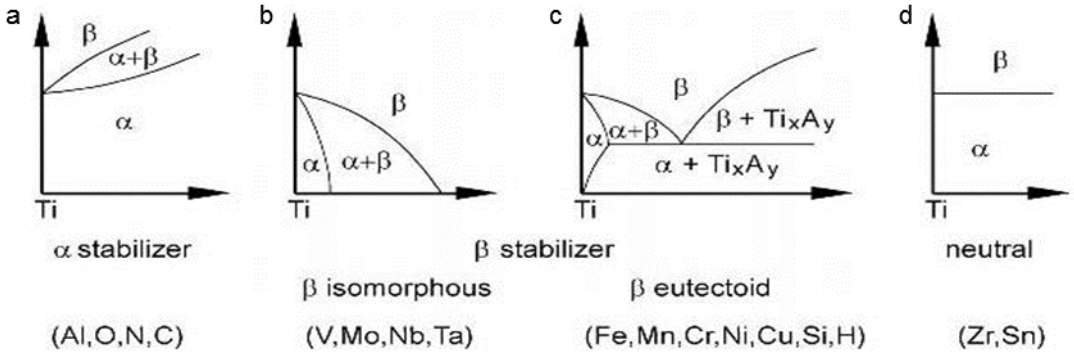


Figure 4 : Schématisation de l'effet de différents éléments d'alliages sur le titane

Usuellement, l'élément d'alliage le plus utilisé est l'aluminium qui est α-stabilisant. L'élément d'alliage β-stabilisant le plus utilisé est le molybdène. C'est pourquoi on utilise généralement deux indicateurs pour classer les différents alliages : les concentrations

équivalentes en aluminium et en molybdène. Les formules sont données ci-dessous (Équation 1 et 2) **[Bania, 1994], [Weiss, 1999]**. La formule de calcul de ces indicateurs nous renseigne sur les effets relatifs de chaque élément. Par exemple on peut remarquer que l'effet α-stabilisant de l'oxygène est dix fois supérieur à celui de l'aluminium.

$$Al_{eq}(\%massique) = Al + 0{,}33.Sn + 0{,}17.Zr + 10.O_2 + 10.\mathrm{C} + 20.\mathrm{N} \quad (1)$$

$$Mo_{eq}(\%massique) = Mo + 0{,}67.V + 1{,}67.Cr + 2{,}86.Fe + 0{,}77.Cu + 0{,}28.Nb \quad (2)$$

La Figure 5 présente la composition nominale de différents alliages sur un graphique gradué en Al_{eq} et Mo_{eq}. À partir de la concentration équivalente en Mo, il est possible de distinguer 3 grands types d'alliages. Les alliages α ou quasi-α constitués presque entièrement de phase α, les alliages α+β qui retiennent quelques pourcents de phase β à température ambiante ($f_{v\beta} < 10\%$) et les alliages β-métastable qui retiennent une part beaucoup plus importante de phase β à température ambiante ($f_{v\beta} > 10\%$) **[Lutjering, 2007]**.

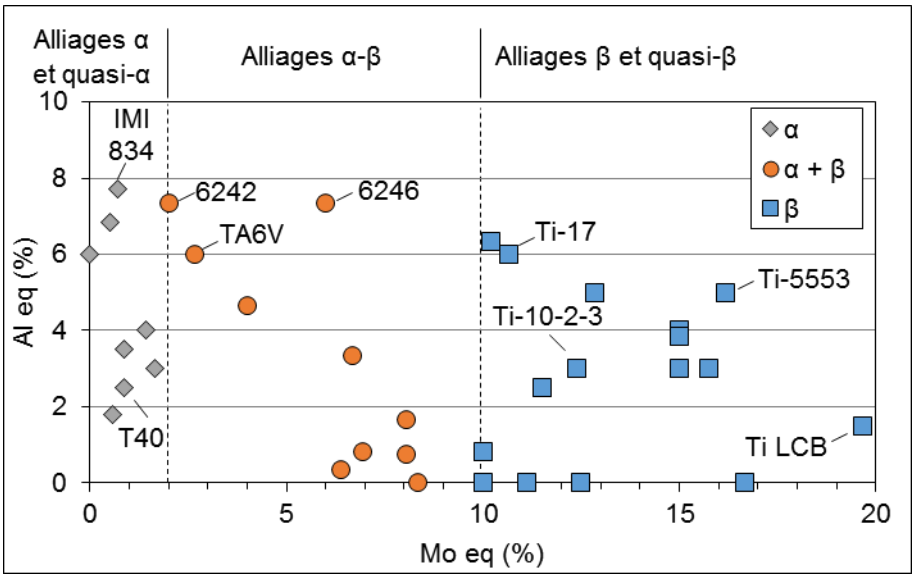


Figure 5 : Classification de quelques alliages de titane en fonction des concentrations équivalentes en Al et Mo.

Dans le cadre de cette étude nous nous intéresserons essentiellement aux nuances β-métastable, comme le Ti-5553, où l'influence de la phase β est non négligeable du fait de sa fraction importante retenue à température ambiante. La composition chimique des nuances α, α + β et β mentionnées dans ce manuscrit sont données dans l'annexe I pour comparaison à celles des alliages β-métastable qui sont données dans ce chapitre.

I.1.b. Les alliages β-métastable

Les alliages β-métastable contiennent beaucoup plus d'éléments β-stabilisants que les alliages α + β (voir Figure 5). Le taux de phase β pouvant être retenue à température ambiante est bien plus important (de 10 à 99%) que pour les alliages α + β. Les éléments β-stabilisants sont généralement assez lourds. Par exemple le molybdène a une densité supérieure à 10, c'est pourquoi la densité des alliages β est légèrement supérieure à celle

des autres classes d'alliages de titane. Cependant, les caractéristiques mécaniques de ces nuances sont généralement supérieures à celles des alliages α + β, ce qui ouvre à bien des perspectives pour des applications industrielles. La composition et les caractéristiques mécaniques de quelques alliages classiques de cette classe sont présentées dans le Tableau 2. Dans l'industrie aéronautique, les alliages β-métastable sont par exemple utilisés pour la fabrication de disque de compresseur (Ti-17), mais surtout pour les tiges coulissantes de trains d'atterrissage (Ti-5553 et Ti 10-2-3) **[Boyer, 2005]**. Certaines nuances sont conçues pour atteindre un module d'Young particulièrement faible, parfois inférieur à 50 GPa. Il s'agit des alliages utilisés pour application biomédicales (prothèses et implants) pour lesquels le plus faible écart au module d'Young de l'os humain est recherché. Ces alliages diffèrent notablement de ceux pour application aéronautiques notamment par leur formulation chimique qui exclue tout élément toxique pour le corps humain. De plus, ils présentent généralement des propriétés de super-élasticité et/ou de mémoire de forme, **[Banerjee, 2013]**, **[Yilmazer, 2012]**, **[Lee, 2012]**, **[Guillemot, 2000]**, **[Gloriant, 2006]**, **[Chaves, 2015]** aspects qui ne seront pas développés dans le présent travail.

Tableau 2 : Noms commerciaux, compositions et caractéristiques mécaniques typiques de différents alliages β. ***[Welsch, 1993]***
(1) Valeur typique traitement mise en solution + vieillissement (STA = Solution Treated and Aged)
(2) Valeur matériau forgé et traité 750-765°C/1h/Trempe+ 480-510°C/8h/Refroidissement air
(3) D'après Veeck et al. ***[Veeck, 2004]***

Alliages	Composition (%massique)	$Rp_{0,2\%}$ (MPa)	UTS (MPa)	A%
Ti 17[(1)]	Ti - 5Al - 2Sn - 2Zr - 4Mo - 4Cr	1035-1075	1105-1240	8-15
Ti 10-2-3[(2)]	Ti - 10V - 2Fe - 3Al	1158-1268	1240-1280	4
Ti 5-5-5-3[(3)]	Ti - 5Al - 5Mo - 5V - 3Cr	1055	1159	9

Les multiples traitements thermomécaniques possibles permettent l'obtention de microstructures multi-échelle très diverses, notamment pour ce qui concerne la taille et la morphologie de la précipitation α. Cette diversité se traduit par un large panel de propriétés mécaniques, le niveau de performance étant cependant souvent supérieur à celui des alliages α + β. Les microstructures classiquement obtenues sur les alliages α + β sont présentées dans l'annexe I. Les étapes de fabrication, ainsi que les différentes microstructures possibles pour les alliages β-métastables sont décrites dans la partie suivante.

I.1.c. Processus d'élaboration et microstructure

Dans cette partie, nous présenterons qualitativement le processus d'élaboration des alliages de titane β-métastable par la voie coulée-forgée. À partir de lingots de matière, ce processus est divisé en quatre étapes, présentées schématiquement sur la Figure 6, qui permettent d'obtenir 6 grandes familles de microstructures définies en fonction de la morphologie de la phase α.

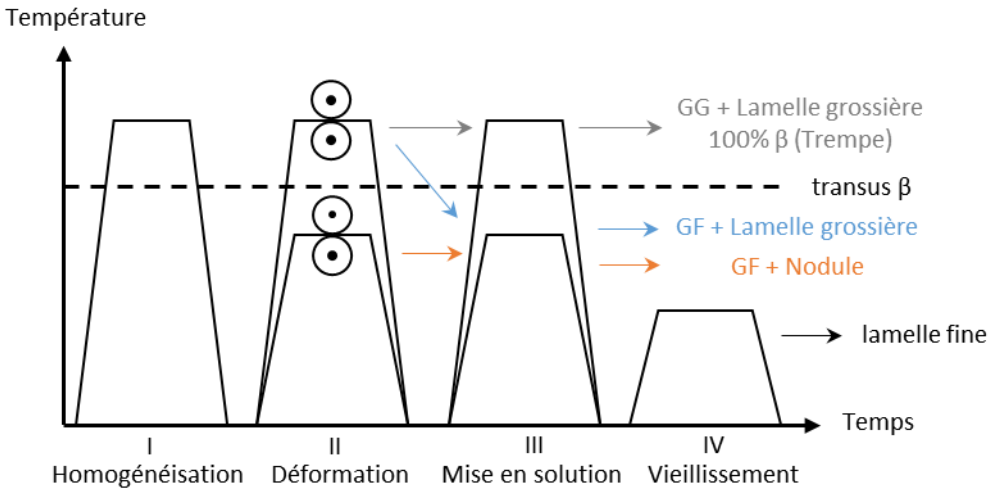


Figure 6 : Schématisation des différentes étapes thermomécaniques d'obtention d'un alliage (GG = Gros Grain, GF = Grain Fin).

La première étape est un traitement thermique destiné à homogénéiser la composition chimique par diffusion sur l'ensemble du lingot (I sur la Figure 6). Celui-ci est généralement effectué à une température élevée, ce qui engendre une augmentation de la taille des grains β.

Les étapes de déformation suivant l'homogénéisation (II sur la Figure 6), ont pour but d'affiner la microstructure par des mécanismes de recristallisation qui seront détaillés dans la partie consacrée à la description des mécanismes d'apparition des textures cristallographiques. La compréhension des mécanismes mis en jeu pendant la déformation est primordiale, car c'est la principale source de formation des textures morphologique et cristallographique. La déformation est effectuée par forgeage ou laminage. Dans le cas d'une tige coulissante celle-ci est forgée entre deux matrices qui permettent une mise en forme primaire du lingot, on parle alors de matriçage.

Les effets sur la microstructure finale des étapes de déformations dépendent notamment du niveau de température, supérieur ou inférieur au transus β. Lors de sa formation, la précipitation α prend généralement une forme lenticulaire qui apparait sous forme de lamelles allongées sur une coupe. La déformation plastique de ce type de structure (forgeage subtransus) introduit une densité de dislocation et des désorientations dans les lamelles α **[Weiss, 1986]**. Celles-ci permettent l'apparition de mécanisme de recristallisation. La précipitation α prend alors la forme de nodule équiaxes lors d'un traitement thermique de mise en solution (III sur la Figure 6) en dessous du transus β **[Settefrati, 2012]**.

Un traitement thermique de mise en solution supersolvus conduira à une microstructure composée de gros grain β. Comme on peut le voir sur la Figure 7, lors d'un traitement supersolvus le diamètre moyen des grains augmente très rapidement dans les premières minutes puis l'augmentation de diamètre en fonction du temps semble devenir linéaire. La vitesse de croissance des grains dépend de la chimie de l'alliage, par exemple la présence de bore est notamment connue pour limiter considérablement la croissance des grains β **[Cherukuri, 2009]**.

La phase α formée lors du refroidissement depuis une mise en solution supersolvus prendra généralement une forme de lamelle grossière. La taille de ces lamelles dépendra de la température de traitement mais également des vitesses de montée en température et de refroidissement **[Settefrati, 2012]** (Figure 8.d et Figure 8.e). À partir d'un

refroidissement rapide (trempe à l'eau par exemple) depuis le domaine de stabilité de la phase β, on obtient une microstructure composée de grains β équiaxes appelée microstructure "Trempée" dans la suite du manuscrit (Figure 8.a). Celle-ci contient également des précipités nanométriques de phase ω_{ath}.

Le traitement final, le vieillissement, permet la précipitation d'une population de lamelles plus fines que celles formées au cours de la mise en solution (Figure 8.d et Figure 8.e).

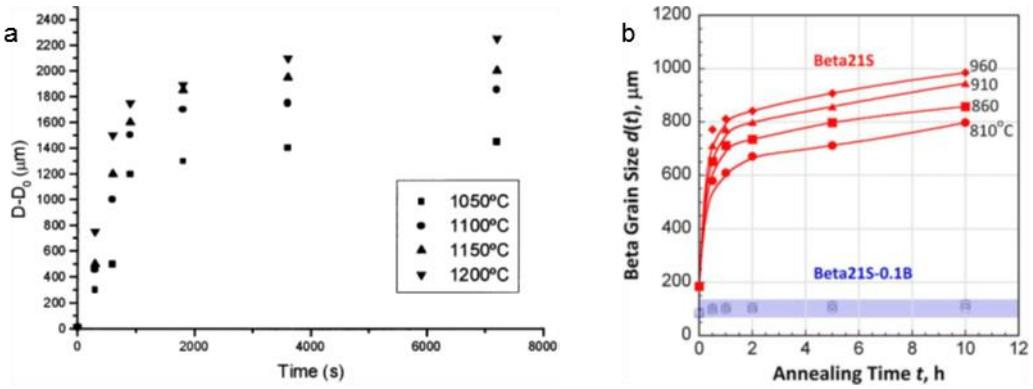


Figure 7 : Taille des grains β en fonction du temps de traitement thermique (a) sur du TA6V **[Gil, 2000]***; (b) sur du β21S* **[Cherukuri, 2009]**.

Les alliages β métastable ont été classés en 6 grandes familles en fonction des différentes morphologies possibles de la précipitation α :

- Les microstructures 100% β, qui ne contiennent pas de précipitation α (Figure 8.a).
- Les microstructures avec une seule population de précipité sous forme de nodules ou de lamelles fines ou de lamelles grossières (Figure 8.b, d et e).
- les microstructures bimodales nodulaires ou lamellaires en fonction de la morphologie de la précipitation primaire (Figure 8.c et f).

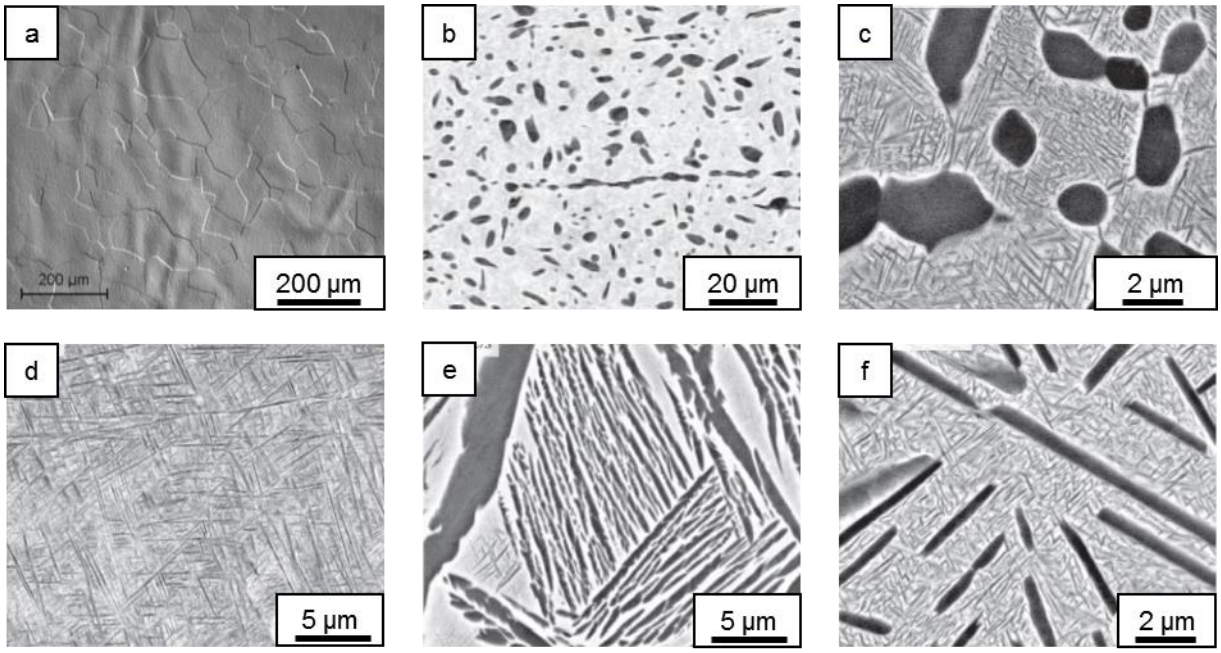


Figure 8 : Exemple d'image en microscopie optique (a) et électronique à balayage (c-f) des microstructure possible pour les alliages β-métastables : (a) "100% β" **[Yang, 2014]***; (b) Nodulaire* **[Settefrati, 2012]***; (c) Bimodale nodulaire* **[Settefrati, 2012]***; (d) lamellaire fine* **[Martin, 2012]***; (e) Nodulaire grossière* **[Settefrati, 2012]***; (f) Bimodale lamellaire* **[Settefrati, 2012]**

Duval a montré, au cours de ses travaux de thèse, que la microstructure bimodale nodulaire présente le meilleur compromis résistance/ductilité en traction pour l'alliage Ti-5553 **[Duval, 2013]**. La microstructure de notre matériau d'étude dit "industriel" est constituée de grains β millimétriques de forme elliptique. Les nodules primaires α_p équiaxes représentent environ 20% du volume et leur diamètre est de quelques micromètres. La précipitation secondaire α_s apparait sous forme de lamelles nanométriques qui représentent environ 40% du volume du matériau. La microstructure de précipitation α est très proche de celle présentée sur la Figure 8.c. Une caractérisation détaillée de cette microstructure sera présentée dans le second chapitre en partie II.1.a.

Les phases α et β sont les deux phases stables du titane pur. Cependant, en fonction de la composition chimique de l'alliage considéré, et des différents traitements thermomécaniques appliqués, des phases hors équilibre peuvent apparaître. Un diagramme d'équilibre schématique a été proposé par différent auteurs. Celui-ci est présenté sur la Figure 9. Les phases hors équilibre observées dans le Ti-5553 sont la phase β' (issu de la décomposition spinodale de la phase β) et la phase orthorhombique ω comme on peut le voir sur la Figure 9 **[Lutjering, 2007]**.

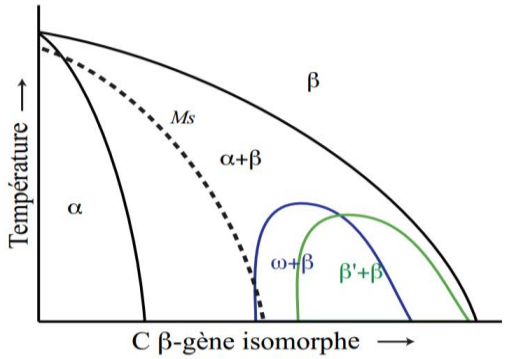


Figure 9 : Schématisation du domaine d'apparition des phase ω et β' dans un diagramme d'équilibre β-isomorphe **[Lutjering, 2007]**

Beaucoup de données sont disponibles dans la littérature sur les propriétés mécaniques de ces phases. La phase α y est généralement majoritairement traitée, mais la littérature est moins fournie concernant les propriétés mécaniques des phases métastables telles que la phase β ou les phases hexagonales ω. On se propose dans la suite de ce manuscrit, d'effectuer une synthèse des différents résultats issus de la littérature pour chacune des phases pouvant apparaître dans les conditions de notre étude.

I.2. Propriétés mécaniques des différentes phases rencontrées dans les alliages β-métastable.

I.2.a. La phase α

Propriétés élastiques

Dans un premier temps, nous proposons au lecteur quelques éléments d'informations sur l'élasticité linéaire des matériaux cristallins, appliqués à la maille cristalline de la phase α.

En élasticité linéaire, les tenseurs d'ordre 2 des déformations $\{\varepsilon\} = \varepsilon_{ij}$ et des contraintes $\{\sigma\} = \sigma_{ij}$ sont liés par le tenseur d'ordre 4 des rigidités$\{C\} = C_{ijkl}$, ou son inverse le tenseur des souplesses noté $\{S\} = S_{ijkl}$, par les relations $\{\sigma\} = \{C\}.\{\varepsilon\}$ et $\{\varepsilon\} = \{S\}.\{\sigma\}$.

Les tenseurs {σ} et {ε} étant d'ordre 2, les tenseurs {C} et {S} sont d'ordre 4, ils possèdent à priori 81 composantes indépendantes. Les relations de petite et grande symétrie décrite par les équations 3 et 4 respectivement, limitent à 21 le nombre de constantes indépendantes. Un raisonnement analogue peut être fait à partir de la symétrie du tenseur des souplesses **[Martin, 2012]**.

$$Petite\ symétrie : \quad C_{ijkl} = C_{ijlk} = C_{jikl} \tag{3}$$

$$Grande\ symétrie : \quad C_{ijkl} = C_{klij} \tag{4}$$

Usuellement, les tenseurs d'ordre 4 sont représentés, en utilisant la convention de notation de Voigt, sous forme de matrice (6x6). Les symétries associées à la nature de la maille cristalline permettent de réduire le nombre de constante indépendante. Dans le cas de la phase α, la structure cristalline hexagonale compacte implique généralement un comportement isotrope transverse : les propriétés mécaniques sont identiques dans toutes les directions contenues dans le plan de base, appelé plan basal (en gris sur la Figure 11.a). Cette configuration limite le nombre de constantes indépendantes à 5 (Équation 5) :

$$\bar{\bar{C}} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{44} & 0 & 0 \\ & \text{Sym} & & & C_{44} & 0 \\ & & & & & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} \end{pmatrix} \quad \bar{\bar{S}} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & S_{11} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ & & & S_{44} & 0 & 0 \\ & \text{Sym} & & & S_{44} & 0 \\ & & & & & 2(S_{11}-S_{12}) \end{pmatrix} \tag{5}$$

Par inversion de la matrice de rigidité, il est possible de déterminer les valeurs des constantes de souplesse par les formules (Équation 6) présentées ci-dessous :

$$S_{11} = \frac{C_{13}^2 - C_{11}C_{33}}{\Delta C} \qquad S_{12} = \frac{-(C_{13}^2 - C_{12}C_{33})}{\Delta C}$$

$$S_{13} = \frac{-C_{13}}{\Delta C_2} \qquad S_{33} = \frac{C_{11} + C_{12}}{\Delta C_2} \qquad S_{44} = \frac{1}{C_{44}} \tag{6}$$

$$Avec : \quad \Delta C = -C_{33}C_{11}^2 + 2C_{11}C_{13}^2 + C_{33}C_{12}^2 - 2C_{12}C_{13}^2$$

$$\Delta C_2 = -2C_{13}^2 + C_{11}C_{33} + C_{12}C_{33}$$

Dans le cas d'un matériau isotrope transverse, il est possible de déterminer à partir des formules de Hayes **[Hayes, 1972]**, le module d'Young en fonction de l'angle entre l'axe c et le plan de base (appelé angle θ) et des composantes de la matrice de souplesses par la formule (Équation 7) :

$$\frac{1}{E(\theta)} = S_{11} + (-2S_{11} + 2S_{13} + S_{44})\cos^2(\theta) + (S_{11} - 2S_{13} + S_{33} + S_{44})\cos^4(\theta) \tag{7}$$

Une synthèse des données rapportées de la littérature sur les constantes de rigidité de la phase α est donnée dans le Tableau 3. Toutes les valeurs expérimentales présentées ont été établies par des méthodes différentes, mais toutes basées sur la différence de vitesse de propagation d'une onde ultrasonore en fonction de l'orientation cristalline. Pour tous les auteurs, les valeurs des constantes de rigidité sont relativement proches. On peut néanmoins remarquer que les valeurs établies par Kim et al. **[Kim, 2002]** pour différents alliages sont inférieures à celle obtenues par les autres auteurs pour le titane pur. Les valeurs issues de **[Martin, 2012]** ont été établies afin d'optimiser la corrélation entre les valeurs simulées et celles expérimentales correspondant à plusieurs alliages β-métastable. On constate alors des valeurs très élevées, peu réalistes.

Tableau 3 : Constante de la matrice de rigidité (GPa) de la phase α du titane.

références	matériau	méthode	C_{11}	C_{12}	C_{13}	C_{33}	C_{44}
[Brandes_1992]	Ti	-	168	95	69	191	48
[Fisher_1964]	monocristal Ti pur	ultrasonic waves interference	162	92	69	180	47
[Flowers_1964]	monocristal Ti pur	ultrasonic pulse echo	154	86	67,3	183	46,7
[Kim_2002]	Ti-6242 single colony	line focus acoustic microscopy	141	76,2	57,9	163	48,7
[Kim_2002]	monocristal Ti - 6Al	line focus acoustic microscopy	136	78	68,5	163	40,6
[Martin_2012]	-	Numerique	219	124	93	243	63,5

Le résultat du calcul de module d'Young à partir de ces coefficients et de l'équation 7 est présenté sur la Figure 10. Le module d'Young maximal, pour une sollicitation suivant l'axe c, varie de 119 à 193 GPa. Le module minimal, pour une sollicitation dans le plan de base, varie de 85 à 141 GPa. Le ratio E_{max}/E_{min} est un des moyens de comparer l'anisotropie

de propriétés élastiques associées à ces coefficients. Pour les 6 cas traités, la valeur du ratio est quasi identique puisqu'il varie de 1,37 à 1,45.

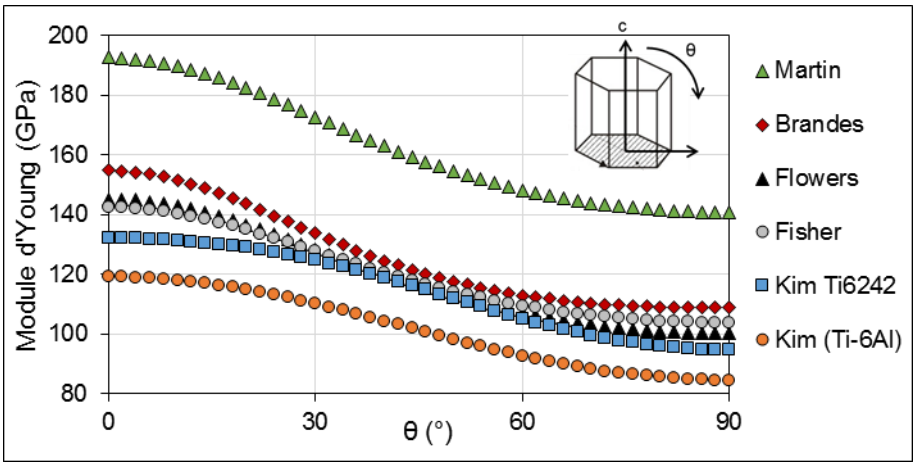


Figure 10 : Variation du module d'Young en fonction de l'angle entre l'axe c de la maille hexagonale et le plan de base (angle θ) **[Brandes, 1992], [Fisher, 1970], [Flowers, 1964], [Kim, 2002], [Martin, 2012]**.

Il existe peu de travaux expérimentaux basés sur des essais mécaniques conventionnels visant à mesurer le module d'Young de la phase α en fonction de l'orientation cristallographique. Très récemment des essais in-situ sur des micro-éprouvettes de TA6V par Hemery et al. **[Hémery, 2016]** ont montré des résultats en bon accord avec les constantes d'élasticités établies par Fisher et Renken **[Fisher, 1964]**.

Une autre technique a été largement employée pour étudier l'anisotropie de propriétés des alliages de titane, la nano-indentation combinée à des cartographies EBSD **[Merson, 2008], [Fizanne-Michel, 2014], [Britton, 2010]**. Les résultats présentés montrent qu'il est possible de caractériser par cette méthode l'anisotropie de propriétés associée à la déformation plastique. Cependant, l'estimation du module d'Young par cette technique est délicate, en partie parce que la sollicitation est multiaxiale **[Fischer-Cripps, 2000]**.

Nos travaux étant dans la continuité de ceux de Duval **[Duval, 2013]**, nous nous appuierons dans la suite du manuscrit sur ses résultats, établis à partir des constantes d'élasticité estimées par Flowers et al. **[Flowers, 1964]**.

Mécanisme de déformation plastique-glissement

Pour le titane pur, les mécanismes de déformation plastique majoritaires sont le maclage et le glissement **[Britton, 2010]**. Dans un alliage, pour des vitesses et des niveaux de déformation faibles, les mécanismes de déformation de la phase α se limitent au glissement **[Chichili, 1998]**. Les plans de glissement possibles pour la phase α sont présentés sur la Figure 11. Ils correspondent aux plans de densité atomique maximale, qui sont les plans de base, prismatiques et pyramidaux.

Historiquement, afin de comprendre les mécanismes de glissement dans la phase α, des essais ont d'abord été menés sur des monocristaux de titane pur à basse température. Ceux-ci ont permis d'identifier le glissement prismatique, comme mode de déformation principal même dans des conditions d'orientation très défavorables **[Akhtar, 1975], [Naka, 1991]**. Cependant ces résultats ne sont pas toujours transposables aux alliages tel que le TA6V car l'énergie d'activation des différents systèmes de déformation est fortement dépendante de la chimie des alliages **[Conrad, 1967], [Williams, 1968]**.

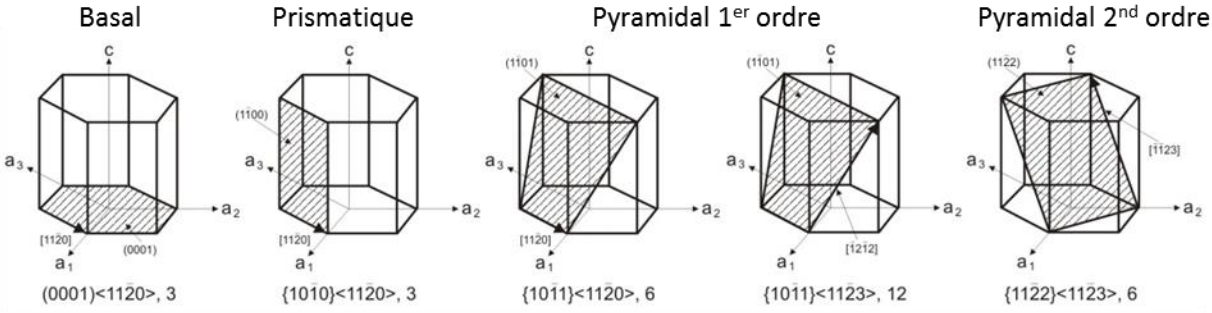


Figure 11 : Représentation des plans de glissement usuels dans la phase hexagonale du titane **[Balasubramanian, 2002]**

La détermination du seuil d'apparition des mécanismes de glissement et des dislocations suivant les plans mentionnés ci-dessus, a fait l'objet de nombreuses études **[Bridier, 2005], [Bridier, 2008], [Gerday, 2011], [Duval, 2013]**. Ces études semblent montrer que la loi de Schmid **[Schmid, 1934]**, permet généralement de déterminer le type de système de glissement activé (basal, prismatique ou pyramidal) **[Lagattu, 2006], [Bridier, 2009], [Zhang, 2010]**. Selon cette approche classique, lorsque la scission critique résolue sur un système de glissement atteint une valeur critique τ_{CRSS} (CRSS : Critical Resolved Shear Stress) le mouvement des dislocations a lieu. L'expression de cette scission critique en fonction des paramètres géométriques définis sur la Figure 12 est : $\tau_{CRSS} = \cos\theta \,.\cos\chi.\sigma = \mu.\sigma$ ou μ est appelé facteur de Schmid. Sa valeur varie de 0 à 0.5 et il est sans dimension. Plus sa valeur est élevée, plus la scission résolue est importante, plus le mouvement des dislocations sera favorisé.

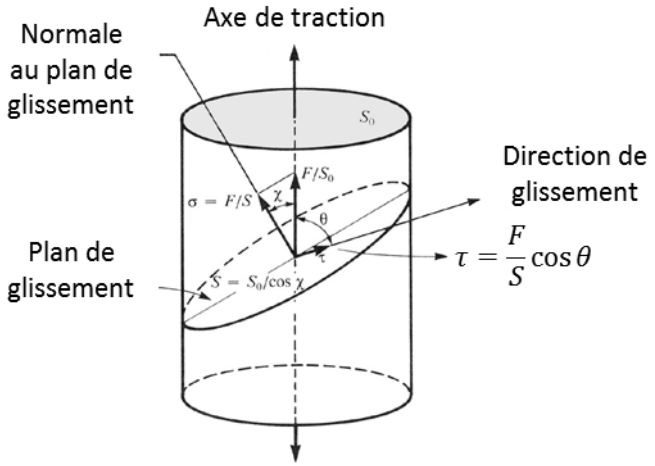


Figure 12 : Définition du facteur de Schmid pour l'analyse du glissement.

Une analyse des traces de glissement permet de déterminer la nature des systèmes de glissement lorsqu'ils sont activés dans la phase α **[Bridier, 2005]**. L'identification du système de glissement est possible en combinant les données d'orientation cristallographique obtenues par EBSD et l'observation de la trace du glissement activée suivant la méthode proposée par Villechaise et al. **[Villechaise, 2002]**. Cette méthode consiste à comparer l'angle entre les bandes de glissement observées expérimentalement à la surface d'un échantillon déformé et l'axe de sollicitation, à celui déterminé en considérant la trace théorique calculée pour chaque système de glissement possible.

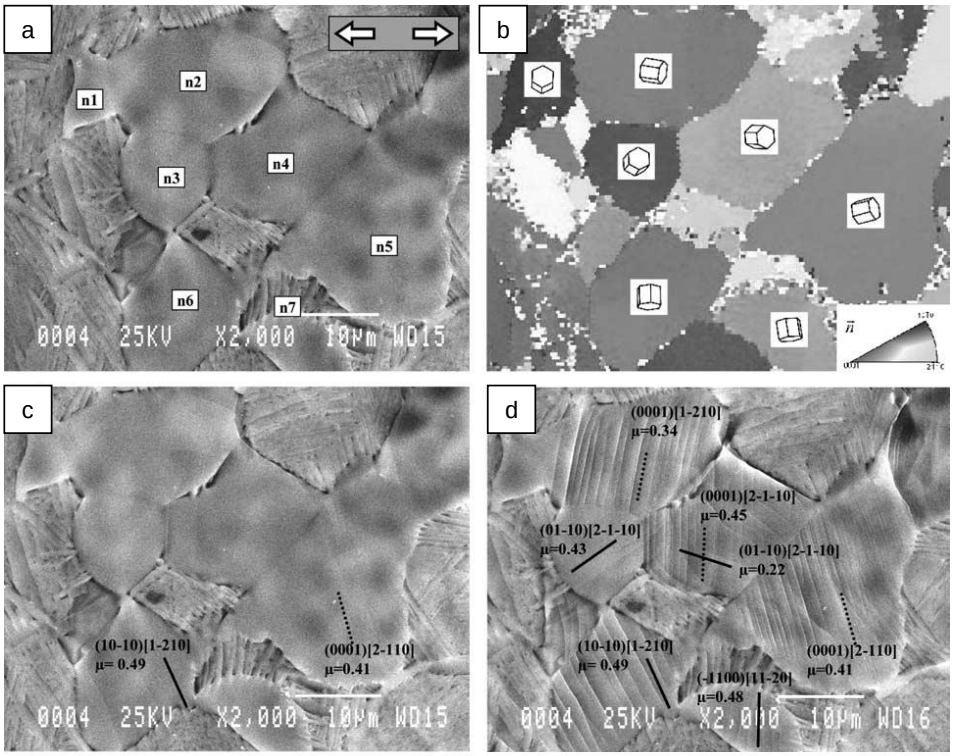


Figure 13 : Exemple d'identification des systèmes de glissements activés dans la phase α d'un alliage TA6V; (a) Micrographie MEB avant essai, la direction de chargement est représentée par les flèches; (b) Cartographie EBSD associé à l'image MEB; (c) et (d) image MEB à différentes étapes de l'essai avec identification des systèmes de glissement activés et des facteurs de Schmid associés **[Bridier, 2005]**.

Cette méthode a été utilisée et validée pour déterminer la nature des systèmes de glissement activés, dans le cas du titane CP **[Barkia, 2015]**, dans la phase α du TA6V **[Bridier, 2005]**, du Ti-5Al-2.5Sn **[Li, 2013]**, ou encore du Ti-5553 **[Duval, 2013]** (Figure 14).

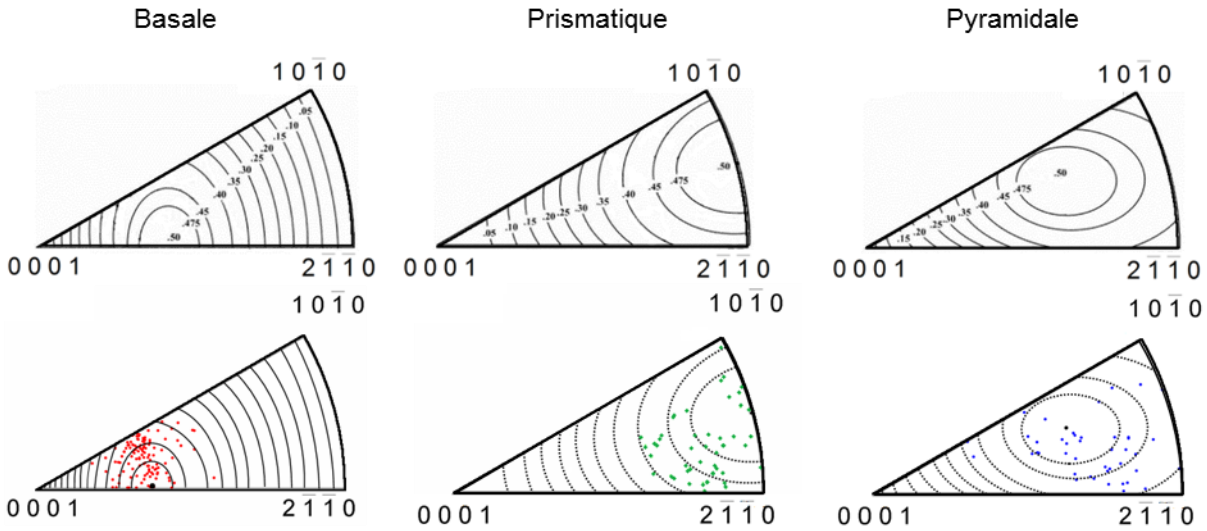


Figure 14 : Iso-valeur du facteur de Schmid pour les différents système de glissement de la phase hexagonale a; orientation des nodules de phase α avec un système de glissement activé projeté sur le triangle standard de la phase α. Résultat établie au cours d'un essai de traction sur une micro-éprouvette **[Duval, 2013]**.

Une première limitation de cette méthode est qu'elle ne permet pas de différencier des glissements coplanaires et qu'elle conduit le plus souvent à faire l'hypothèse que le système de glissement qui est activé correspond au facteur de Schmid le plus élevées. En

toute rigueur seul le plan de glissement activé est identifié. De plus, dans certains cas, une ambiguïté subsiste lorsque la trace de glissement peut correspondre à deux plans de glissement dont les traces en surface seraient très proches et pour lesquelles le facteur de Schmid serait également proche.

Une seconde limitation est que cette approche ne permet pas de prédire assurément l'activation de tel ou tel système de glissement. Le facteur de Schmid calculé ici de manière conventionnelle en projetant la contrainte macroscopique sur les plans et directions de glissement ne peut être considéré comme critère. En effet, il faudrait accéder au champ mécanique local réel qui est plus complexe et dépend des interactions entre grains voisins.

Dans les alliages β-métastable avec une fraction importante de phase β, Duval **[Duval, 2013]** a montré que l'orientation cristallographique de la matrice β, par son influence sur le champ de déformation à l'échelle des grains β, semble jouer un rôle important dans l'activation des systèmes de glissement au sein de la précipitation α. Cet auteur a également pu établir, par un essai de traction réalisé in-situ sous MEB, les valeurs de scission critique pour chacun des systèmes de glissement de la phase α. Les valeurs normalisées par rapport à la valeur associée au système de glissement prismatique, sont présentées dans le Tableau 4. Celles-ci sont très proches, ce qui signifie qu'aucun des 3 systèmes de glissement n'est plus facile à activer que les autres.

*Tableau 4 : Scission critique normalisée associée au glissement dans les nodules primaires de Ti-5553 de microstrutcure bimodale **[Duval, 2013]**.*

Système	Basal	Prismatique	Pyramidal
τ_{CRRS} normée	0,980	1	0,995

De plus, l'application de la loi de Schmid suppose de négliger la contribution des composantes du tenseur des contraintes qui ne participent pas au cisaillement. Certaines observations expérimentales semblent montrer que la loi de Schmid n'est pas toujours respectée pour le système prismatique **[Naka, 1988]**. Une structure de cœur complexe des dislocations pourrait influencer la scission résolue sur les systèmes pyramidaux sur l'activation du glissement. Ces conditions de non validité de la loi de Schmid ont été mises en évidence dans le cas du titane pur et sous forme monocristalline **[Naka, 1988]**, pour un alliage Ti-Al sous forme monocristalline **[Sakai, 1974]**, et également sur un alliage Ti-8Al-1Mo-1V sous forme de "single colonies" **[Chan, 1981]**.

I.2.b. La phase β

Propriétés élastiques

Il existe un certain nombre de travaux visant à caractériser les propriétés mécaniques élastiques de la phase β **[Fisher, 1970], [Reid, 1973], [Petry, 1991], [Brandes, 1992], [Kim, 2002], [Ogi, 2004], [Fréour, 2005], [Tane, 2008], [Jeong, 2010], [Herbig, 2011], [Fréour, 2011], [Hermann, 2012], [Martin, 2012], [Meng, 2014], [Trinite, 2007]**. Plusieurs méthodes ont été utilisées, les plus fréquentes étant les celles basées sur la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores : Ultrasonique Sound Velocity (USV), Resonant Ultrasound Spectroscopie (RUS), ElectroMagnetic Acoustic Resonance (EMAR) et Ultrasonic Pulse Echo (UPE). Ces techniques sont généralement utilisées sur une éprouvette de phase β monograin prélevée au sein d'un échantillon massif. D'autres techniques, basées sur la diffraction des rayons X comme la Diffusion Inélastique des rayons X (DIX), ont été utilisées à température ambiante sur des alliages de titane permettant de stabiliser la phase β, ou à une température supérieure au transus β sur du titane pur.

Si l'anisotropie élastique de la phase β est parfois présentée comme plus faible que celle de la phase α, voire négligeable **[Raghunathan, 2010], [Merson, 2008]**, la plupart des études ont au contraire conduit à une anisotropie élastique importante et plus élevée que celle de la phase α **[Tane, 2008], [Tane, 2010], [Bönisch, 2015], [Lee, 2012], [Cojocaru, 2013], [Hayama, 2014], [Yang, 2014], [Hermann, 2012], [Matsumoto, 2008]**. Une synthèse, la plus exhaustive possible des valeurs de coefficient de la matrice de rigidité issues de la littérature est présentée dans le Tableau 5. Dans ce tableau, A représente le coeficient d'anisotropie défini par Zener **[Zener, 1949]** tel que (Équation 8) :

$$A = \frac{2.C_{44}}{C_{11} - C_{12}} = \frac{2(S_{11} - S_{12})}{S_{44}} \qquad (8)$$

Tableau 5 : Constantes d'élasticité de la matrice de rigidité exprimées en GPa pour la phase β du titane.

Auteurs	Matériaux	Méthodes	C_{11}	C_{12}	C_{44}	A
[Fischer_1970]	Ti-7,5Cr	USV	160	87	54	1,5
[Fischer_1970]	Ti-10Cr	USV	133	95	43	2,2
[Fischer_1970]	Ti-15Cr	USV	140	114	44	3,4
[Fischer_1970]	Ti-30Cr	USV	159	94	48	1,5
[Fischer_1970]	Ti (1000°C)	USV	99	85	34	4,8
[Reid_1973]	Ti-40Nb	UPE	157	112	40	1,8
[Petry_1991]	Ti (1020°C)	Phonon dispersion	134	110	36	3,0
[Brandes_1992]	Ti	-	134	110	55	4,6
[Kim_2002]	Ti-6242	Line focus acoustic microscopy	135	113	55	5,0
[Ogi_2004]	Ti (1000°C)	EMAR	98	83	38	5,0
[Fréour_2005]	Ti-17	Simulation	174	116	41	1,4
[Tane_2008]	Ti-29Nb-Ta-Zr	RUS + EMAR	65	41	32	2,6
[Tane_2008]	Ti-25Nb-Ta-Zr	RUS	91	56	36	2,1
[Jeong_2010]	Ti-40Nb (295K)	RUS	144	119	33	2,7
[Herbig_2011]	β 21S	DIX	153	101	57	2,2
[Fréour_2011]	Ti-17	Diffraction RX+ modélisation	167	115	44	1,7
[Hermann_2012]	Ti-30Nb	USV	137	110	33	2,4
[Martin_2012]	Ti-5553 / Ti 17	Simulation	100	70	36	2,4
[Meng_2014]	Ti 36Nb-5Zr	Diffraction RX + essai in situ	133	99	26	1,5
[Schick_2000]	Ti-LCB	ISDG	246	44	21	0,2
[Trinite_2007]	Ti	Ab initio	113	125	28	-4,6

En dépit de la forte dispersion des résultats issus de la littérature, des tendances générales semblent se dégager. Par exemple, dans tous les articles mentionnés ci-dessus, les variations du module d'Young suivent des tendances identiques. Une illustration est donnée sur la Figure 15, qui présente l'évolution du module suivant une direction paramétrée par deux angles qui décrivent l'ensemble de l'espace. Une sollicitation suivant une des huit directions <111>, en rouge sur la Figure 15, conduira au module d'Young le plus élevé. Une sollicitation suivant une des direction <001> conduira au contraire au module d'Young le plus faible. Les coefficients établis par la méthode ISDG (Interferometric Strain Displacement Gauge) par Schick et al. **[Schick, 2000]** et à partir de calcul ab initio par Trinite **[Trinite, 2007]** sont les seuls qui ne respectent pas ces propriétés. Pour ces derniers, les méthodes proposées pour le calcul du module d'Young ne sont pas applicables. En effet, comme on peut le voir dans le Tableau 5, la valeur du coefficient d'anisotropie A est négative. En conséquence, ces coefficients et ceux établis par Schik et al. **[Schick, 2000]** ne seront plus utilisés dans la suite de cette étude.

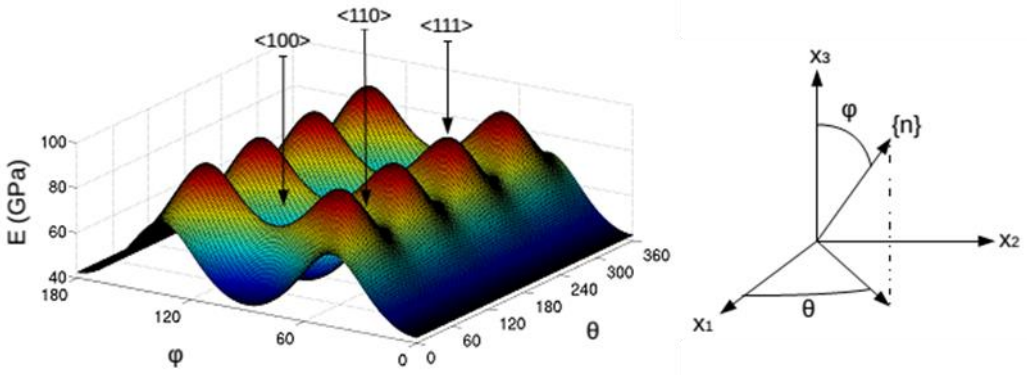


Figure 15 : Modélisation du module d'Young d'un monocristal de titane β en fonction de la direction de sollicitation, à partir des coefficients de la matrice d'élasticité établie par Martin **[Lee, 2012]**.

Plusieurs facteurs expliquent cette dispersion des résultats. Premièrement, les techniques utilisées sont différentes. Dans certains cas, la valeur des constantes est obtenue à haute température **[Petry, 1991], [Ogi, 2004]**. Fisher et Dever **[Fisher, 1970]** ont extrapolé les constantes du titane pur à partir de valeurs obtenues pour différentes concentrations en chrome. Les méthodes numériques permettent d'obtenir des résultats sur des nuances pour lesquelles il est difficile d'obtenir des monograins de phase β **[Martin, 2012], [Fréour, 2005]**. Cette grande dispersion est également liée au fait que la composition chimique a une influence significative sur le module d'Young. Cela a été en partie formalisé par l'approche électronique développée par Morinaga **[Morinaga, 1992]**. Celle-ci, basée sur le calcul des structures électroniques et des énergies de liaisons entre le titane et les éléments d'addition, a permis d'établir une corrélation générale entre les propriétés élastiques et la compostion chimique des alliages. Tane et al. **[Tane, 2008]**, **[Tane, 2010]** ont montré qu'un faible rapport e/a, qui correspond au nombre total d'électrons de valence sur les couches (s+d), implique une faible valeur du module de cisaillement C', défini par $C' = (C_{11}-C_{12})/2$ (Figure 16). Les auteurs montrent également que plus la valeur du module de cisaillement C' d'un alliage est basse plus son module d'Young est faible. Une partie des résultats présentés dans le Tableau 5 a été obtenue sur des nuances destinées a des applications biomédicales élaborées selon cette approche pour minimiser le module d'Young. Il est donc normal que les constantes d'élasticité établies à partir de ces nuances conduisent à des valeurs de module plus faibles.

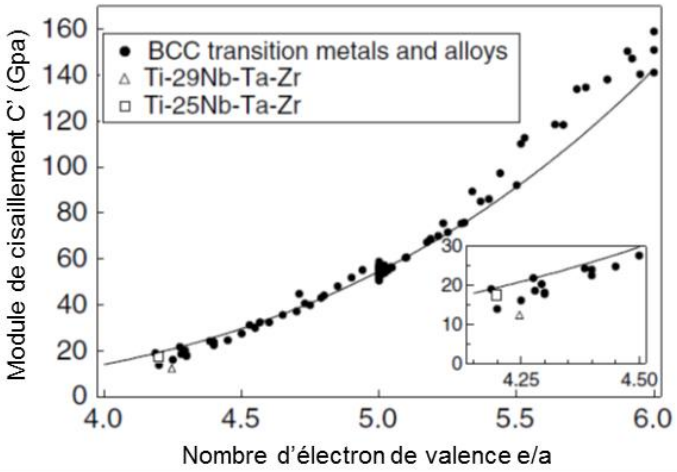


Figure 16 : Module de cisaillement C' pour différents matériaux cubiques centrés en fonction du nombre d'électron de valence e/a **[Tane, 2008]**.

Dans le cas d'une symétrie cristalline cubique, il existe une relation entre le module d'Young et l'orientation cristallographique exprimée par les indices de Miller h, k et l définie par la relation (équation 9 et 10) **[Schick, 2000]** :

$$\frac{1}{E_{hkl}} = S_{11} - (2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})(h^2k^2 + k^2l^2 + l^2h^2) \quad (9)$$

$$\frac{1}{G_{hkl}} = S_{44} + 2(2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})(h^2k^2 + k^2l^2 + l^2h^2) \quad (10)$$

Le calcul d'une distribution statistique prenant en compte toutes les orientations possibles, permet de déterminer une fonction d'orientation moyenne que nous appellerons Σ_P. Des travaux récents non encore publiés[Communication interne], suggèrent que les valeurs de la fonction d'orientation moyenne seraient différentes pour le calcul du module d'Young ($\Sigma_p \approx 0.23$) et du module de cisaillement ($\Sigma'_p \approx 0.16$); les équations 9 et 10 s'écrivent donc :

$$\frac{1}{E_p} = S_{11} - (2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})\Sigma_p \quad (11)$$

$$\frac{1}{G_p} = S_{44} + 2(2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})\Sigma'_p \quad (12)$$

Une autre méthode de calcul du module d'Young équivalent pour un matériau isotrope a été proposée par Hill **[Hill, 1952]**. Celle-ci est décrite par l'équation 13 dans laquelle C' représente le module de cisaillement défini plus tôt dans le manuscrit, et B désigne le module de compression isostatique (bulk modulus en anglais) défini par la relation $B = (C_{11}+2C_{12})/3$.

$$\frac{1}{E_H} = \frac{1}{2}\left(\frac{9}{1/B + 15/(2C' + 3C_{44})} + \frac{5}{5/(9B + 2/3C' + 1/C_{44})}\right) \quad (13)$$

Les valeurs des constantes de souplesse, de module d'Young isotrope calculé à partir des équations 11 et 13 avec ($\Sigma_p = 0.23$), et le rapport E_{max}/E_{min} calculé à partir des données de la littérature sont présentées dans le Tableau 6 ci-dessous. Les écarts de module moyen sont très importants, celui-ci varie d'environ 50 à plus de 120 GPa. De même, en fonction de la source, le ratio E_{max}/E_{min} varie de 1.4 à 4.5 alors que pour la phase α il ne varie que de 1.37 à 1.45 à titre de comparaison. On remarque également que le module moyen estimé à partir de l'équation 11 est très proche de celui estimé par la méthode proposée par Hill (équation 13) mais une différence significative apparait dans le cas où le coefficient d'anisotropie est relativement élevé (A>3).

Tableau *6 : Constantes de la matrice de souplesse (en GPa^{-1}), module d'Young calculé d'un polycristal isotrope et rapport Emax/Emin pour la phase β du titane.*

Auteur(s)	S_{11}	S_{12}	S_{44}	A	E_P	E_H	E_{max}/E_{min}
[Fischer_1970] (1)	0,010	-0,004	0,018	1,5	124	122	1,4
[Fischer_1970] (2)	0,019	-0,008	0,023	2,2	85	84	2,1
[Fischer_1970] (3)	0,027	-0,012	0,023	3,4	71	75	3,2
[Fischer_1970] (4)	0,011	-0,004	0,021	1,5	112	110	1,4
[Fischer_1970] (5)	0,049	-0,023	0,030	4,8	44	51	4,4
[Reid_1973]	0,016	-0,007	0,025	1,8	89	87	1,7
[Petry_1991]	0,029	-0,013	0,028	3,0	63	65	2,8
[Brandes_1992]	0,029	-0,013	0,018	4,6	73	83	4,1
[Kim_2002]	0,031	-0,014	0,018	5,0	69	81	4,5
[Ogi_2004]	0,046	-0,021	0,027	5,0	47	55	4,5
[Fréour_2005]	0,012	-0,005	0,024	1,4	100	98	1,4
[Tane_2008] (1)	0,029	-0,011	0,031	2,6	56	57	2,3
[Tane_2008] (2)	0,021	-0,008	0,028	2,1	71	71	1,9
[Jeong_2010]	0,028	-0,013	0,030	2,7	61	63	2,6
[Herbig_2011]	0,014	-0,005	0,018	2,2	112	112	2,0
[Fréour_2011]	0,014	-0,006	0,023	1,7	100	98	1,6
[Hermann_2012]	0,025	-0,011	0,030	2,4	65	65	2,3
[Martin_2012]	0,024	-0,010	0,028	2,4	68	69	2,2
[Meng_2014]	0,021	-0,009	0,039	1,5	62	61	1,5

Une étude approfondie des données disponibles dans la littérature montre qu'il existe une relation qui lie les différentes constantes d'élasticité entre elles. Comme on peut le voir sur la Figure 17.a établie par P. Gadaud [Communication interne], les rapports S_{11}/S_{44} et $-S_{12}/S_{44}$ sont proportionnels au facteur d'anisotropie A. Il est possible de généraliser cette observation pour les métaux cubiques (Figure 17.b). Sur cette figure, les différentes valeurs calculées pour le titane ont été reportées, la corrélation avec les autres matériaux cubique est très forte. Les matériaux CFC possèdent tous un facteur d'anisotropie supérieur à 1, alors que les matériaux CC sont situés de part et d'autres de la droite d'isotropie (A=1). Le tungstène dont l'isotropie est bien connue est situé exactement sur celle-ci **[Lowrie, 1967]**. Les équations 14 et 15 présentent les résultats établis à partir des différents matériaux de structure cristalline cubique. À partir de régressions linéaires sur l'ensemble des données présentées, nous avons pu établir empiriquement la relation $8{,}71.S_{11} + 18.10.S_{12} = S_{44}$. Cependant, les valeurs des constantes de cette relation sont très sensibles au choix des données intégrées dans la régression. C'est pourquoi nous ne recommandons pas l'utilisation de cette relation pour le calcul d'une constante de la matrice de souplesse.

$$\frac{S_{11}}{S_{44}} = 0{,}3385.A + 0{,}0412 \quad (14)$$

$$\frac{-S_{12}}{S_{44}} = 0{,}1615.A - 0{,}0412 \quad (15)$$

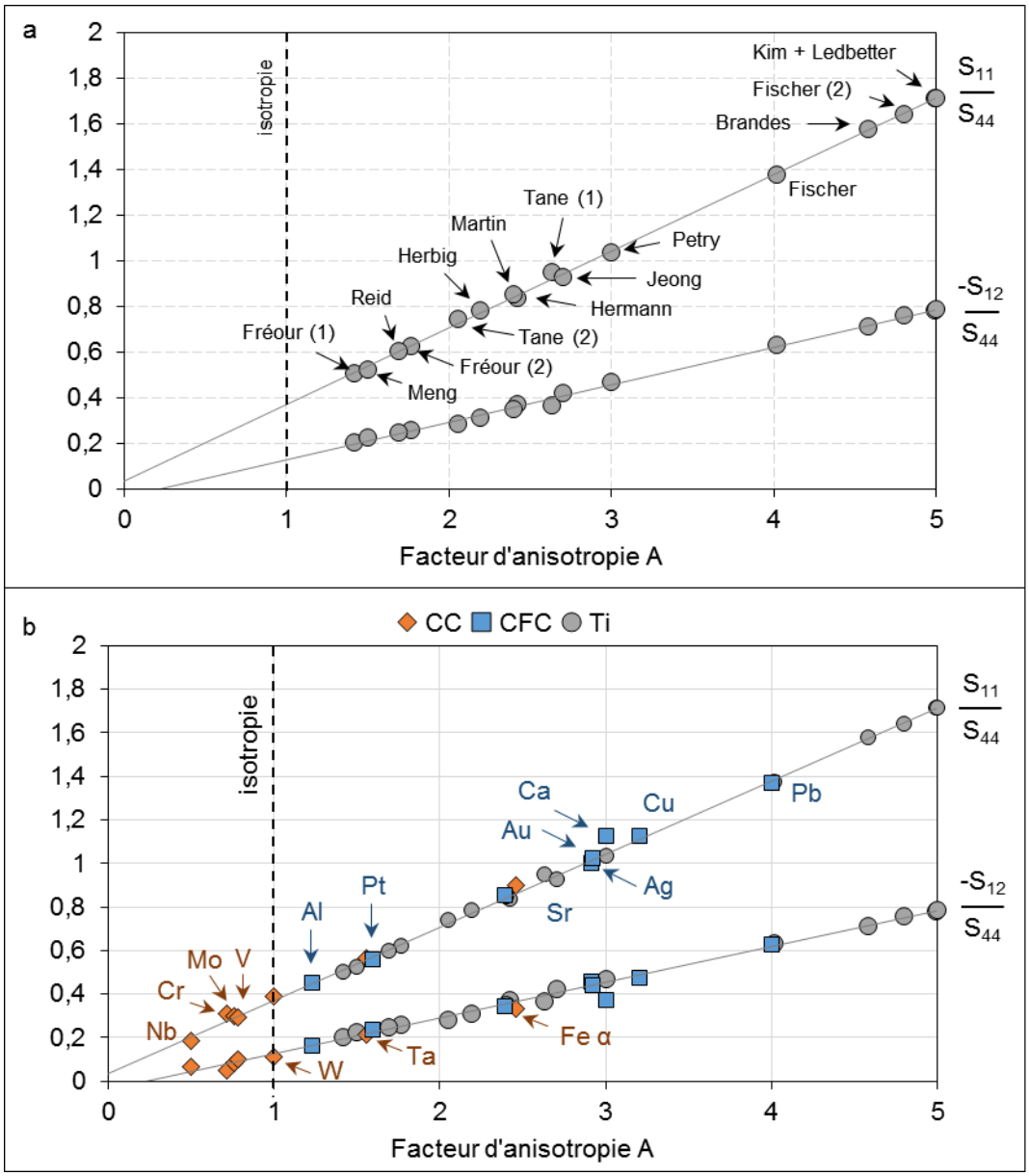


Figure 17 : (a) Rapport S_{11}/S_{44} et $-S_{12}/S_{44}$ en fonction du coefficient d'anisotropie à partir des données d'élasticité sur le titane β. (b) Rapport S_{11}/S_{44} et $-S_{12}/S_{44}$ en fonction du coefficient d'anisotropie pour différent matériaux, résultats établis à partir des données issues de la référence **[Simmons, 1971]**. *Figures établies par P. Gadaud [Communication interne].*

Afin de faciliter la comparaison des différentes valeurs de module d'Young établies à partir des données présentées dans les Tableau 5 et Tableau 6, nous avons choisi de présenter les isocourbes de module d'Young projetées sur une figure de pôle inverse de la phase β (Figure 18). L'échelle de couleur est identique sur toutes les figures de pôle inverses et va de 20 GPa (bleu) à 150 GPa (rouge). Les valeurs indiquées à proximité des pointes du triangle correspondent au module d'Young (en GPa) pour une sollicitation suivant les directions <001>, <101> et <111>. On peut voir sur cette figure que les plages de module d'Young varient fortement. Par exemple, avec les valeurs établies par Tane et al. **[Tane, 2008]**, le module d'Young maximum est de 80 GPa, alors qu'avec les coefficients établis par Freour et al. **[Fréour, 2005]**, le minimum est de 81 GPa.

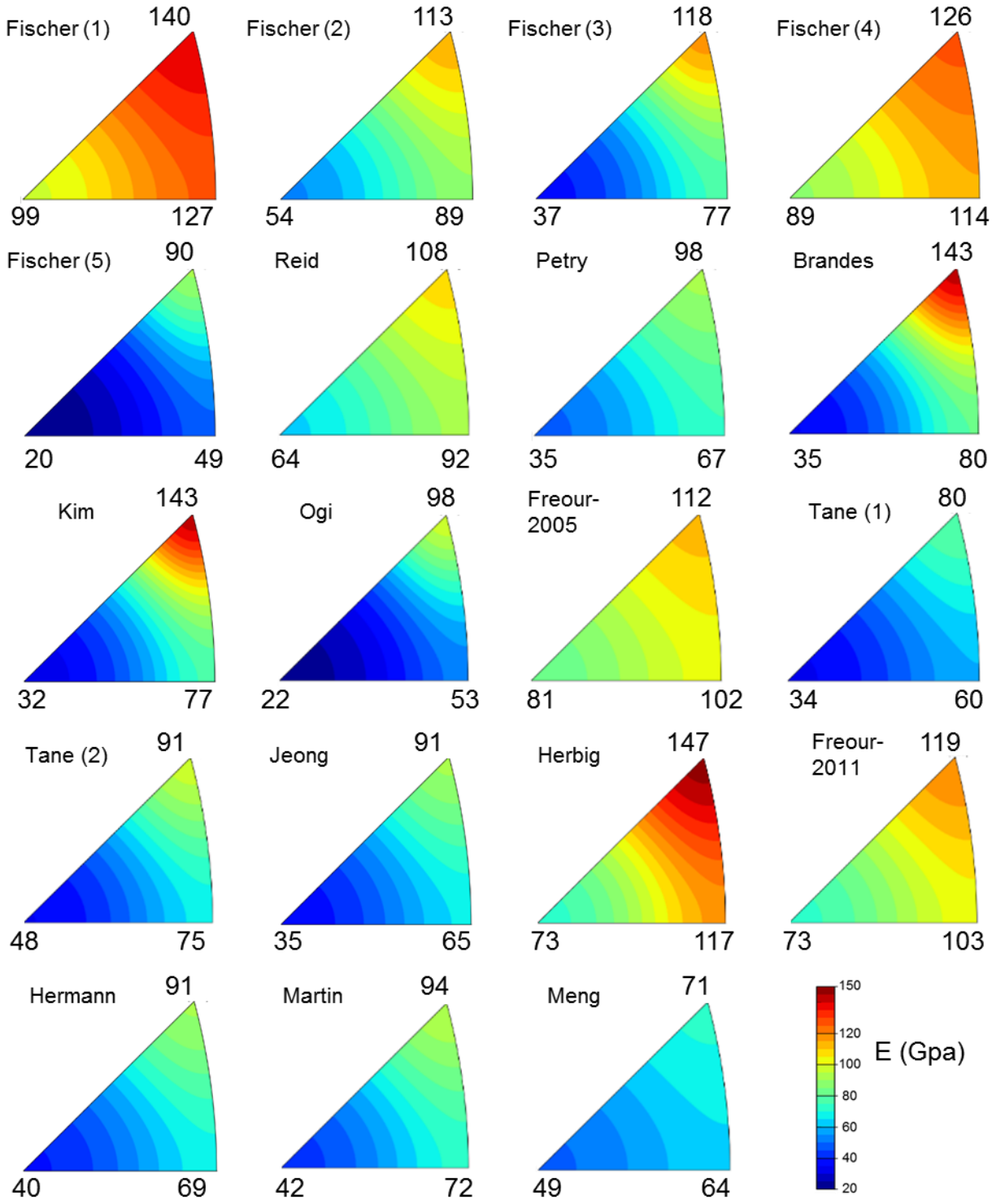


Figure 18 : Évolution du module d'Young projeté sur le triangle standard de la phase cubique pour différents jeux de propriétés élastiques

Mécanisme de déformation plastique

La déformation dans les matériaux cubiques centrés (Tiβ, Mo, W, etc. …) peut être accommodée par le biais de plusieurs mécanismes différents : La transformation martensitique sous contrainte, le maclage, la nucléation et le glissement de dislocations sont les principaux. Dans les alliages considérés dans cette étude et pour les niveaux de déformation atteints pour des sollicitations de fatigue, seul le glissement des dislocations a été observé **[Weiss, 1998]**. C'est pourquoi nous nous limiterons à la description de ce type de mécanisme de déformation.

D'un point de vue théorique, il est généralement admis que dans les structures cubiques centrées, les dislocations peuvent glisser suivant les 3 familles de plans {110}, {112}, {123} présentées sur la Figure 19. Pour ces familles de plans de glissement, 12, 12 et 24 systèmes sont possibles respectivement. Il y a donc un total de 48 systèmes de glissements possibles. Des travaux combinant analyses expérimentales en nano indentation et modélisation numérique **[Demiral, 2013], [Gerday, 2009], [Merson, 2008]**, ont montré que le nombre important de systèmes de glissement possibles limite l'anisotropie de déformation plastique de la phase β.

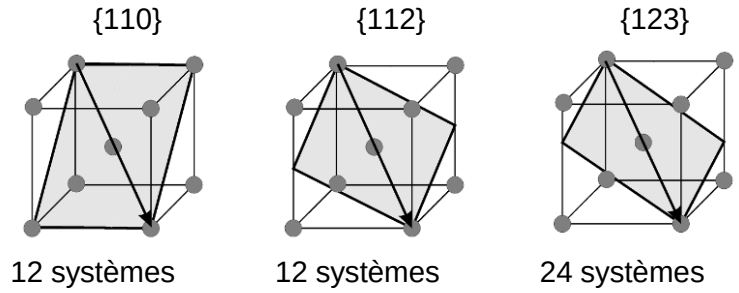


Figure 19 : Familles de plans de glissement possibles dans les structures cubiques centrées

Dans le cas des matériaux bcc, la loi de Schmid décrit mal le comportement plastique **[Taylor, 1926]**. Les mécanismes qui conduisent à la violation de la loi de Schmid peuvent être divisés en deux catégories **[Duesbery, 1998]** : Les effets intrinsèques, liés à la résistance du réseau cubique au mouvement des dislocations, et les effets extrinsèques liés au chargement appliqué et plus particulièrement à l'effet des composantes hors plan de glissement du tenseur des contraintes.

Il existe peu de travaux sur l'analyse du glissement dans la phase β du titane. De plus, une majorité de ces travaux concernent les mécanismes de transmission du glissement entre les phases α et β. Ceux-ci seront décrits plus loin dans le manuscrit (Partie I.4.i).

Récemment, les mécanismes de glissement des dislocations ont été observés "in situ", par microscopie électronique en transmission, dans des matériaux massifs superélastiques **[Besse, 2011], [Castany, 2011]**, **[Castany, 2012]**. Castany et al. **[Castany, 2012]** ont observés sur un alliage Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-0.4Si le développement de dislocations suivant les trois plans de glissement théoriques possibles, le glissement sur des plans {110} étant le plus fréquemment observé. Les auteurs remarquent également que dans un même grain, au moins 2 systèmes de glissement sont activés simultanément.

Des essais de compression réalisés par Chen et al. **[Chen, 2016]** sur des micro-piliers de Ti-10-2-3 contenant des précipités nanométriques de phase ω, ont montré que dans cette configuration, seules les bandes de cisaillement et le glissement des dislocations

au sein de plans de type {112} apparaissaient. Les auteurs montrent que les dislocations cisaillent répétitivement les précipités de phases ω, parfois jusqu'à leur disparition, ce qui diminue la scission critique et crée un chemin favorable au glissement.

I.2.c. La phase β'.

La décomposition spinodale de la phase β a été mise en évidence pour le Ti-5553 après traitement dans le domaine β suivi d'une trempe pour atteindre une température de 650 ou 600°C par Nag et al. **[Nag, 2012]**. Cette décomposition entraine la formation de phase β'. Celle-ci a une structure cristalline identique à la phase β parente, mais sa composition chimique et son paramètre de maille sont différents **[Settefrati, 2012]**. Ces faibles changements de composition chimique favorisent la germination de la phase α lors d'un traitement thermique approprié **[Nag, 2012]**. Il a été théoriquement montré, que l'ordre créé par la décomposition spinodale a également pour effet d'augmenter la dureté par blocage des dislocations **[Gahn, 1963]**. À notre connaissance aucune étude sur les effets de la décomposition spinodale sur les propriétés mécaniques élastiques n'a été effectuée.

I.2.d. La phase α "

Cette phase résulte d'une transformation de type martensitique. Sa structure cristalline orthorhombique est produite par un faible déplacement des positions atomiques à partir de la structure hexagonale α. Dans les alliage de titane β-métastables, il est possible d'induire une transformation martensitique par déformation de la structure β-métastable à température ambiante **[Duerig, 1982], [Grosdidier, 2000], [Aeby-Gautier, 2013]**. Ce type de transformation réversible est à l'origine des effets de superélasticité et de mémoire de forme observés pour les alliages destinés à des applications biomédicales **[Wang, 2010]**. La formation de martensite α" sous contrainte a également été observée pour des alliages β-métastable à vocation aéronautique comme l'alliage β-CEZ **[Grosdidier, 2000]**, l'alliage Ti-10-2-3 **[Duerig, 1982]** ou encore l'alliage Ti17 **[Aeby-Gautier, 2013]**. Cependant, cette phase ne semble pas apparaître sous contrainte dans le Ti-5553 trempé depuis le domaine β **[Martin, 2012], [Aeby-Gautier, 2013]**.

I.2.e. La phase ω

Généralités

Dans les alliages ou la quantité de phase β retenue à température ambiante est importante, la phase ω est la principale phase hors équilibre observée. Le terme phase ω regroupe en réalité deux phases qui se différencient en fonction du moment de leur formation dans le processus d'élaboration. La phase ω formée lors d'un refroidissement rapide depuis le domaine β est appelée ω athermique (ω_{ath}). La phase ω formée au cours d'un vieillissement du matériau trempé est appelée ω isotherme (ω_{iso}). Dans la littérature la distinction entre ces deux phases n'est pas toujours clairement effectuée. Dans la suite de ce rapport, lors de l'emploi du terme ω, celui-ci renverra sans distinction à la phase ω_{ath} ou ω_{iso}.

Bien que les propriétés de cette phase aient été étudiées, beaucoup d'inconnues subsistent. Par exemple, les causes de sa formation sont encore discutées. Pour certains auteurs, la phase ω_{ath} se formerait suite à la décomposition spinodale de la phase β **[Koul, 1970], [Ng, 2011]**. Pour d'autres, elle se formerait à cause d'une instabilité élastique de la structure cristalline pendant la trempe **[De Fontaine, 1970], [Devaraj, 2012]**.

Le mécanisme de transformation β → ω_{ath} a été décrit par De Fontaine **[De Fontaine, 1970]** comme un effondrement périodique des plans {111} (Figure 20). Selon cet auteur, la phase ω_{ath} se formerait, au sein d'un grain β, par le cisaillement opposé de 2 plans $(110)_\beta$ dans la direction $<111>_\beta$. Ce mécanisme est assez semblable à celui observé pour la transformation β → α ce qui explique que la structure cristalline de la phase ω est hexagonale **[Hatt, 1960], [De Fontaine, 1970]**. Le caractère displacif de cette transformation impose des relations d'orientation entre les deux phases **[Silcock, 1958]**. Celles-ci, différentes des relations de Burgers, sont illustrées sur la Figure 20 :

$$(110)_\beta \,||\, (11\bar{2}0)_\omega$$

$$[111]_\beta \,||\, [0001]_\omega$$

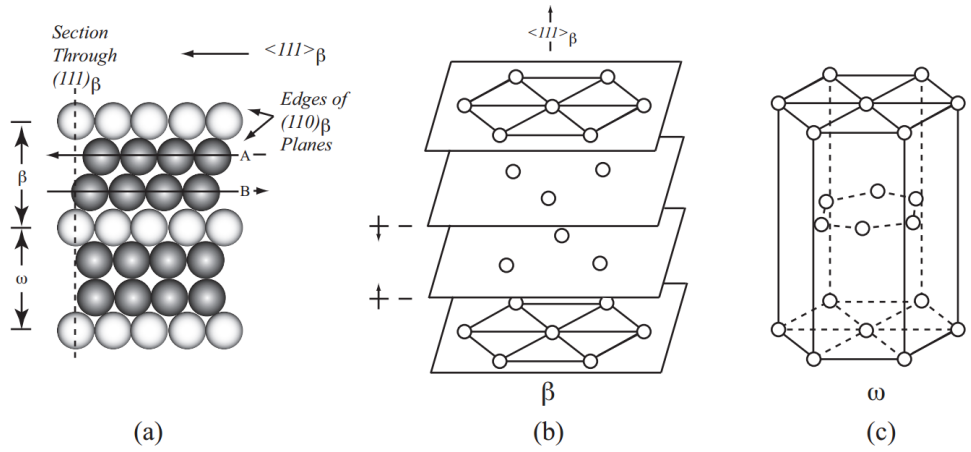


Figure 20 : (a) Section (101) (dans le plan de la page) du cristal cubique centré illustrant la formation de phase ω par déplacement des plans (110) A et B ; (b) Représentation de l'effondrement des plans (111) formant la maille hexagonale ω représentée sur la figure (c).* **[Settefrati, 2012]**
**Bien que publié, cette représentation de la maille de la phase ω ne semble pas correspondre à la maille réelle*

La composition chimique a une forte influence sur la précipitation de cette phase, par exemple l'ajout d'aluminium permet de limiter le processus **[Ng, 2010]**. La phase ω_{ath} précipite sous forme de nodules nanométriques, leur observation nécessite des techniques comme la microscopie électronique en transmission. Un exemple d'observation de la précipitation de phase ω_{ath} pour du Ti-5553 trempé est présenté sur la Figure 21. Les observations effectuées par cette technique ne permettent pas d'établir de façon certaine la fraction de phase ayant précipité car le volume de matière observé n'est pas connu avec précision **[Williams, 1970]**. Cependant, une analyse de ce type d'image permet de déterminer une borne supérieure de la fraction surfacique de précipités. À partir de l'analyse de la Figure 21, la fraction de phase ω précipitée après trempe dans le Ti-5553, peut être estimée à moins de 4%.

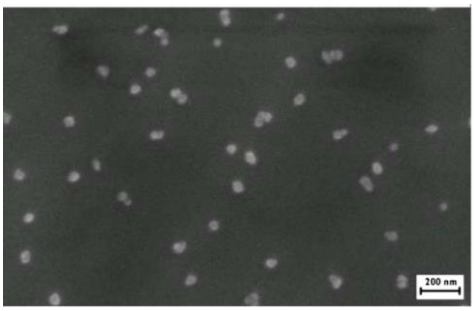


Figure 21 : Précipités de phase ω_{ath} dans un alliage Ti-5553 après traitement 950°C/2h/Trempe **[Qin, 2012]**.

Certains auteurs ont tenté de caractériser cette fraction par diffraction des rayons X **[Jones, 2009], [Nag, 2009], [Qin, 2012]**, mais le misfit entre les précipités et la matrice a pour effet d'élargir les pics de diffraction qui se retrouvent donc superposés avec le bruit de mesure (Figure 22.a). De plus, certains pics de phase ω sont proches de ceux de la phase β ce qui rend difficile la décorrélation des pics respectifs. Qin et al. [Qin_2012] ont proposé une méthode de déconvolution du pic (101) de la phase ω comme on peut le voir sur la Figure 22.b.

Les données disponibles sur le taux de phase ω_{ath} précipitant dans le Ti-5553 présentent une forte disparité **[Jones, 2009], [Qin, 2012], [Coakley, 2015]**. En effet, les auteurs estiment la fraction de phase ω_{ath} après trempe entre 3 et 25%.

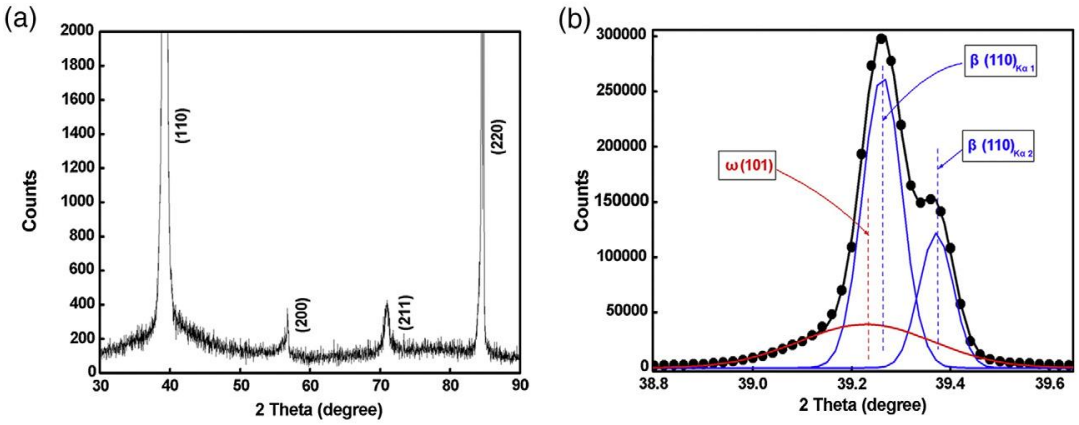


Figure 22 : (a) Diagramme de diffraction des rayons X sur du Ti-5553 trempé et (b) déconvolution du pic (110) de la phase β **[Qin, 2012]**

S'il est difficile d'obtenir des données fiables sur la fraction volumique de phase ω_{ath}, étudier la phase ω_{iso} est plus aisé. En effet, par des traitements de vieillissement effectués à des températures inférieures à 300°C, il est possible de faire germer et croitre la phase ω_{iso} dont la fraction volumique et la taille sont suffisantes pour permettre une caractérisation aisée par diffraction de rayons X **[Jones, 2009]**. Il est à noter qu'au-delà d'une température de vieillissement de 400°C, les germes de phase α apparaissent au dépend de la phase ω.

Les mécanismes de germination et de croissance de la phase ω_{iso} ont été peu étudiés. Toutefois, il apparait qu'au cours d'un traitement de revenu, il y aurait réversion de la phase ω_{ath} en phase β **[Sanchez, 1975], [Settefrati, 2012]**. Cette transformation laisserait des défauts dans la matrice qui seraient responsables de la germination de la phase ω_{iso} **[Prima, 2000]**. Lors de leur croissance, les précipités de phase ω_{iso} rejettent les éléments d'alliages **[Nag, 2009]**.

La phase ω_{iso} est citée très fréquemment comme site de germination préférentiel de la phase α. Le rôle exact de la phase ω_{iso} est cependant encore discuté. Selon certains auteurs, l'enrichissement local en Al à proximité des précipités de phase ω_{iso} favoriserait la germination de la phase α **[Azimzadeh, 1998]**. Certains pensent que la phase α résulte d'une transformation displacive aux sein des précipités ω_{iso} **[Langmayr, 1994], [Prima, 2006]**. D'autres auteurs estiment que la phase α germe à l'interface ω/β, les deux phases pouvant coexister longtemps avant la disparition de la phase ω **[Williams, 1969], [Li, 2015]**. Un tel mécanisme est représenté sur la Figure 23.

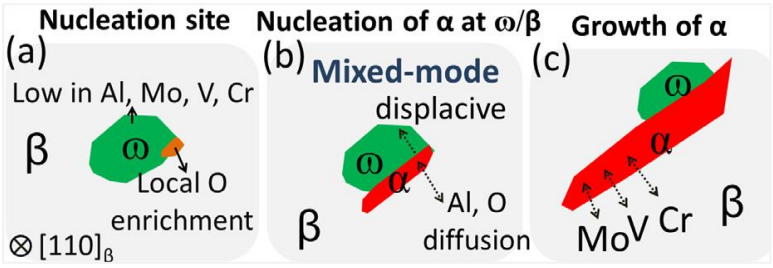


Figure 23 : Représentation schématique de la croissance de phase α à partir des précipités ω **[Li, 2015]**

Effet sur les propriétés mécaniques

Alors que sa formation et son rôle métallurgique sont discutés, il y a consensus sur les effets de la phase ω sur les propriétés mécaniques des alliages de titane. Les dislocations sont épinglées par les précipités ω ce qui se traduit par une augmentation de la dureté (Figure 24), cependant celle-ci est limitée devant l'augmentation de dureté provoquée par la précipitation de phase α (Figure 24). Cette augmentation de dureté s'accompagne d'une augmentation de la limite d'élasticité, tandis que la ductilité diminue comme on peut le voir sur la Figure 24.b **[Williams, 1970], [Coakley, 2015]**. Cette "fragilisation" serait due à la formation de micropores qui germent, croissent et coalescent rapidement, même à des faibles niveaux de déformation macroscopique **[Williams, 1970]**.

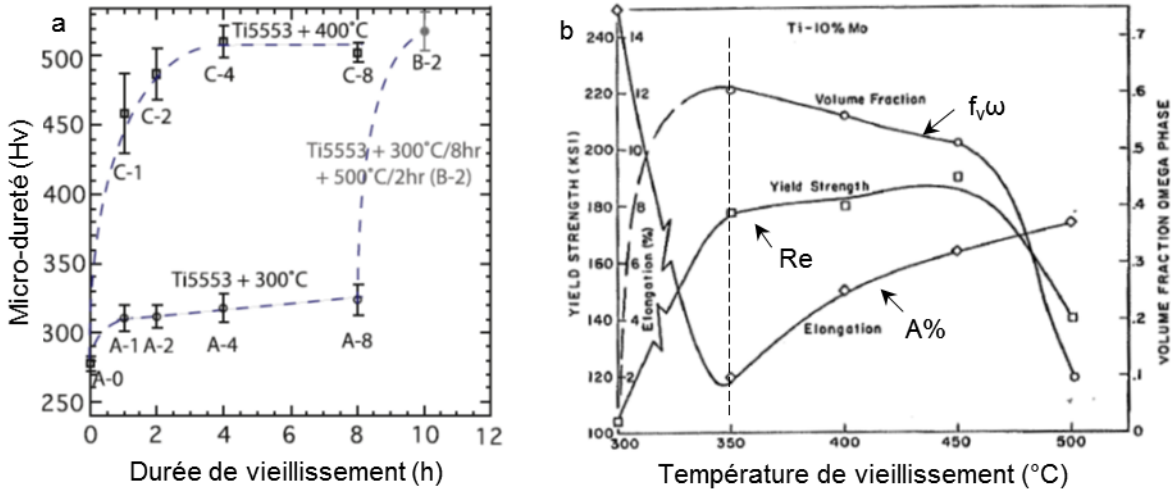


Figure 24 : (a) Effet de la durée et de la température de vieillissement sur la micro-dureté du Ti-5553 **[Coakley, 2015]**, *les échantillons A1 à A8 ne contiennent que de la phase ω, les échantillons B2 et C1 à C8 ne contiennent que de la phase α; (b) Effet du temps de vieillissement sur les caractéristiques mécaniques d'un alliage Ti-10Mo* **[Williams, 1970]**.

La phase ω_{iso} est plus rigide que la phase α et que la phase β. Tane et al. **[Tane, 2013]** ont estimé son module d'Young à plus de 150 GPa. Cependant, parmi les études effectuées en traction **[Vigier, 1976], [Williams, 1970]**, une seule mentionne les effets de la précipitation ω_{iso} sur le module d'Young des alliages de titane **[Bowen, 1977]**. La phase ω a pourtant un effet rigidifiant très important, comme l'ont montré Vigier et al. **[Vigier, 1974]**, **[Vigier, 1975]**, **[Vigier, 1976]**, **[Vigier, 1979]** par des essais de mesure de module de cisaillement sur l'alliage βIII réalisés sur un pendule de type inversé équilibré.

Ces auteurs montrent également qu'après une trempe, l'alliage βIII n'est pas stable à température ambiante, le module de cisaillement augmente d'environ 5% en 2 heures (Figure 25.a). Cette augmentation serait liée à une augmentation de la fraction de phase ω_{iso} précipitée à température ambiante. Sur les courbes de la Figure 25.a, la fraction de phase ω a été calculée à partir de l'approximation d'une relation linéaire entre la variation du module d'élasticité et le taux d'avancement de la réaction de précipitation de phase ω_{iso}.

Sur les courbes de la Figure 25.b, on peut suivre l'évolution du module d'élasticité in situ au cours d'un chauffage jusqu'à 300°C. La courbe en rouge correspond à un échantillon dans un état trempé, les autres correspondent à différentes fractions de précipitation ω ou α. Sur un état trempé, lors d'un chauffage, le module commence par augmenter sous l'effet de l'évolution de la phase ω. Entre 150 et 200°C, le module se stabilise avant de diminuer légèrement. Cette diminution serait un effet de relaxation du module associé à un pic de frottement interne vers 240°C **[Vigier, 1974]**. Selon ces auteurs, l'hypothèse la plus raisonnable pour expliquer ce phénomène serait une variation locale de concentration en titane qui précèderait la formation de la phase ω_{iso}. Enfin, au-delà de 240°C, la précipitation de phase ω_{iso} a pour conséquence une augmentation du module de cisaillement.

Ces auteurs montrent qu'il est possible de dissoudre cette phase ω_{iso} par un traitement de "réversion" à 550°C de 15 secondes suivi d'une trempe à l'eau glacée **[Vigier, 1975]**. Cependant, ce traitement de réversion ne semble avoir aucun effet sur la précipitation ω_{ath} **[Vigier, 1976]**.

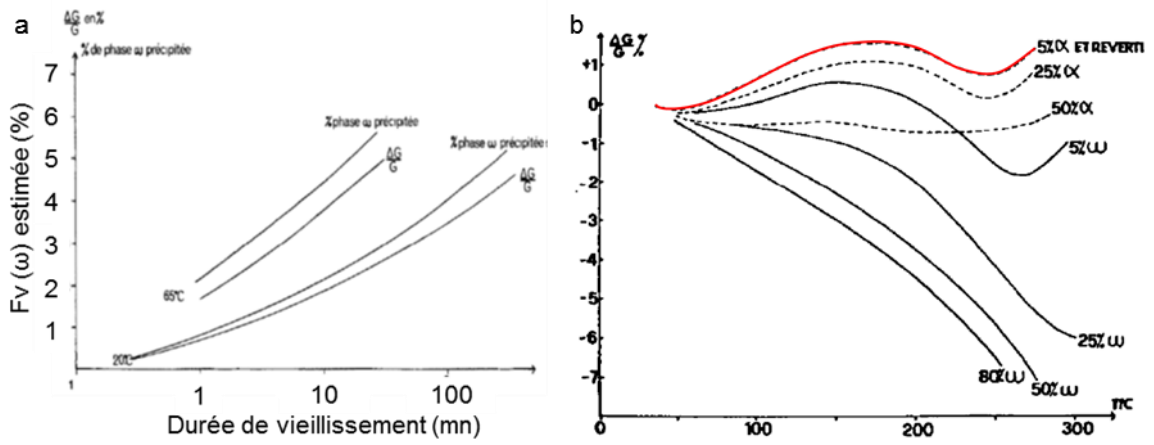


Figure 25 : (a) Évolution relative du module d'élasticité G et pourcentage estimée de phase ω pour des vieillissements à 20°C et 65°C sur un alliage βIII **[Vigier, 1976]***; (b) Évolution du module d'élasticité G sur du βIII mesuré in situ lors d'un vieillissement à 120°C/h jusqu'à 300°C sur différents états microstructuraux, la courbe rouge correspondrait à un état 100% β* **[Vigier, 1979]**.

À partir de ces résultats, on peut estimer à quelques pourcents la fraction de phase ω_{iso} nécessaire pour influencer les propriétés mécaniques élastiques, au contraire d'autres études qui définissent un seuil de 20-25% de phase ω_{iso} pour mesurer un impact sur les propriétés mécaniques **[Williams, 1970], [Jones, 2009]**. La très faible variation du module de cisaillement dans les premiers stades du chauffage d'un échantillon trempé (Figure 25.b), laisse penser que la contribution de la phase ω_{ath} aux propriétés mécaniques élastiques d'un état trempé est négligeable sur les propriétés élastiques d'un alliage trempé depuis le domaine de stabilité de la phase β.

En résumé, les caractéristiques mécaniques des phases α et β ne sont pas encore parfaitement décrites. En particulier, les caractéristiques élastiques associées à la phase β sont difficiles à établir à cause de la difficulté à établir des microstructures entièrement composées de phase β. Néanmoins, cette difficulté d'élaboration liée à la précipitation de phase ω_{ath} semble limitée sur le Ti-5553. L'orientation cristallographique de la précipitation α étant liée à celle de la matrice β par les relations d'orientation de Burgers, les problématiques liées à l'anisotropie des phases α et β devront être traitées à différentes échelles.

I.3. Alliages de titane, des microstructures multi-échelles

Nous avons montré dans la partie précédente que certains aspects des caractéristiques mécaniques des phases pouvant apparaitre dans les alliages de titane sont encore mal compris, notamment ceux concernant la phase β. Même si elle est mal définie, comme nous l'avons montré dans la partie I.2.2, l'anisotropie élastique de la phase β est importante. Quelle que soit la taille des grains β d'une microstructure, cette anisotropie induit des champs de déformation et de contraintes complexes du fait des interactions grain à grain de l'agrégat **[Bache, 1998], [Buchheit, 2011], [Zhao, 2013], [Duval, 2013], [Schick, 2000]**. De plus, au cours du processus de fabrication, les différentes étapes de traitement thermomécanique appliquées au matériau, sont sources d'apparition de textures. Il existe deux types de textures, la texture d'origine morphologique, ou fibrage, qui correspond à un allongement des grains suivant une direction particulière, et la texture cristallographique, qui correspond à une orientation cristallographique préférentielle des grains. Celle-ci peut apparaître très tôt dans le processus de fabrication et peut être conservée tout au long du processus d'élaboration **[Cayron, 2008]**. Comprendre les mécanismes d'apparition des textures cristallographique et morphologique, à l'échelle des grains β et à l'échelle de la précipitation α via les relations d'orientations de Burgers, est essentielle afin de mieux comprendre leur impact sur les propriétés mécaniques.

I.3.a. Texture morphologique dans les alliages de titane

La forme souvent elliptique des grains β, associée à la notion de texture morphologique, se met en place lors des étapes de déformation, laminage ou forgeage, aux cours desquelles les grains ont tendance à s'allonger perpendiculairement à la direction de déformation **[Lesloult, 2012]** (schéma Figure 26). Comme on peut le voir sur cette figure, plus le taux de déformation est important plus le rapport largeur/longueur des grains β, appelé facteur de forme, est faible. La présence d'un tel fibrage peut influencer significativement les propriétés mécaniques comme nous le verrons plus loin dans la partie I.5.

La caractérisation des propriétés mécaniques en présence de fibrage fait appel à un vocabulaire spécifique hérité du vocabulaire du laminage. Comme on peut le voir sur le schéma à gauche de la Figure 26, la direction perpendiculaire à la direction de la déformation est communément appelée RD pour Rolling Direction (direction de laminage). La direction ND (Normal Direction) est parallèle à la direction de déformation et perpendiculaire à la direction RD. Enfin, la direction TD (Transverse Direction) est perpendiculaire aux directions RD et ND.

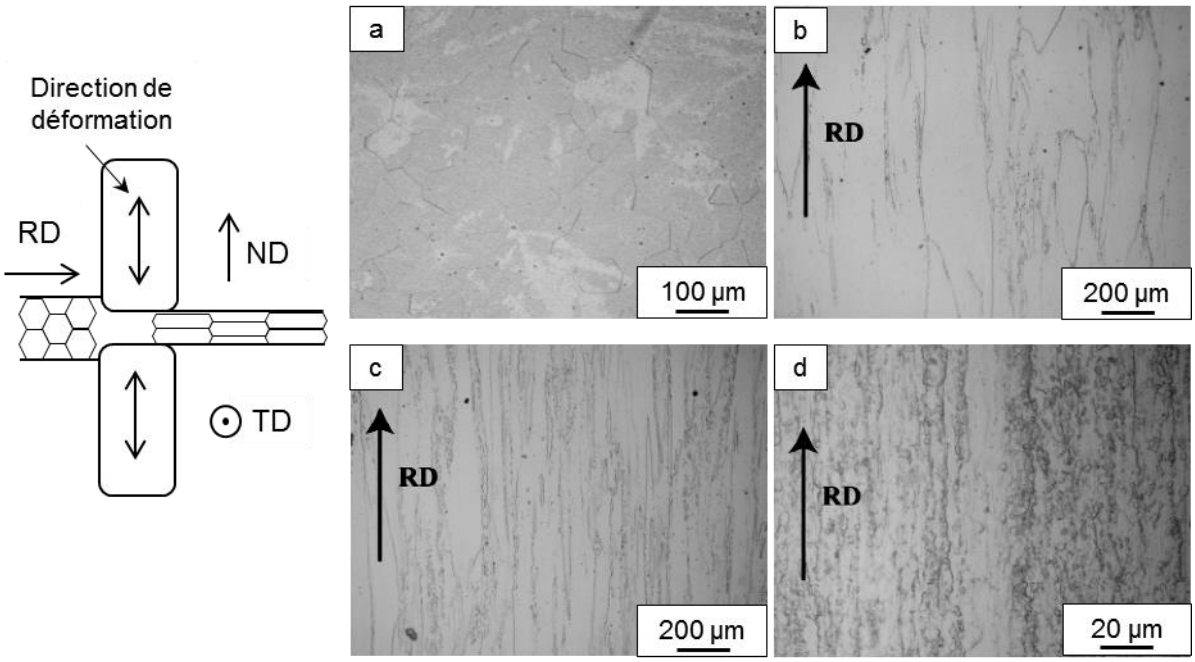


Figure 26 : Gauche : Schématisation de l'apparition d'une texture morphologique pendant une déformation; (a) microstructure d'un alliage Ti-15Mo-3Al-2.7-Nb-0.2Si avant déformation; (b) après 56% de déformation; (c) après 84% et (d) après 97% **[Kou, 2014]**.

Les effets du taux de déformation en laminage à chaud sur la texture morphologique sont illustrés pour un alliage Ti-15Mo-3Al-2.7-Nb-0.2Si sur la Figure 26 (a à d). Sur la Figure 26.d on peut voir des petits grains β équiaxes nouvellement formés, on parle alors de recristallisation. Celle-ci est notamment permise par l'énergie élastique stockée dans les structures de dislocations formées lors de l'écrouissage. Les phénomènes de recristallisation ou de restauration qui apparaissent très fréquemment lors des processus de fabrication par la méthode coulée forgée, peuvent annihiler les textures morphologiques. Ils peuvent aussi avoir une influence sur les textures cristallographiques qui seront étudiées dans le paragraphe suivant.

I.3.b. Texture cristallographique dans les alliages de titane

La contribution de la texture cristallographique aux propriétés mécaniques est très importante pour les alliages de titane **[Cojocaru, 2013], [Markovsky, 2013], [Yang, 2014]**. C'est notamment le contrôle des textures cristallographiques, associées à l'anisotropie élastique de la phase cubique du titane, qui permet d'obtenir des propriétés élastiques particulières. C'est le cas notamment pour les alliages destinés à la réalisation de prothèses biomédicales, pour lesquelles une texture cristallographique orientées vers des directions de type <001> permet de minimiser le module d'Young **[Lee, 2012], [Tane, 2008], [Tane, 2010], [Chaves, 2015], [Wang, 2010]**.

Dans sa forme "β" le titane présente une structure cristalline cubique centrée, comme les éléments suivant : Fe_{α}, Zr_{β}, Cr, Nb, V, Ta, Mo et W. Les principales textures cristallographiques qui se développent dans le cas des aciers sont présentées dans le Tableau 7. Dans celui-ci, les différentes composantes sont données sous la forme {hkl}<uvw>, ou {hkl} représente les indices de Miller du plan normal à la direction <uvw>.

Tableau 7 : Composantes principales des textures observées dans les matériaux cubiques centrés ***[Raabe, 1992]***, ***[Raabe, 2003]***, ***[Sander, 2008]***.

Fibre	Axe fibre	Composantes principales
α(bcc)	<110> // à RD	{001}<110>, {112}<110>, {111}<110>, $\{001\}<110>$, $\{1\bar{1}2\}<110>$,
γ	<111>// à ND	$\{111\}<110>$, $\{11\bar{1}\}<112>$,
η	<001>// à RD	$\{001\}<100>$, $\{011\}<100>$
ξ	<011>// à ND	$\{011\}<100>$, $\{0\bar{1}1\}<211>$, $\{0\bar{1}1\}<111>$, $\{0\bar{1}1\}<011>$
ε	<011>// à TD	$\{001\}<110>$, $\{112\}<111>$, $\{4\,4\,11\}<11\,11\,8>$, $\{111\}<112>$, $\{11\,11\,8\}<4\,4\,11>$, $\{011\}<100>$, $\{011\}<100>$, $\{011\}<100>$, $\{011\}<100>$, $\{011\}<100>$
θ	<001>// à ND	$\{001\}<100>$, $\{001\}<110>$
β(bcc)	<111> proche de ND	$\{111\}<110>$, $\{557\}<583>$, $\{111\}<112>$

Les fibres α, γ et la composante de Goss (fibre η), qui regroupent toutes les directions de type {011} <001>, sont les plus mentionnées dans les alliages de titane **[Cai, 2013], [Kou, 2014], [Gurao, 2009], [Lonardelli, 2007], [Premkumar, 2012]**. La fibre α regroupe toutes les directions cristallines comprises entre {001} <110> et {111} <110> parallèles à la direction de laminage RD. La fibre γ regroupe toutes les directions comprises entre {111} <110> et {111} <112> **[Gurao, 2009]** parallèles à la direction ND (ND étant perpendiculaire à RD).

Chaque étape de production des billettes, dans lesquels la tige coulissante est usinée, peut contribuer à favoriser la formation d'une texture cristallographique **[Bunge, 2014]**: La cristallisation à partir de l'état liquide à chaque étape de refusion, les différentes étapes de déformation à chaud ou à froid (laminage, forgeage), ou encore les différents traitements thermiques appliqués **[Obasi, 2013]** vont avoir une influence sur l'apparition d'une texture particulière. Celle-ci peut apparaitre dès les premières étapes d'élaboration de l'alliage. En effet, la cinétique de croissance des cristaux, à partir d'un état liquide, n'est pas homogène. Celle-ci est plus lente dans les directions normales aux plans denses comme les plans {111} dans les cristaux cubiques. Dans ce cas, les axes et branches dendritiques sont orientés suivant une direction <001> à croissance rapide **[Lesloult, 2012]**.

Ces dernières années, de nombreuses études consacrées à l'évolution des textures cristallographiques des alliages de titanes β-métastable au cours des processus de déformation à froid **[Yang, 2014], [Gurao, 2009], [Cai, 2013], [Hayama, 2014], [Cojocaru, 2014], [Cojocaru, 2013], [Premkumar, 2012]** ou à chaud **[Fan, 2013], [Chen, 2015]** ont été publiées. La texture sera dépendante du type de déformation appliqué (laminage, forgeage, …) et des symétries associées. Généralement, plus la déformation appliquée est élevée, plus les textures sont marquées.

Lors d'une déformation à froid, en parallèle des mécanismes de plasticité, plusieurs mécanismes peuvent participer à l'évolution de la texture cristallographique **[Frank, 2009]** : L'augmentation de densité de dislocations formées lors de la déformation (écrouissage), peut former des cellules ou structures en sous joints. Lors des traitements thermiques post déformation, cette structure peut se réorganiser et conduire à la formation de sous joints, on parle alors de restauration, ou favoriser la germination et la croissance de nouveaux grains, on parle dans ce cas de recristallisation **[Holt, 1970]**.

À chaud, l'énergie apportée facilite le mouvement des dislocations ce qui favorise les mécanismes d'annihilation par paires ou par absorption dans les joints de grains. La microstructure peut alors évoluer pendant la déformation, on parle alors de restauration dynamique ou de recristallisation dynamique.

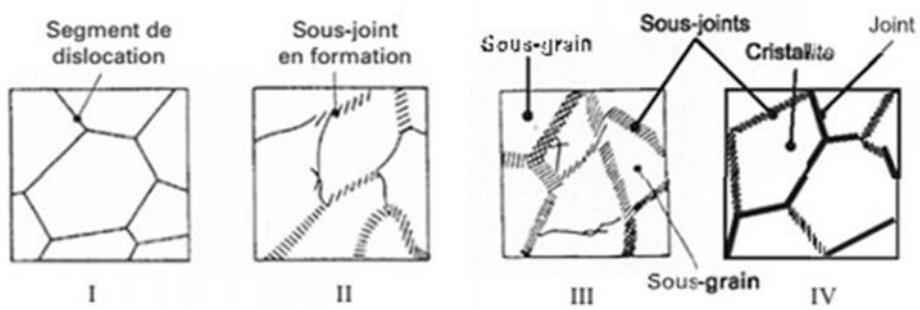


Figure 27 : Schématisation du mécanisme de formation de sous joint de grains par restauration dynamique.

On citera comme exemple d'évolution de la texture en fonction de la déformation appliquée, les travaux de Yang et al. **[Yang, 2014]** sur du Ti-24Nb-4Zr-8Sn. Les auteurs montrent une évolution de la texture cristallographique pour des taux de déformation à froid, appliqués immédiatement après un forgeage à haute température, variant de 40 à 94 %. L'évolution de texture se traduit, sur des diagrammes de diffraction des rayons X, par une évolution de l'intensité des pics de diffraction (Figure 28). On peut noter par exemple la disparition du pic de phase β associé à la présence de plans de type (200).

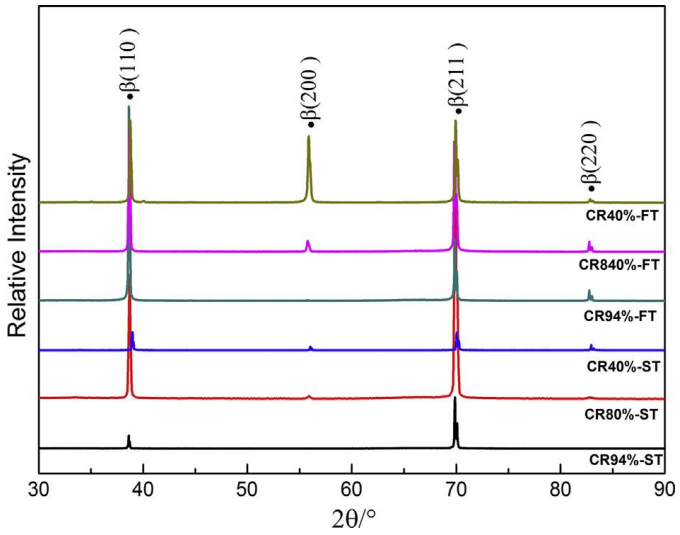


Figure 28 : Diagramme de diffraction RX pour différents traitements thermomécaniques sur du Ti-24Nb-4Zr-8Sn **[Yang, 2014]** *(CR = Cold Rolled). FT et ST renvoie à deux traitements thermiques différents.*

En plus des mécanismes de restauration et de recristallisation, dans les alliages de titane, les relations d'orientation cristallographique entre les phases α et β peuvent favoriser l'apparition de textures marquées. Comme nous l'avons montré au début de ce chapitre, la nature displacive de la transformation β → α, limite à 12 le nombre d'orientations possibles pour la précipitation α, chacune de ces orientations étant appelée variant cristallographique. Lors de la transformation α → β seulement 6 variants sont possibles pour la phase β. En théorie lors de la transformation β → α la probabilité d'apparition pour chaque variant est de 1/12ème. Dans la pratique, un processus de sélection des variants est très souvent observé **[Lonardelli, 2007], [Obasi, 2013]**. Le

terme niveau de sélection est employé pour définir qualitativement l'effet du processus de sélection. Plus le niveau de sélection des variants est élevé, plus on s'éloigne d'une distribution aléatoire. Ce phénomène contribue à former les textures cristallographiques observées dans les alliages α et α + β. La sélection de variants intervient également dans le processus d'apparition des macrozones **[Germain, 2005]** et des colonies de lamelles **[Bhattacharyya, 2003]**, **[Bhattacharyya, 2007]**. Le processus de fabrication d'un alliage imposant de nombreux passages par la température de transus β (Figure 6), les processus de sélection des variants lors des transformation α → β → α peuvent donc contribuer fortement à la texture cristallographique de la phase β finale **[Gey, 2002], [Cayron, 2008]**. Il est donc important de comprendre quels sont les mécanismes de sélection de variants mis en jeux lors des transformations α ↔ β.

I.3.c. Choix des variants cristallographiques

Les relations d'épitaxie entre les douze variants et la phase mère β, ainsi que les angles de passage entre la base orthonormée associée à la phase β et celle associée à la phase α, sont donnés dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Relations d'orientation entre le réseau cristallin de la phase β et celui de la phase α, et angles d'Euler permettant le passage de la base orthonormée associée à la phase β à celle associée à la phase α ***[Martin, 2012]****.*

Variant	Plans de glissement	Directions de glissement	φ_1	Φ	φ_2
1	$(101)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	90°	45°	305,3°
2	$(101)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	90°	45°	234,7°
3	$(\bar{1}01)_\beta // (0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	270°	45°	54,7°
4	$(\bar{1}01)_\beta // (0001)_\alpha$	$[111]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	270°	45°	125,3°
5	$(011)_\beta // (0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	180°	45°	125,3°
6	$(011)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	180°	45°	234,7°
7	$(0\bar{1}1)_\beta // (0001)_\alpha$	$[111]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	0°	45°	54,7°
8	$(0\bar{1}1)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	0°	45°	305,3°
9	$(110)_\beta // (0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	135°	90°	144,7°
10	$(110)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	135°	90°	215,3°
11	$(1\bar{1}0)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	45°	90°	324,7°
12	$(1\bar{1}0)_\beta // (0001)_\alpha$	$[111]_\beta // [11\bar{2}1]_\alpha$	45°	90°	35,3°

Les phénomènes physiques qui sont à l'origine des processus de sélection des variants sont de différentes natures. Obasi et al. **[Obasi, 2013]** ont montrés que, dans un alliage β-métastable avec une texture cristallographique de la phase β faiblement prononcée, un traitement thermique de croissance des grains β, peut conduire à l'apparition d'une texture en β associée à l'émergence de joints de grains faiblement

désorientés (désorientation < 15°).Ce processus est liée à l'histoire thermomécanique du matériau selon le mécanisme décrit sur la Figure 27. Selon ces auteurs, ce type de joint de grains augmente le niveau de sélection des variants de précipités α. Des études antérieures avaient déjà mis en évidence de telles observations **[Bhattacharyya, 2003], [Stanford, 2005]**.

À l'intérieur des grains, les précipités α lamellaires ont tendance à former une structure delta (Figure 29) qui minimise l'énergie d'interaction pour une interface semi cohérente **[Miyano, 2006]**. L'énergie d'interface étant différente en fonction du type de variant, cette configuration favorise la sélection de variant **[Balachandran, 2016]**. De plus, cette configuration semble améliorer les propriétés mécaniques **[Mantri, 2015]**. Ces résultats ont également été mis en évidence par des simulations **[Appolaire, 2005], [Teixeira, 2007], [Da Costa Teixeira, 2008]**.

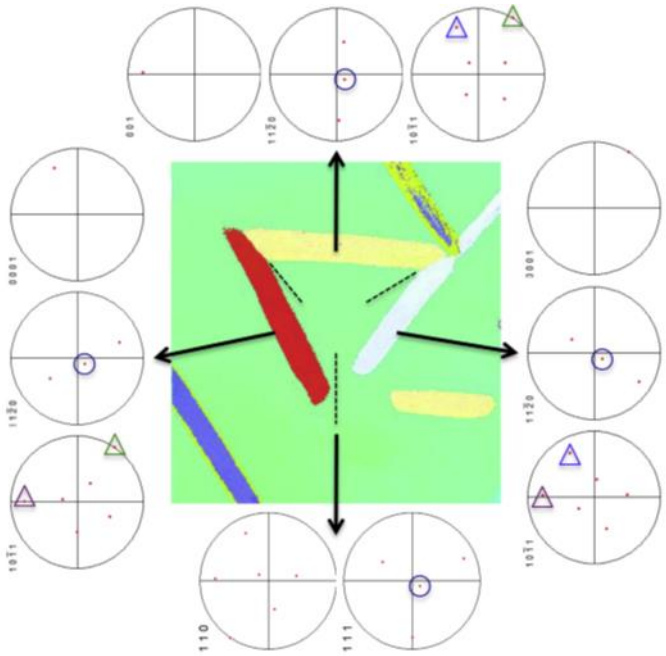


Figure 29 : Cartographie d'un cluster de lamelles α en delta et figures de pôles associées qui montrent les directions $(11\bar{2}0)$ *communes (cercles). Les lignes pointillées indiquent les plans {1011} communs. Les triangles indiquent les pôles* $(10\bar{1}1)$ *communs* **[Balachandran, 2016]**.

Le caractère orthotrope de la phase α permet d'associer les différents variants par paires **[Balachandran, 2016]**, la contribution mécanique élastique des deux variants d'une paire étant identique car ils possèdent un plan basal commun **[Martin, 2012], [Duval, 2013]** (1 et 2, 3 et 4,…, 11 et 12 dans le Tableau 8). Duval **[Duval, 2013]** a calculé le module d'Young des différents variants α en fonction de l'orientation de la phase β parente (Tableau 9). On voit dans ce tableau que les variants 9 et 10 possèdent un module de 145 GPa dans un grain sollicité suivant la direction <101> alors que les variants 11 et 12 auront un module plus faible de 100 GPa.

Tableau 9 : Module d'Young en GPa des différents variants α, calculé pour trois orientations de la phase β parente ***[Duval, 2013]***

	Orientation de la phase β		
Variant	<001>	<101>	<111>
1	100	107	124
2	100	107	124
3	100	107	100
4	100	107	100
5	116	107	124
6	116	107	124
7	116	107	100
8	116	107	100
9	116	145	124
10	116	145	124
11	116	100	100
12	116	100	100

Ces résultats sont en accord qualitatif avec les simulations réalisées par Martin **[Martin, 2012]** présentées sur la Figure 30. Celles-ci ont été réalisées pour 3 grains β orientés suivant les directions <001>, <110> et <111> avec et sans précipitation α. Les paramètres élastiques des phases α et β ont été présentés dans le Tableau 3 et le Tableau 5. Les paramètres viscoélastiques de la phase β ont été établis par identification sur un agrégat de 100 grains généré par méthode de Voronoï, à partir d'un essai de traction sur du Ti-5553 trempé depuis le domaine β.

Les courbes de la Figure 30.a correspondent à des simulations d'essais de traction de la matrice β. On peut noter sur celles-ci que les valeurs de module d'Young de la phase β ou un alliage α/β respectent le classement présenté dans la partie consacrée aux propriétés élastiques de la phase β : le module est plus faible suivant la direction <001> alors qu'il est maximal suivant la direction <111>. On peut également noter que la limite d'élasticité est plus élevée suivant la direction <111> que suivant les directions <001> et <101>.

Sur les courbes de la Figure 30.b, la contribution mécanique des douze variants répartis équitablement est prise en compte, ce qui améliore sensiblement les propriétés mécaniques et semble réduire la différence entre les directions tant sur le module d'Young que sur la limite d'élasticité.

En ne considérant qu'une paire de variants (Figure 30.b à h), les propriétés mécaniques peuvent fortement varier. Dans certaines configurations, la direction de résistance maximale peut devenir la direction <101>. Des évolutions de module d'Young sont notables, par exemple en ne considérant que les variants 7 et 8 ou 11 et 12 (Figure 30.f et h), le module d'Young est plus élevé pour une sollicitation suivant la direction <001> que suivant la direction <111>. Sur les simulations, les pentes de la partie élastique suivant les trois directions sont très proches, ce qui signifie qu'un fort niveau de sélection des variants α peut modérer l'anisotropie de propriétés élastiques inhérente à la phase β parente. Suivant le même principe, un niveau de sélection important des variants 1 et 2 pourrait renforcer l'anisotropie de la phase mère.

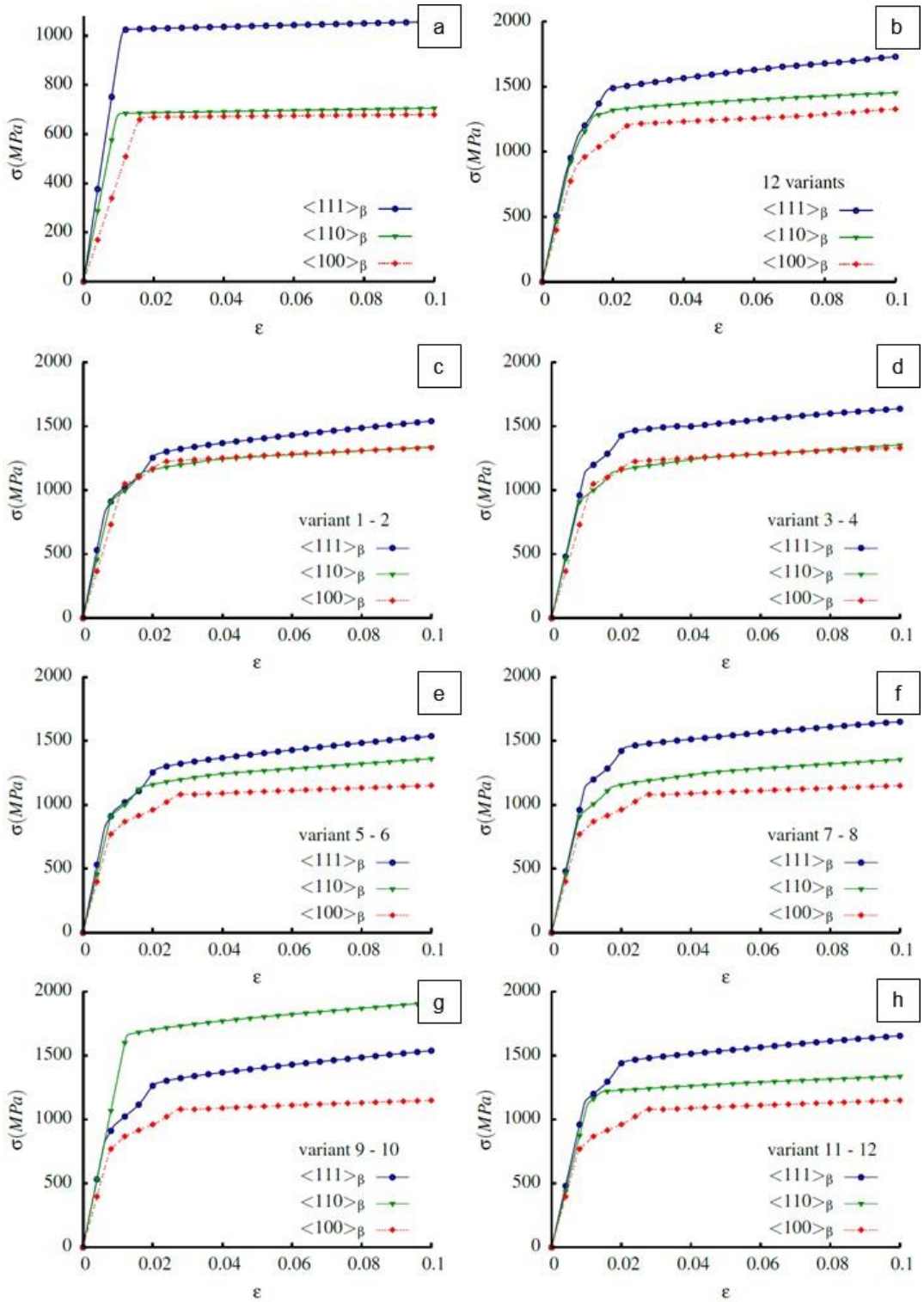


Figure 30 : Simulation d'essais de traction sur 3 grains β (a) sans phase α (b) avec les 12 variants répartis aléatoirement (c)-(h) avec 2 variants. Attention : échelle en contrainte différente entre la structure purement β (a) et les structure α-β (b-h).

En résumé, les processus de fabrication des alliages de titane impliquent fréquemment l'apparition de textures morphologiques, à l'échelle des grains β, et cristallographiques, à l'échelle des grains β et de la précipitation α. Théoriquement, l'association des anisotropies des phases α et β peut intensifier ou bien modérer l'anisotropie d'un matériau α+β. Comme on le verra dans la partie suivante, l'influence des textures sur les caractéristiques mécaniques est un des points essentiels pour décrire le comportement des alliages de titane sous sollicitation monotone et cyclique.

I.4. Comportement sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane.

Les propriétés mécaniques des alliages de titane ont déjà été largement étudiées. La plupart des travaux se focalisent sur la contribution de la microstructure aux propriétés mécaniques **[Aeby-gautier, 2011], [Qin, 2013], [Ahmed, 2015], [Ivasishin, 2008], [Shekhar, 2015], [Settefrati, 2012]**. Dans cette partie, nous proposons une sélection des connaissances issues de la bibliographie sur les caractéristiques mécaniques (élasticité, mécanismes de déformation plastique, endommagement) sous sollicitations monotone et cyclique. La contribution de l'anisotropie des phases α et β, associée à la présence de textures morphologique et cristallographique sur ces propriétés mécaniques sera discutée. Le contexte de l'étude conduira à porter un intérêt particulier sur la durée de vie en fatigue.

I.4.a. Propriétés sous sollicitation monotone

Les alliages de titane, quelles que soient leurs microstructures, sont particulièrement sensibles à la vitesse de chargement **[Sarsfield, 2007]**. Sur des nuances α + β, l'augmentation de la vitesse de déformation semble augmenter la limite d'élasticité mais aussi la ductilité **[Sarsfield, 2007]**. Sur les alliages β-métastable la vitesse ne semble pas avoir d'impact sur la ductilité mais uniquement sur la résistance mécanique **[Duval, 2013]**. Par exemple, pour du Ti-5553, l'augmentation de limite d'élasticité est d'environ 50 MPa pour une augmentation de vitesse d'un ordre de grandeur (Figure 31) **[Duval, 2013]**. Afin de pouvoir comparer des résultats issus de différentes études, il est donc important de connaitre la vitesse de sollicitation appliquée. Le comportement et les mécanismes d'endommagement des alliages de titane pour des sollicitations très rapides, de type choc, sont différents de ceux observés pour des sollicitations quasi statiques **[Sarsfield, 2007]**. C'est pourquoi, dans cette partie, ne seront abordées que les propriétés pour des sollicitations quasi statiques, c'est-à-dire pour des vitesses de déformation inférieures à environ 10^{-1} s^{-1}.

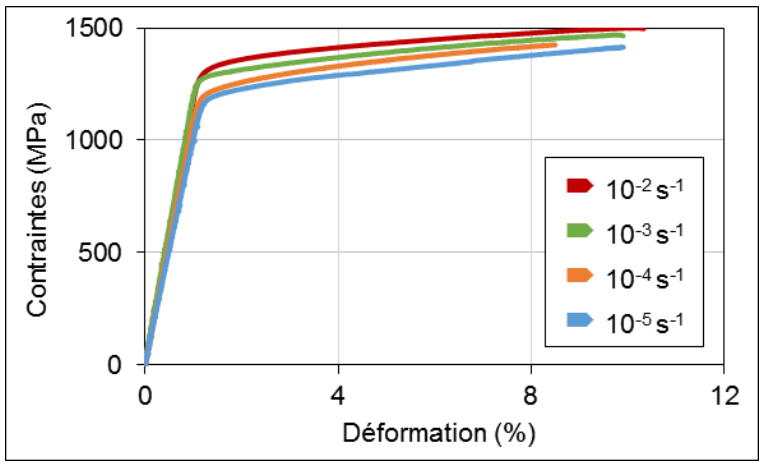


Figure 31 : Courbe de traction pour différentes vitesses de déformation sur du Ti-5553 à 20°C **[Duval, 2013]**

Élasticité

Parmi les nombreuses études liant microstructures et propriétés mécaniques dont celles citées en introduction de cette partie, peu présentent des résultats sur les caractéristiques élastiques. Nous en avons retenus deux **[Settefrati, 2012]** et **[Aeby-gautier, 2011]**, pour laquelle les valeurs de module d'Young ont été publié dans les travaux de thèse de Martin **[Martin, 2012]**. Ces études montrent que le comportement en traction dépend au premier ordre de la microstructure. Par exemple, pour les alliages β-métastable la fraction de phase α a un impact important sur le module d'Young comme on peut le voir sur la Figure 32. Entre 0 et 60 % de phase α, en première approche, une relation linéaire peut être utilisée pour décrire les données. Au-delà de 60 % de phase α, le module d'Young semble peu varier autour de la valeur moyenne de 115 GPa.

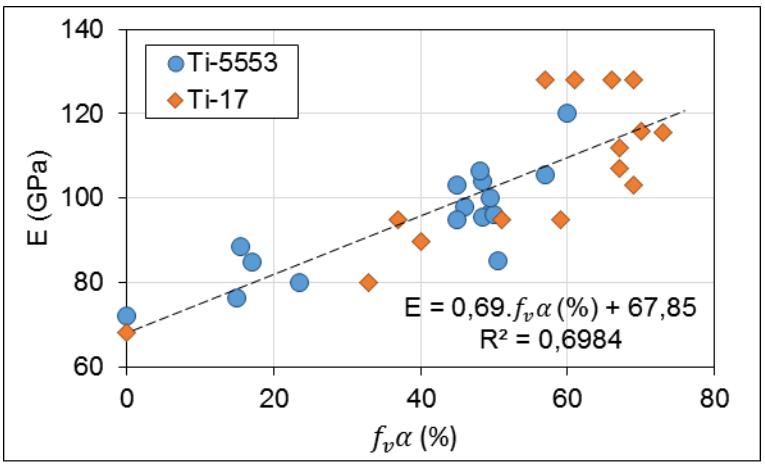


Figure 32 : Evolution du module d'Young en traction ($\emptyset = 6mm, \dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}s^{-1}$) *en fonction de la fraction de phase α. Résultats établis à partir des essais effectués sur du Ti-5553 par Settefrati* **[Settefrati, 2012]** *et sur du Ti-17 par Aeby-Gautier et al.* **[Aeby-gautier, 2011]**. *Résultats publiés par Martin* **[Martin, 2012]**.

Propriétés en traction

Plus généralement, la limite d'élasticité, la limite à rupture et la ductilité sont gouvernées par la microstructure, comme on peut le voir sur la Figure 33. La résistance mécanique en fonction de la ductilité de 4 alliages β-métastables et la ductilité en fonction de la limite d'élasticité sur du Ti-5553 sont présentées sur les Figure 33.a et b. À partir de ces figures, une relation générale de linéarité entre la résistance mécanique et la ductilité

peut être établie. Plus une microstructure est résistante moins la ductilité est importante **[Ivasishin, 2008], [Settefrati, 2012], [Duval, 2013], [Shekhar, 2015]**. Les microstructures les plus résistantes sont les microstructures qui possèdent le plus grand nombre d'interfaces α-β. Sur ce point on peut faire une analogie avec l'effet Hall-Petch **[Bin, 2015]**.

Les zones en pointillées sur ces figures représentent, selon les auteurs, le meilleur compromis entre la résistance mécanique et la ductilité. Settefrati **[Settefrati, 2012]** et Duval **[Duval, 2013]** ont montré qu'il correspond pour le Ti-5553 à microstructure bi-modale composée d'une précipitation primaire sous forme de nodules et de lamelles secondaires (Figure 33.c).

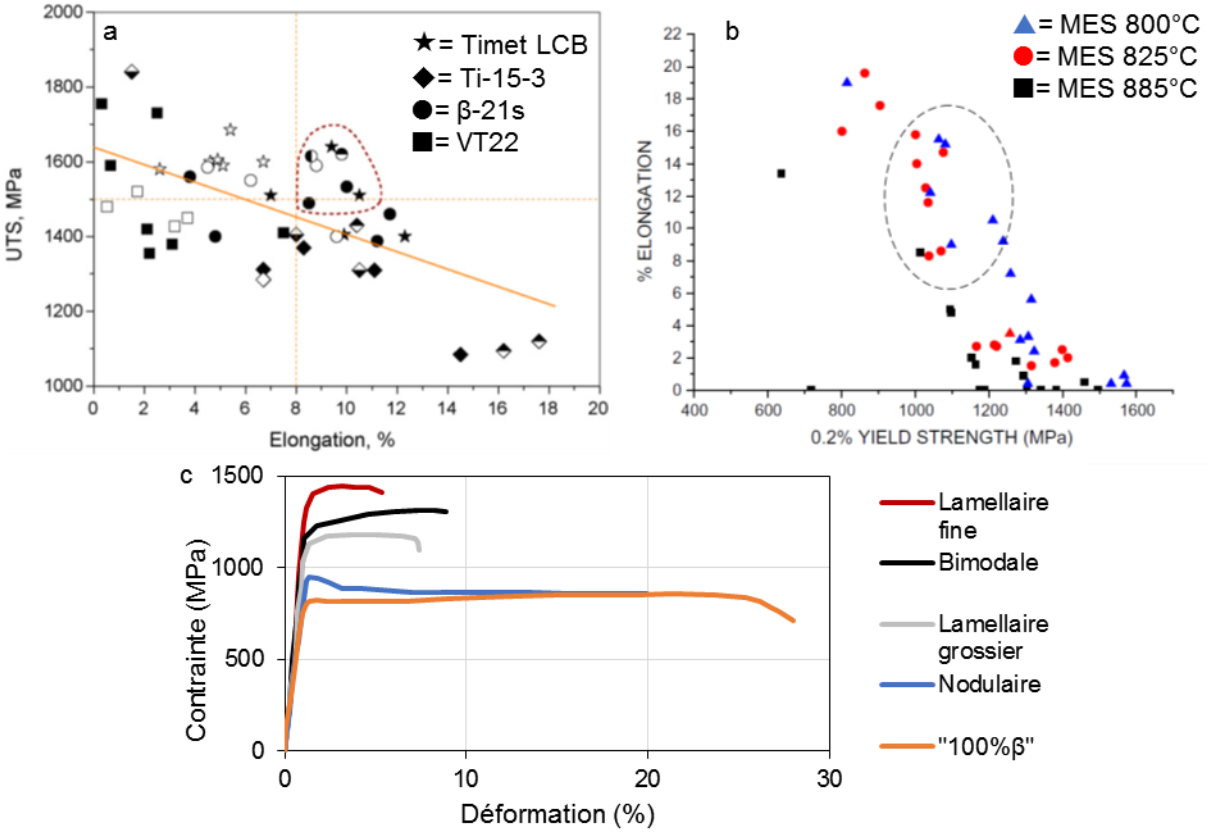


Figure 33 : (a) Propriétés mécaniques en traction pour différents alliages de titane pour différents traitements thermiques **[Ivasishin, 2008]**. *(b) Propriétés mécaniques du Ti 5553 en traction (Tamb, $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-4}s^{-1}$) pour des vieillissements de 450 à 650°C et de 0 à 16h* **[Shekhar, 2015]**. *Les zones pointillés représentent le meilleur compromis Résistance / Ductilité. (c) Courbes de traction sur microstructures modèles* **[Settefrati, 2012], [Duval, 2013]**

Il existe des travaux sur les effets de la texture morphologique et cristallographique sur les caractéristiques mécaniques des alliages β métastable **[Banumathy, 2010], [Markovsky, 2013], [Yang, 2014], [Manda, 2015]**. Afin de mieux comprendre les effets de texture de la phase α, nous nous appuierons également sur des résultats obtenus sur des alliages α + β **[Bache, 1998]**, **[Bache, 2001]**, **[Bache, 2001], [Evans, 2005], [Chen, 2011]**.

La présence d'un fibrage morphologique à un impact important sur la ductilité des alliages. Par exemple pour du Ti-6246, en fonction de la direction de sollicitation, la densité de joints de grains est plus ou moins importante. Comme on peut le voir sur la Figure 34.a, la configuration la plus néfaste pour la ductilité est alors obtenue pour des joints de grains

orientés à 45° de l'axe de sollicitation, ce qui correspond à la direction de cisaillement maximum **[Lutjering, 2007]**. Duval **[Duval, 2013]** a montré que la ductilité d'éprouvettes prélevées perpendiculairement à la direction de fibrage (TD sur la Figure 34.b) était fortement diminuée en comparaison des résultats obtenues sur des éprouvettes prélevées suivant la direction de fibrage (RD sur la Figure 34.b).

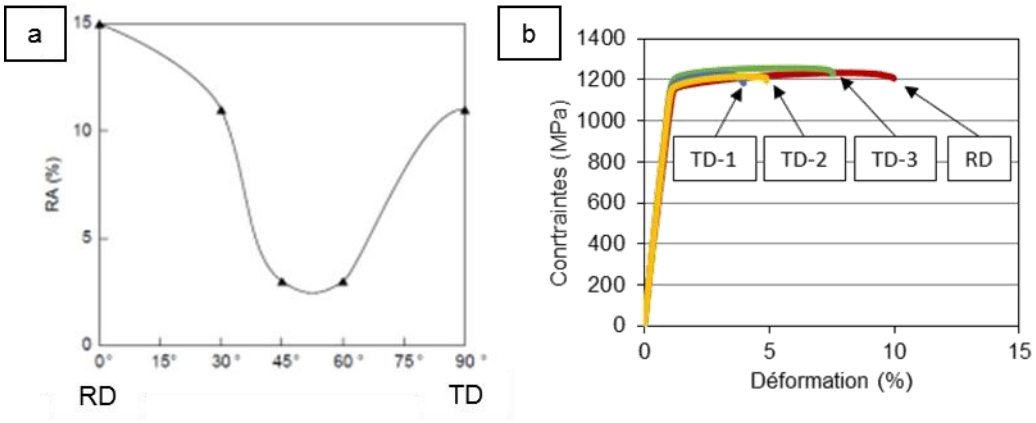
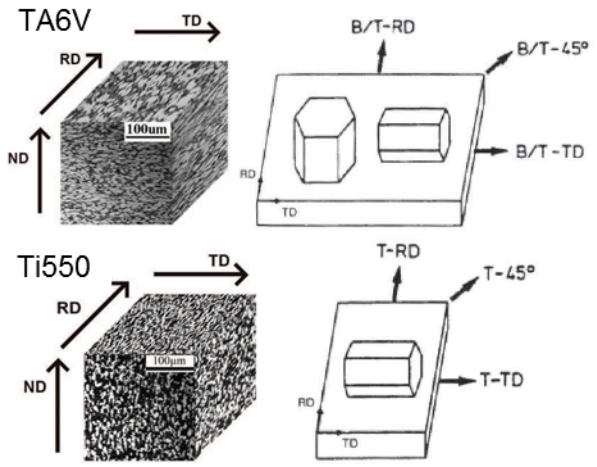


Figure 34 : (a) Allongement à rupture (RA%) en fonction de la direction de sollicitation sur du Ti-6246 **[Lutjering, 2007]**. *Courbes de tractions conventionnelles pour des éprouvettes de Ti-5553 prélevées suivant la direction de fibrage (RD) et perpendiculairement à celle-ci (TD)* **[Duval, 2013]**.

Les propriétés en traction sont également influencées par les effets combinés d'une texture morphologique et cristallographique. C'est le cas par exemple pour du TA6V et du Ti550, deux alliages α + β, dans les travaux de Evans et al. **[Evans, 2005]**. Comme on peut le voir sur la Figure 35, les deux alliages étudiés présentent une texture morphologique et la phase α une texture cristallographique marquées. Les résultats d'essais de traction présentés dans cette figure ont été obtenus à partir d'éprouvettes prélevées, dans le plan RD-TD, suivant RD (0°) à 45° de RD et à 90° de RD (TD). La présence de texture morphologique et cristallographique à un impact significatif sur l'anisotropie macroscopique du module d'Young et de la résistance à la traction. Des essais de fatigue ont été effectués sur ces microstructures, les résultats seront présentés dans la partie I.4.b.



		E (GPa)	Rm (MPa)
TA6V	0°	118,5	1111
	45°	121,3	1129
	90°	125,7	1196
Ti 550	0°	115,3	1264
	45°	117,7	1225
	90°	127,3	1309

Figure 35 : gauche : Microstructure du TA6V et Ti-550 et schématisation de la texture cristallographique de la phase α. ; droite : Module d'Young et limite à rupture suivant l'angle de prélèvement des éprouvettes dans le plan RD-TD **[Evans, 2005]**.

Dans le cas des alliages β-métastable, des effets similaires ont été rapportés **[Lutjering, 2007], [Duval, 2013], [Manda, 2015]**. Nous citerons comme exemple les travaux de Manda et al. **[Manda, 2015]** sur du Ti-5553 laminé à 825°C (domaine α+β). Comme on peut le voir sur la Figure 36, le comportement en traction diffère significativement selon la direction de laminage (RD sur la Figure 35), perpendiculairement à celle-ci (TD sur la Figure 35) et à 45° de celle-ci. Plus précisément, entre l'éprouvette prélevée suivant la direction d'allongement des grains et celle prélevée suivant la direction transverse TD, la ductilité est divisée par un facteur 3 alors que la limite d'élasticité augmente de 25%. Un effet sur le module d'Young est clairement visible sur les courbes de traction conventionnelles, mais il n'est pas discuté par les auteurs.

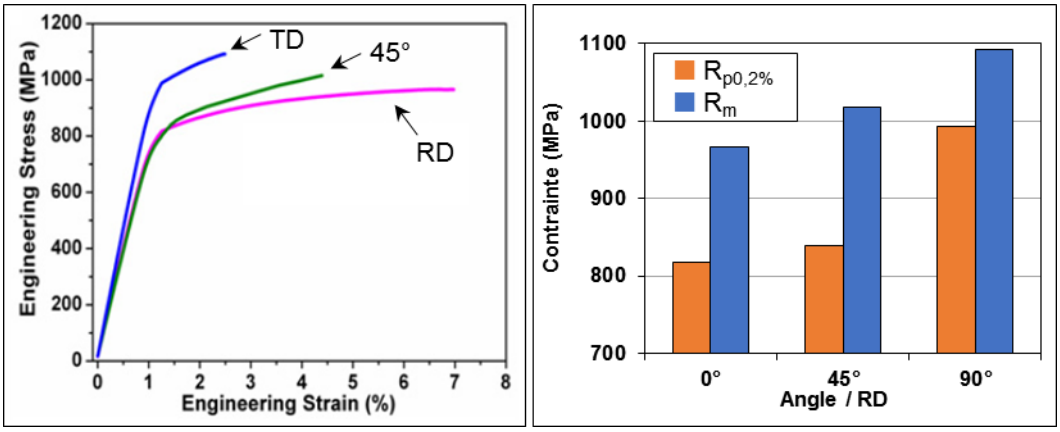


Figure 36 : gauche : Courbes de traction conventionnelle ($\dot{\varepsilon} = 1.10^{-3}s^{-1}, T° = 20°C$) pour du Ti-5553; droite : Limite conventionnelle d'élasticité et résistance à la traction en fonction de la direction de sollicitation **[Manda, 2015]**.

Mécanismes de déformation plastique

Pour des microstructures bimodales, les mécanismes de déformation plastique interviennent bien avant d'avoir dépassé la limite conventionnelle d'élasticité. Les premières traces de déformation plastique sont observées dans la phase α et plus particulièrement dans les nodules primaires ou à l'interface nodule/matrice **[Qin, 2013], [Escale, 2012], [Duval, 2013]**. La déformation, accommodée par glissement des dislocations, reste généralement confinée dans les nodules α_p. Des essais de traction in-situ sous un microscope électronique en transmission ou à balayage sur du Ti-5553 et du Ti-17 montrent que, pour quelques grains β, l'accumulation de déformation dans les nodules permet la transmission du glissement à la matrice β au sein de couloirs créés par entre les lamelles α_s **[Escale, 2012], [Duval, 2013]** (Figure 37.b).

L'étude de la transmission du glissement à travers différentes interfaces (joints de grains, précipité/matrice,…) est un domaine d'étude à part entière. Les observations effectuées par Escalé **[Escale, 2012]** et Duval **[Duval, 2013]** leur a permis de déterminer une chronologie des évènements menant à la rupture finale d'une micro-éprouvette de Ti-5553 avec microstructure bimodale. Les principales étapes sont présentées sur la Figure 37. Dans un premier temps, la déformation plastique reste confinée dans les nodules (Figure 37.a). Les relations d'orientations de Burgers liant l'orientation des phases α et β peuvent, dans certaines configurations, favoriser la transmission du glissement d'une phase à l'autre **[Suri, 1999]** (Figure 37.b). Si les relations d'orientations de Burgers facilitent la transmission du glissement entre les phases α et β, elles ne constitue pas une condition nécessaire **[He, 2014]**. Lors du passage des premières dislocations de la phase α

vers la phase β, des dislocations résiduelles sont créées à l'interface α-β **[Castany, 2008]**. Ces dislocations résiduelles semblent favoriser la transmission des dislocations suivantes, et des mécanismes d'annihilations peuvent également se mettre en place **[Suri, 1999], [Savage, 2004]**. Dans les cas où le glissement est transmis à la matrice (Figure 37.c), des bandes de glissement à l'échelle du grain β parent apparaissent (Figure 37.d).

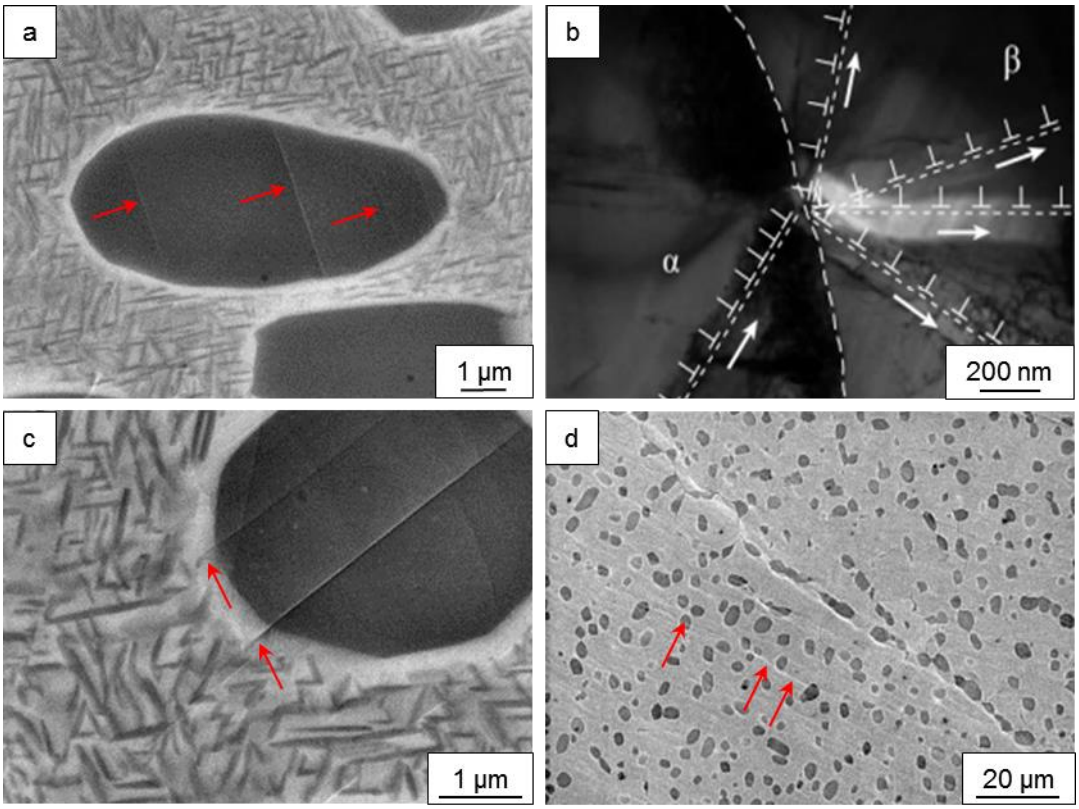


Figure 37 : Micrographies MEB et MET à différents niveaux de déformation de micro-éprouvettes de Ti-5553 (a) Bandes de glissement confinées à un nodule **[Duval, 2013]***; (b) Transmission des dislocations à l'interface α/β* **[Escale, 2012]***; (c) Transmission du glissement à la zone de déplétion et la matrice* **[Duval, 2013]***; (d) Bandes de glissement dans un grain β* **[Duval, 2013]**.

Duval a montré que l'activation du glissement dans les nodules et la transmission à la matrice, dépendent au premier ordre de l'orientation du grain β parent **[Duval, 2011]**. L'auteur a observé très peu de traces de glissement dans les nodules primaires situés au sein de grains β orientés suivant une direction rigide <111> contrairement aux nodules au sein de grains orientés dans une direction <001> de faible module d'Young. L'accumulation de déformation par glissement des dislocations est à l'origine des mécanismes d'endommagement observés sur les alliages β-métastable avec une microstructure bimodale. Ces mécanismes seront décrits dans le paragraphe suivant.

Mécanismes d'endommagement

La chronologie des évènements d'endommagement pour les alliages β-métastable à microstructure bimodale a été décrite par Clément **[Clément, 2010]**. Ceux-ci sont schématisés sur la Figure 38. Deux types d'endommagement peuvent apparaitre simultanément : la germination et la croissance de cavités à partir de l'interface α-β d'un nodule de phase α, ou la formation de multiples microfissures dans des nodules de phase α. Une fois déclenchée, la propagation de la fissure est facilitée par la croissance et la

coalescence de nouveaux pores aux interfaces entre les lamelles secondaires α_s et la matrice β.

Dans les nodules de phase α, les mécanismes d'endommagement semblent liés au type de glissement qui est activé. Dans le cas de sollicitation de type traction ou fatigue, le glissement suivant les plans prismatiques et pyramidaux est plutôt associé à un mécanisme d'amorçage de fissures à partir des bandes de glissement : L'augmentation de rugosité par l'apparition de structure de type extrusion - intrusion favoriserait l'amorçage de fissure comme cela a été montré sur des matériaux de structure cristalline cubique a faces centrée **[Villechaise, 2002]**. Le glissement sur le plan basal est considéré comme plus dommageable pour les alliages de titane **[Duval, 2013], [Jha, 2015]**. Il est généralement associé à un endommagement de type pseudo clivage **[Neal, 1976], [Baxter, 1996]**. Des observations effectuées sur du TA6V montrent un amorçage des fissures à partir de bandes de glissement sur le plan basal **[Bridier, 2008]** conduisant à des facettes de rupture à caractère fragile caractéristique de ce processus mixte.

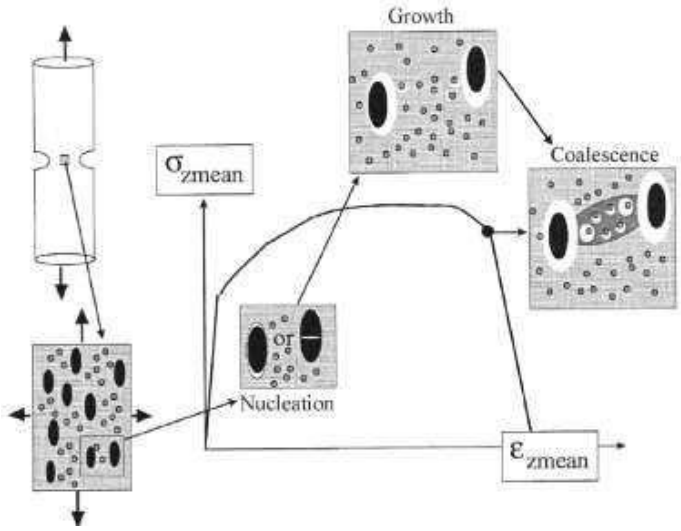


Figure 38 : Schématisation des différentes étapes d'endommagements **[Clément, 2010]**

Ces mécanismes sont cohérents avec les observations effectuées sur les faciès de rupture en traction qui présentent des cupules dont la dimension dépend de la longueur caractéristique de la précipitation α **[Shekhar, 2015]** (Figure 39.a et Figure 39.b). Les faciès présentent également des facettes généralement associées à des mécanismes de rupture de type fragile. Ces facettes sont probablement créées lors de la rupture de zones lamellaires fines qui comme cela a été montré par Qin et al. **[Qin, 2013]**, présentent un comportement fragile.

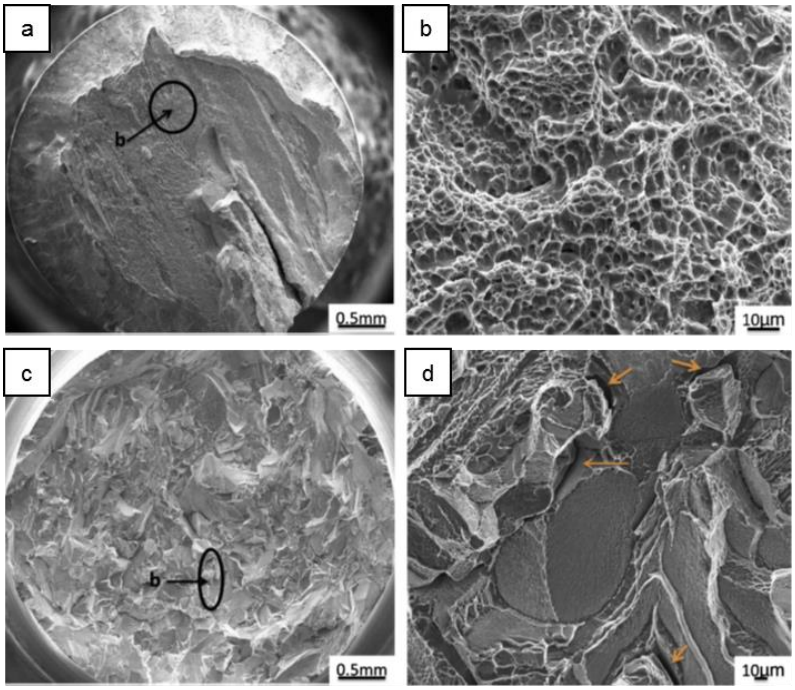


Figure 39 : Fractographies d'éprouvettes de Ti-5553 (a) et (b) 885°C/1h/WQ + 450°C/4h/AC microstructure lamellaire fine. (c) et (d) 800°C/1h/WQ + 600°C/4h/AC microstructure bi-modale nodule + lamelles **[Shekhar, 2015]**

La présence de textures morphologiques et/ou cristallographiques peut faire apparaitre une anisotropie de propriétés mécaniques significative à l'échelle d'une éprouvette.

À l'échelle locale, l'orientation des grains β semble avoir une influence importante sur le niveau de déformation et les mécanismes de plasticité et d'endommagement. Le niveau de déformation à l'échelle d'un grain β est déterminé au premier ordre par l'anisotropie de propriétés élastiques de la phase β qui peut, en fonction du type et du niveau de sélection des variants, être renforcée par la précipitation de phase α. La déformation des grains β est accommodée par glissement dans les nodules de phases α. Ces bandes de glissement sont à l'origine de l'amorçage de fissures.

En fatigue, l'existence de zones de concentration de la déformation peut être délétère. Le comportement et les mécanismes d'endommagement sous sollicitation cyclique seront traités dans la partie suivante.

I.4.b. Propriétés sous sollicitation cyclique

Comportement

Dans la grande majorité des cas, les alliages β, comme les alliages α+β, présentent une phase d'adoucissement cyclique puis une stabilisation indépendamment de la température ou de la microstructure **[Mahajan, 1982], [Beranger, 1993], [Feaugas, 1997]**. La phase d'adoucissement est généralement rapide associée à quelques dizaines de cycles. Plus le niveau de chargement est élevé plus cette phase d'adoucissement devient longue (Figure 40).

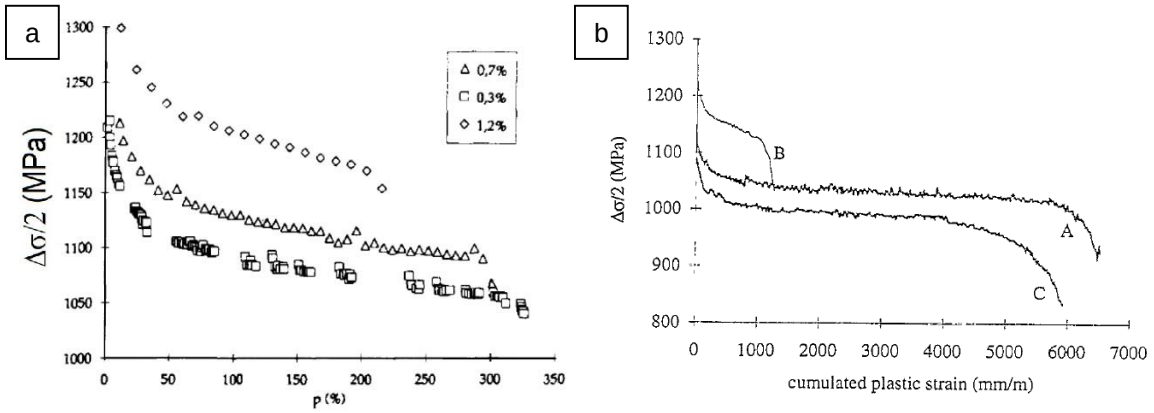


Figure 40 : Déformation plastique cumulée en fonction de Δσ/2 : (a) Pour un alliage Ti-6246 pour différents niveaux de déformation totale imposée 0.3%, 0.7%, et 1.2% **[Beranger, 1993]***; (b) Pour un alliage Ti-10-2-3 pour un niveau de déformation plastique fixé à* $\Delta\varepsilon_p/2 = 5 \times 10^{-3}$*; A, B et C renvoient à trois états métallurgiques différents* **[Luquiau, 1997]**.

Les données disponibles dans la littérature sur le Ti-5553 montrent que l'alliage Ti-5553 présente un comportement différent **[Huang, 2011], [Duval, 2013]**. Les courbes présentées sur la Figure 41, reportent l'évolution de la contrainte maximale lors des 1000 premiers cycles d'essais de fatigue pilotés en déformation totale imposée sur du Ti-5553 avec une microstructure bimodale nodulaire, **[Huang, 2011]**. Les niveaux de déformation totale imposée (0.5%, 0.75%, 1% et 1.4%) ont été choisis par les auteurs pour atteindre des niveaux de contrainte représentant respectivement 42%, 64%, 82% et 99% de la limite conventionnelle d'élasticité. Pour des niveaux de sollicitation faible, $\Delta\varepsilon_T$ = 0.5 et 0.75%, le Ti-5553 présente un léger durcissement cyclique puis, en quelques dizaines de cycles, le comportement se stabilise. Pour une amplitude de déformation plus élevée, $\Delta\varepsilon_T$ = 1%, un durcissement suivi d'un adoucissement est observé. Pour le niveau de chargement le plus élevé, seul un adoucissement cyclique est observé.

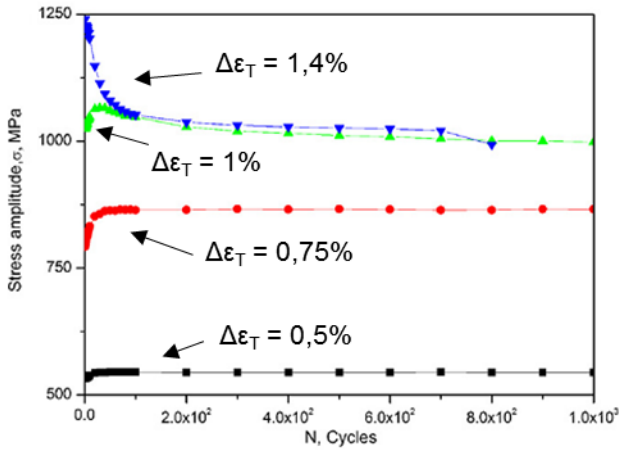


Figure 41 : Contrainte maximale durant les 1000 premiers cycles d'essais de fatigue pilotés en déformation totale imposée (Tamb, R=-1, f=0.5Hz,ε_T *= 0.5, 0.75, 1 ou 1.4%) pour du Ti-5553* **[Huang, 2011]**.

Selon certains auteurs, à température ambiante, l'adoucissement cyclique résulte uniquement de la diminution des contraintes internes associées à la multiplication des bandes de glissement dans la phase α **[Feaugas, 1997], [Beranger, 1993], [Luquiau, 1997]**. Selon Huang et al. **[Huang, 2011]** il résulterait de l'annihilation massive des dislocations héritées des étapes de fabrication présentes aux seins des nodules primaires.

Le durcissement observé au niveau de déformation plus faible résulterait de l'interaction de ces mêmes dislocations avec les systèmes de glissement activés.

À notre connaissance, aucune étude sur l'effet des textures morphologique ou cristallographique sur la durée de vie en fatigue des alliages β-métastable n'a été menée. À contrario, des travaux ont été menés sur les alliages α+β **[Bache, 1999]**, **[Bridier, 2008]**, **[Bache, 2001]**, **[Bache, 2001]**. Parmi ces travaux, nous citerons comme exemple les travaux d'Evans et al. **[Evans, 2005]** pour un alliage de TA6V décrit dans la partie précédente (Figure 35). Comme on peut le voir sur la Figure 42, l'adoucissement cyclique semble plus important pour les éprouvettes prélevées suivant la direction de déformation RD (0° sur la Figure 42) l'effet restant très limité. L'influence de la texture sur le module d'Young, 118 GPa pour les éprouvettes prélevées à 0° et 126 GPa pour celles prélevées à 90°, est essentiellement responsable de la différence de niveau de contrainte atteint au cours du cyclage.

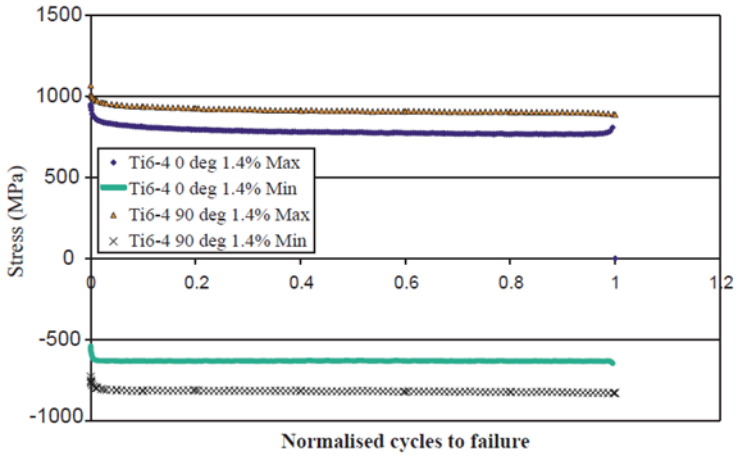


Figure 42 : Adoucissement cyclique pour un alliage TA6V sollicité en déformation totale imposée à 1.4%, R=0 **[Evans, 2005]**.

Comme on peut le voir sur la Figure 43, pour les éprouvettes prélevées suivant la direction TD (90° sur la Figure 43), la durée de vie est légèrement inférieure à celle des éprouvettes prélevées suivant la direction de fibrage (0°). Les auteurs attribuent cet abattement de durée de vie à la texture cristallographique. En effet, pour les éprouvettes prélevées perpendiculairement à la direction de fibrage, le plan basal de la phase α est orienté suivant la direction de cisaillement maximum, ce qui favorisait l'amorçage de fissure en fatigue selon ces auteurs.

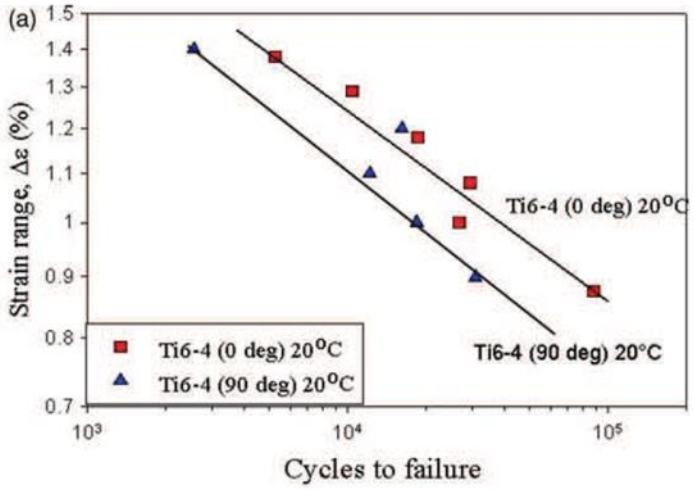


Figure 43 : Durée de vie en fatigue, R = 0 pour un alliage TA6V **[Evans, 2005]**.

Endommagement

En fonction de la microstructure, plusieurs mécanismes d'amorçage des fissures ont été observés : la formation de fissures à partir des bandes de glissement, la formation de fissures aux joints de grains ou la décohésion à l'interface matrice-précipité **[Kim, 2002]**. À partir d'une microstructure bi-modale nodulaire, à notre connaissance, seul l'amorçage de fissures à partir de bandes de glissement a été observé **[Duval, 2013], [Huang, 2011]**, **[Huang, 2011]**.

En fatigue la dispersion de durée de vie tend à augmenter lorsque le niveau de chargement diminue. Plusieurs observations rapportées dans la littérature montrent que la diminution du niveau de chargement s'accompagne parfois d'une très faible augmentation de la durée de vie minimale (Figure 44.a). Ce phénomène a par exemple été observé dans le Ti-6246 **[Jha, 2003]** et dans le Ti 10-2-3 **[Jha, 2003]**(b). Jha et al. **[Jha, 2015]** interprètent cette dispersion comme étant la superposition de deux distributions de durée de vie liée à deux effets distincts. Le premier, en rouge sur la Figure 41.b, conduisant à une rupture plus rapide des éprouvettes, est appelé "life limiting". Dans ces conditions, la phase d'amorçage pourrait devenir négligeable devant la phase de propagation des fissures courtes puis longues **[Jha, 2016]**. Cependant, certaines études semblent montrer que les deux mécanismes sont gouvernés par la phase d'amorçage **[Ravi Chandran, 2010], [Santhosh, 2014], [Santhosh, 2015]**.

Si les conditions d'apparition de cet effet ne sont pas réunies, c'est le second mécanisme, "mean dominating" en bleu sur la Figure 44.b, qui conduira à la rupture de l'éprouvette. Dans la suite de ce manuscrit les mécanismes "life limiting" et "mean dominating" seront traduit par "effet limitant" et "configuration moyenne".

Bien que la nature des mécanismes mis en jeu pour expliquer ces effets soit encore aujourd'hui discutée dans la littérature, les premières hypothèses ont été basées sur la localisation de configurations néfastes en fatigue. En effet, les durées de vie les plus courtes sont systématiquement associées à un amorçage surfacique alors que les grandes durées de vie sont plutôt associées à un amorçage subsurfacique **[Ravi Chandran, 2005], [Jha, 2009], [Chan, 2010], [Ravi Chandran, 2010]**.

Nous citerons comme exemple les observations réalisées par Ravi Chandran et al. **[Ravi Chandran, 2010]**. Selon les auteurs, les fissures ne s'amorcent que sur des clusters de nodules primaires. L'effet limitant serait la présence d'un cluster en surface. La phase

d'amorçage serait équivalente pour les clusters en surface et à cœur, mais la vitesse de propagation des fissures à l'intérieur de l'éprouvette, donc sous vide, serait très faible devant la vitesse de propagation en surface. Cette différence de vitesse de propagation conduirait à la différence de durée de vie observée.

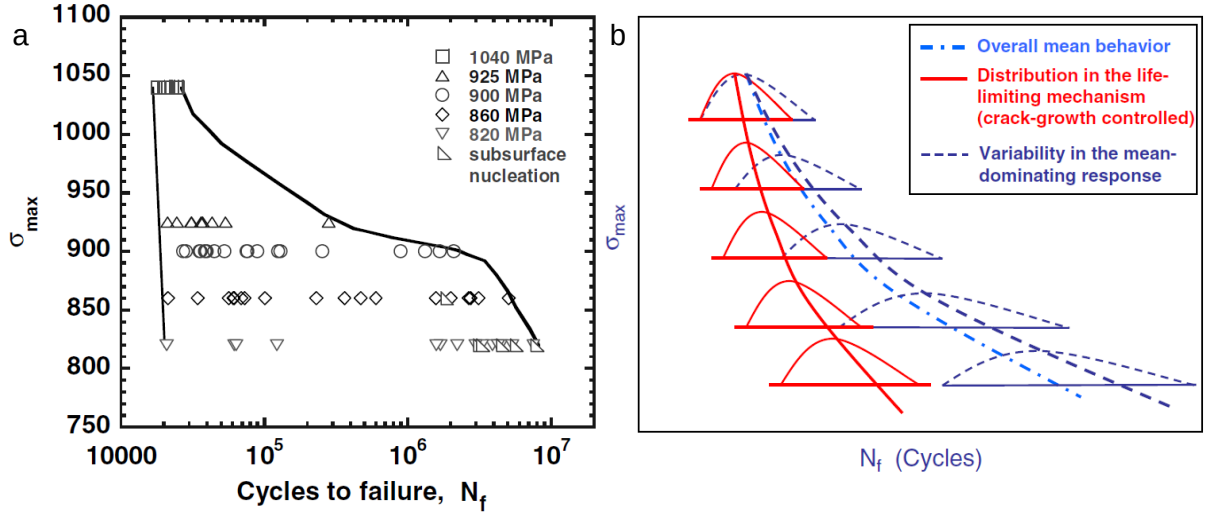


Figure 44 : (a) Durée de vie en fonction de l'amplitude de chargement pour un alliage Ti-6246 **[Jha, 2003]**. *(b) Schématisation de la variabilité de durée de vie en fonction du niveau de chargement* **[Jha, 2015]**.

Les travaux les plus récents tendent à montrer que pour les durées de vies élevées, les deux types d'amorçage, surfacique et subsurfacique, cohabitent **[Jha, 2015], [Santhosh, 2014]**, **[Santhosh, 2015]**. D'après Santhosh et al. **[Santhosh, 2014]**, **[Santhosh, 2015]**, l'existence d'un effet limitant est liée à la présence de zones de déplétion ou PFZ (Precipitate Free Zones) autours des nodules primaires. Les auteurs montrent qu'un vieillissement en deux étages conduit à un raffinement de la précipitation α et surtout à une quasi-disparition de ces zones de déplétion. La disparition de ces zones de déplétion serait à l'origine de la forte augmentation de durée de vie observée (Figure 45).

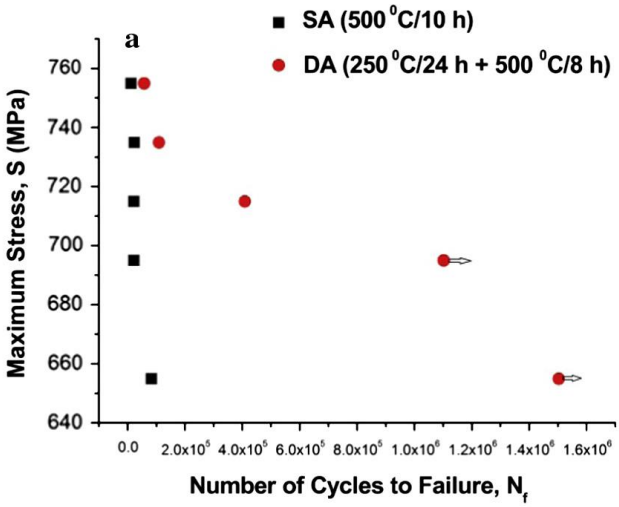


Figure 45 : Durée de vie en fatigue (Tamb, f =15Hz) pour un alliage Ti 15V-3Cr-3Al avec vieillissement Simple Aging = 500°C/10h et Double Aging = 250°C/24h + 500°C/8h **[Santhosh, 2015]**

Suite à de nombreux travaux **[Jha, 2003], [Ravi Chandran, 2005], [Jha, 2003], [Jha, 2009], [Hutson, 2014]**, plusieurs configurations néfastes pouvant provoquer un effet limitant sur les alliages α + β ont été décrites par Jha et al. **[Jha, 2015]**. Celles-ci sont présentées sur la Figure 46. Toutes ces conditions sont liées à l'orientation de la phase α et en particulier l'orientation du plan basal par rapport à la direction de sollicitation. La configuration la moins néfaste, un nodule isolé orienté favorablement pour du glissement basal, est aussi celle dont l'apparition au cours des étapes de fabrication est la plus probable. La configuration la plus néfaste, un nodule ou une colonie de lamelles favorablement orienté pour du glissement basal et au moins deux niveaux de voisin qui possèdent un plan basal aligné, est également celle dont la probabilité d'apparition est la plus faible. Ces résultats laissent présager d'un éventuel effet d'échelle, car plus le volume de matière sollicité sera important, plus la probabilité de rencontrer une configuration néfaste est importante. Cependant, à notre connaissance, un tel effet n'a pas encore été mis en évidence.

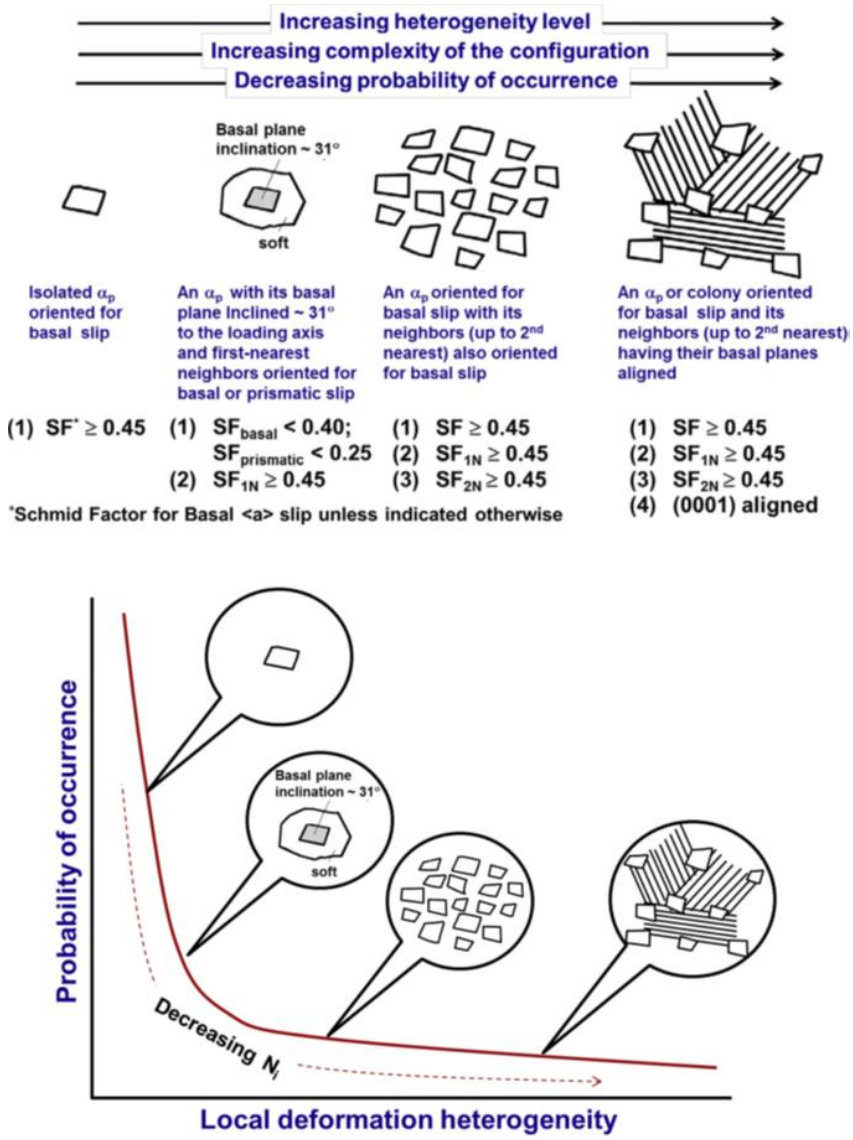


Figure 46 : Description des configurations microstructurales délétères pour la durée de vie en fatigue d'un alliage bi-modale **[Jha, 2015]**.

À une échelle supérieure, l'organisation spatiale de centaines voire de milliers de nodules, constituant des macrozones (Figure 47) dont les textures cristallographiques peuvent être marquées est également bien identifiée comme source d'hétérogénéité de comportement et de points bas en durée de vie **[Le Biavant, 2002], [Germain, 2005], [Bridier, 2006], [Bantounas, 2007], [Bantounas, 2009]**. Selon ces auteurs, la présence de macrozones dont l'orientation de l'axe <c> est proche de l'axe de sollicitation semble favoriser l'amorçage de fissure. Cette orientation correspond à l'orientation la plus rigide pour la phase α. La morphologie de ces zones ainsi que leur voisinage semblent également jouer un rôle dans l'amorçage et la propagation de fissure **[Bridier, 2006]**. En fatigue dwell, l'amorçage de fissure semble favorisé lorsque l'orientation de l'axe <c> est décalée d'environ 30° de l'axe de sollicitation **[Uta, 2009]**.

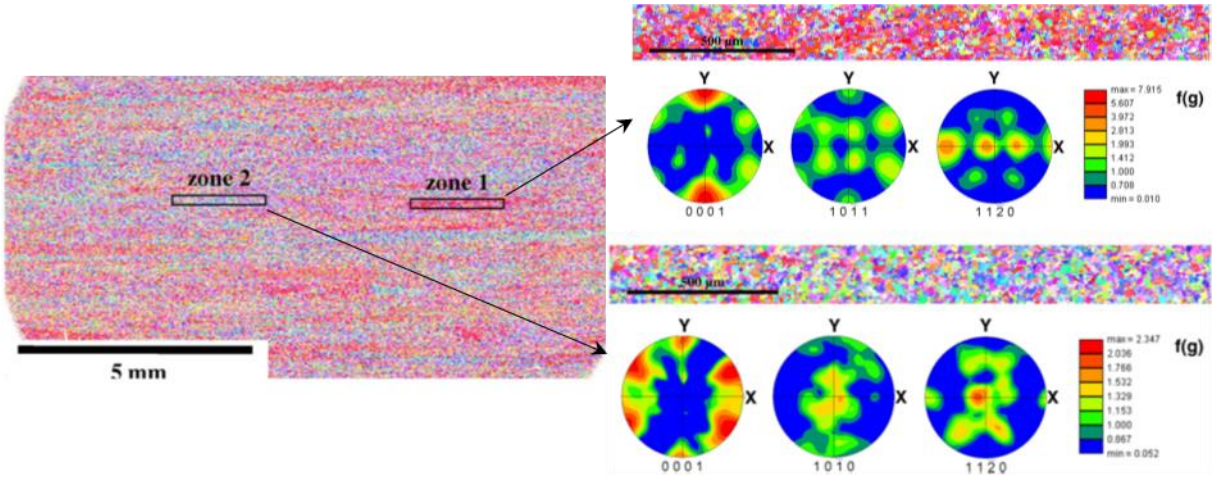


Figure 47 : Mise en évidence de macrozones pour un alliage de TA6V forgé **[Bridier, 2008]**.

La présence de colonies de lamelles α dont l'orientation cristallographique est très proche de part et d'autre d'un joint de grains β, qui forme une hétérogénéité microstructurale sous forme de "plume", semble également favoriser l'amorçage de fissure en fatigue dwell **[Von Thüngen, 2016]**. Les macrozones ou "plumes" sont généralement associées à la présence de facettes de quasi-clivage sur les faciès de rupture.

Les observations présentées dans cette partie, montrent clairement que l'orientation cristallographique et la configuration locale de la précipitation α pilotent l'amorçage de fissures en fatigue. Les configurations où l'orientation cristallographique de la phase α est favorable au glissement suivant le plan basal apparaissent comme étant les plus délétères pour la durée de vie en fatigue. Or, Duval **[Duval, 2013]** a montré, que des configurations parfois très favorablement orientées pour activer du glissement et par extension, amorcer des fissures, ne présentent aucune trace de déformation plastique et ce, parce que l'orientation de la matrice β n'est pas favorable à la déformation.

L'auteur a réalisé un essai de fatigue interrompu sur du Ti-5553 de microstructure bimodale nodulaire. Sur cet essai, il a constaté du multi amorçage de fissure dans un unique grain orienté suivant une direction proche de la direction <101> (Figure 48). De plus, contrairement à ce qui a été observé sur les alliages α+β, toutes les fissures détaillées ont amorcé sur des bandes de glissement associées au système de glissement prismatique.

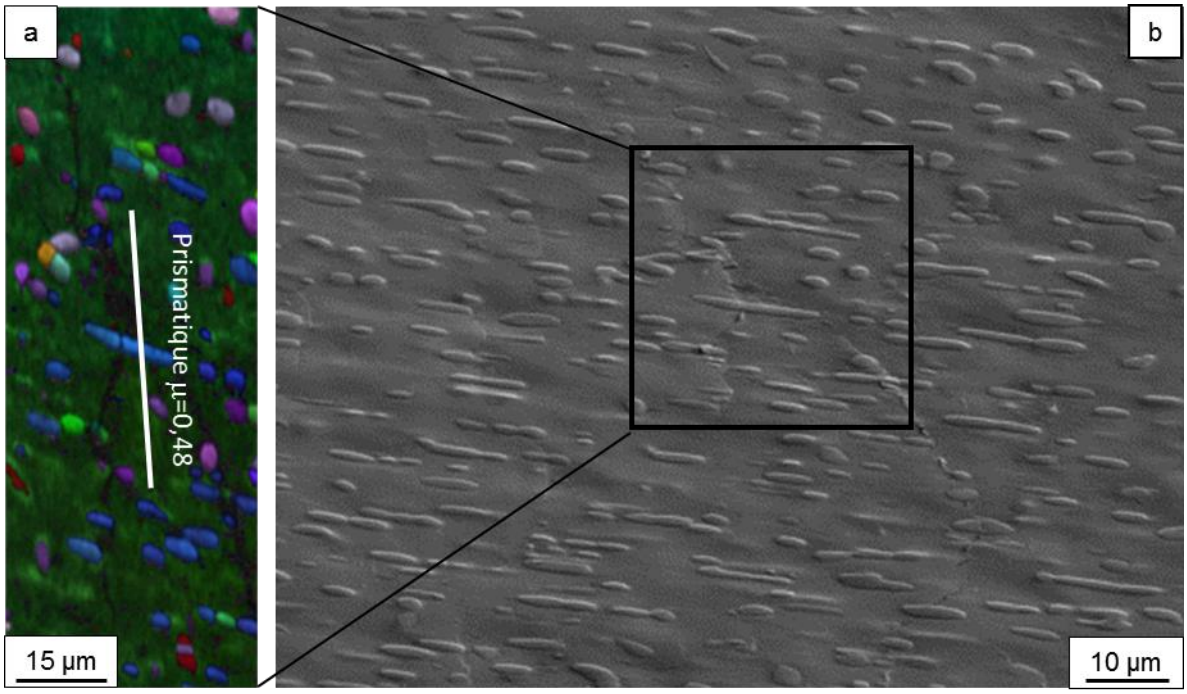


Figure 48 : (a) cartographie EBSD des phases α et β dans une zone d'amorçage de fissure en fatigue; (b) Image MEB de la zone.

Le nombre d'essais et d'observation de cette nature n'étant pas suffisant T. Duval identifie ce point comme perspective de travail. La compréhension des mécanismes d'amorçage de fissures en fatigue sur du Ti-5553, nécessitera donc une étude multi-échelles avec prise en compte à la fois de l'anisotropie d'origine cristallographique des phases α et β et de la morphologie de la précipitation α.

I.5. Synthèse

Au cours de ce chapitre, un aperçu des différentes phases pouvant apparaître dans les alliages de titane a été proposé. Nous avons montré que les propriétés en élasticité et en plasticité de la phase α sont bien documentées, même si certains points sont toujours sujets à discussion. Une importante dispersion des propriétés élastiques de la phase β a été montrée par une synthèse des données de la bibliographie, la plus exhaustive possible. D'autre part, l'impact de la phase ω_{ath} sur les propriétés mécaniques de la phase β trempé est toujours mal connu.

Nous avons montré que la contribution de la microstructure aux propriétés mécaniques est de premier ordre. La présence de textures morphologiques et cristallographiques peut avoir un effet significatif voire majeur. Les mécanismes de déformation et d'endommagement d'une microstructure bimodale nodulaire, qui représente le meilleur compromis résistance ductilité, ont été décrits. L'amorçage de fissure en fatigue est liée à l'orientation cristallographique de la précipitation α, les configurations favorisant le glissement suivant le plan basal étant généralement identifiées comme les plus délétères pour la durée de vie en fatigue. Pour les alliages β-métastable, l'activation du glissement dans la précipitation α semble être influencée par l'orientation cristallographique de la matrice β.

Un élément qui ressort de ce bilan est qu'il est nécessaire d'étudier précisément les caractéristiques élastiques du Ti-5553 puisque chaque grain β, souvent de grande taille, constitue un ensemble microstructural pouvant conduire la phase α intragranulaire à se déformer plus ou moins tôt. Étant données les interactions fortes entre les phases, il sera utile d'isoler les phases α et β grâce à des microstructures modèles. Dans le but de caractériser les propriétés de la phase β des microstructures composées essentiellement de phase β peuvent être obtenues par trempe. Il faudra toutefois veiller à ne pas négliger l'influence de la phase ω_{ath}. Des microstructures avec différents taux de précipitation α permettront d'étudier les interactions entre les phases α et β.

Dans un deuxième temps, les résultats établis en élasticité permettront d'étudier la contribution de la phase β à l'anisotropie de propriétés du Ti-5553 dans une configuration industrielle. En particulier, l'influence de l'anisotropie de la phase β sur l'amorçage de fissures en fatigue sera étudiée.

CHAPITRE II. CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX - TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES ET NUMÉRIQUES.

Les deux objectifs majeurs de ce travail de thèse dégagés lors de l'étude bibliographique, sont la caractérisation des propriétés élastiques, notamment celles de la phase cubique β, et l'étude de l'influence des propriétés élastiques de la phase β sur la durée de vie en fatigue du Ti-5553.

Comme nous le montrerons dans la première partie de ce chapitre, la microstructure utilisée industriellement pour ce type d'alliage fait intervenir des couplages multi-échelles complexes. Pour cela, des microstructures modèles obtenues en laboratoire afin de découpler l'effet des différentes phases seront caractérisées. En particulier, les différentes textures associées à la phase β seront étudiées selon des directions de prélèvement ciblées.

Les techniques expérimentales utilisées afin de caractériser ces microstructures seront décrites dans la seconde partie de ce chapitre. Un des aspects originaux de ce travail, réside dans le couplage entre des essais de caractérisation des propriétés élastiques par une méthode de résonance dynamique, et la caractérisation, par la technique EBSD, de l'orientation cristallographique de la phase β sur l'ensemble des éprouvettes testées. Les résultats seront comparés aux résultats établis à partir d'essais mécaniques plus conventionnels sous sollicitations monotone ou cyclique.

Le lien entre les différentes textures cristallographiques locales et le comportement élastique des éprouvettes sera établi par une approche numérique qui sera présentée dans la dernière partie de ce chapitre.

II.1. Caractérisation des matériaux de l'étude

Les différentes microstructures étudiées dans la suite du manuscrit seront caractérisées en détail dans cette partie. Afin de souligner le caractère complexe de la microstructure industrielle, nous caractériserons dans un premier temps un disque de matière forgée fourni par Safran Landing Systems. Au cours de l'étude bibliographique nous avons montré que les propriétés mécaniques de la phase β étaient mal connues. C'est pourquoi, dans un second temps, nous caractériserons différentes microstructures modèles réalisées en laboratoire et soigneusement choisies afin d'étudier plus spécifiquement les propriétés de cette phase β. Pour finir, des microstructures établies sur de la matière forgée avec différent taux de phase α seront caractérisées afin de comprendre l'influence de la précipitation α sur les caractéristiques mécaniques du matériau biphasé α+β.

II.1.a. Etude de la microstructure industrielle

Le Ti-5553 dans une configuration industrielle sera étudié à partir d'un disque de Ti-5553 de 100 mm de hauteur pour 330 mm de diamètre prélevé dans une pièce forgée (Figure 49). Les compositions chimiques nominale et réelle mesurées par EDS sont données dans le tableau 1. Le terme MI pour Microstructure Industrielle, renverra à cette microstructure dans la suite du manuscrit. Afin de décrire la microstructure de manière exhaustive, la caractérisation du disque sera effectuée de l'échelle macroscopique, celle des grains β millimétriques, à l'échelle microscopique, celle de la précipitation des lamelles secondaires α_s submicrométriques.

Figure 49 : Photographie du disque MI à l'état de réception.

Tableau 10 : composition chimique de la matière MI (% massique)

Elément	Al	Mo	V	Cr	Ti
Nominale	5	5	5	3	Bal
Réelle	4,91	5,22	4,95	2,7	Bal

Echelle des grains β : fibrage

Comme nous l'avons montré dans le premier chapitre, la présence de fibrage peut impacter significativement les caractéristiques mécaniques **[Manda, 2015]**. Or, compte tenu de la taille des grains β allongés qui constituent ce fibrage, sa caractérisation

nécessite un volume important de matière. La zone correspondant à la pièce finie après usinage, est une couronne de quelques centimètres d'épaisseur (Figure 50.a). Analyser précisément le fibrage dans cette zone réduite en épaisseur nécessiterait en toute rigueur des caractérisations sur une grande hauteur, matière dont nous ne disposons pas. De façon à étudier le fibrage à partir d'une grande surface, la caractérisation de la microstructure industrielle a été effectuée sur l'ensemble du disque. La périphérie de la pièce dont nous disposons (3cm d'épaisseur) a été éliminée de l'analyse pour exclure notamment les effets d'oxydation.

Les macrographies et micrographies présentées dans la suite de ce chapitre ont été obtenues à partir de coupes tangentielle et radiale (A et B sur la Figure 50.a). La coupe tangentielle représente environ un huitième de la surface du disque, ce que nous avons considéré comme suffisant pour détecter des éventuelles hétérogénéités à l'échelle du disque.

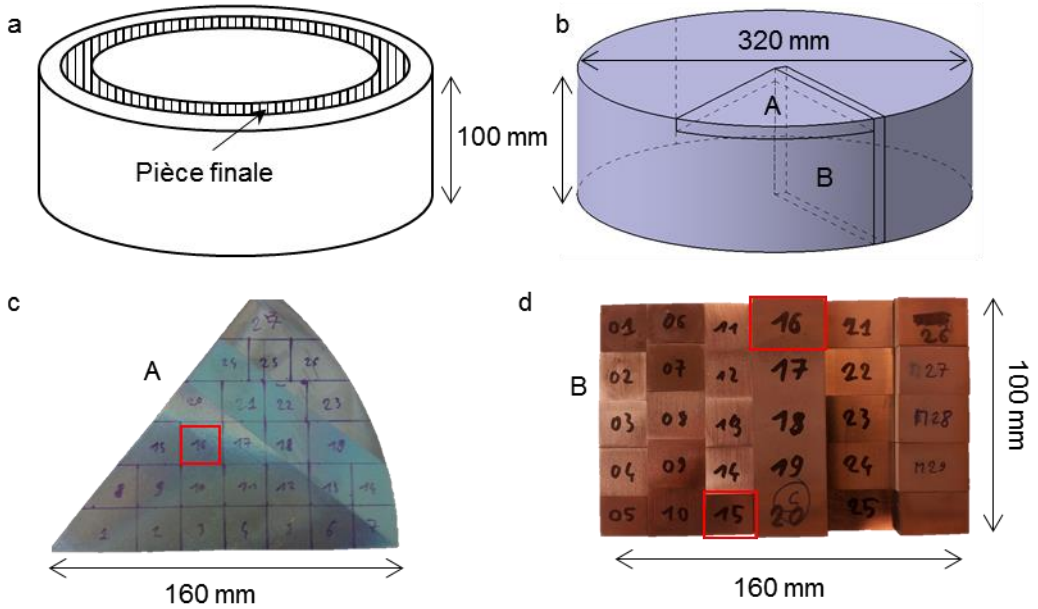


Figure 50 : (a) Schéma de principe du positionnement de la pièce fonctionnelle au sein du bloc forgé (b) Schéma de prélèvement des coupes transverse (A) et radiale (B); (c) Coupe transverse avec plan de découpe des échantillons. (d) Coupe radiale avec plan de découpe des échantillons.

La microstructure est globalement très homogène dans tout le volume du disque. Les analyses des différentes micrographies et cartographie EBSD réalisées sont présentées en annexe II, une synthèse des résultats obtenus est présentée ici. Un exemple de la microstructure à l'échelle des grains β, est donné sur la Figure 51. Les micrographies des échantillons prélevés sur la coupe transverse (A) sont toutes similaires à celle présentée sur la Figure 51.a, alors que les échantillons prélevés dans la coupe radiale (B) montrent que la direction d'allongement des grains peut varier en fonction de la localisation dans le disque. L'angle de fibrage varie globalement de 0° (Figure 51.b) à un maximum de 23° (Figure 51.c).

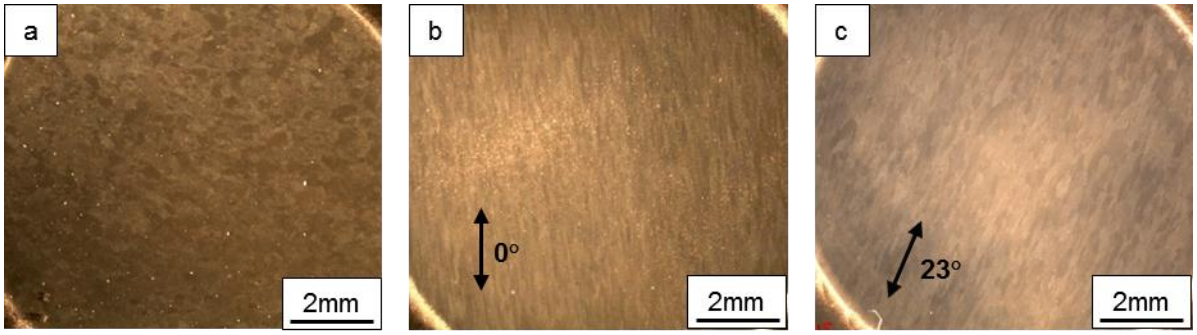


Figure 51 : (a) Macrographie de l'échantillon 11 de la coupe transverse (A). (b) Macrographie de l'échantillon 16 de la coupe radiale (B). (c) Macrographie de l'échantillon 15 de la coupe radiale (B).

Le fibrage étant marqué, la forme semi-elliptique des grains β sera décrite en utilisant les dimensions suivant le grand axe, le petit axe et le facteur de forme qui est défini comme le ratio petit axe/grand axe. La distribution du grand axe des grains est présentée sur la Figure 52.a, sur la Figure 52.b est présentée la distribution du facteur de forme. La taille des grains β varie de quelques centaines de microns à plusieurs millimètres, la taille moyenne est d'environ 400 µm. Le facteur de forme varie de 0.1 à 0.8 avec une valeur moyenne d'environ 0.2.

Ces distributions ont été établies à partir des données obtenues par la technique EBSD. Comme cela sera décrit plus loin dans le manuscrit, réaliser des cartographies EBSD de très grande taille et en grande quantité a conduit à faire des compromis notamment en terme de résolution spatiale (pas de mesure) pour limiter le temps total des analyses. Par conséquent, des traitements numériques des cartographies ont dus être appliqués générant artificiellement de petits grains qui affectent les deux premières piles de l'histogramme de la Figure 52.a. C'est pourquoi la dimension moyenne réelle des grains est probablement supérieure à la dimension calculée à partir de l'ensemble des données EBSD.

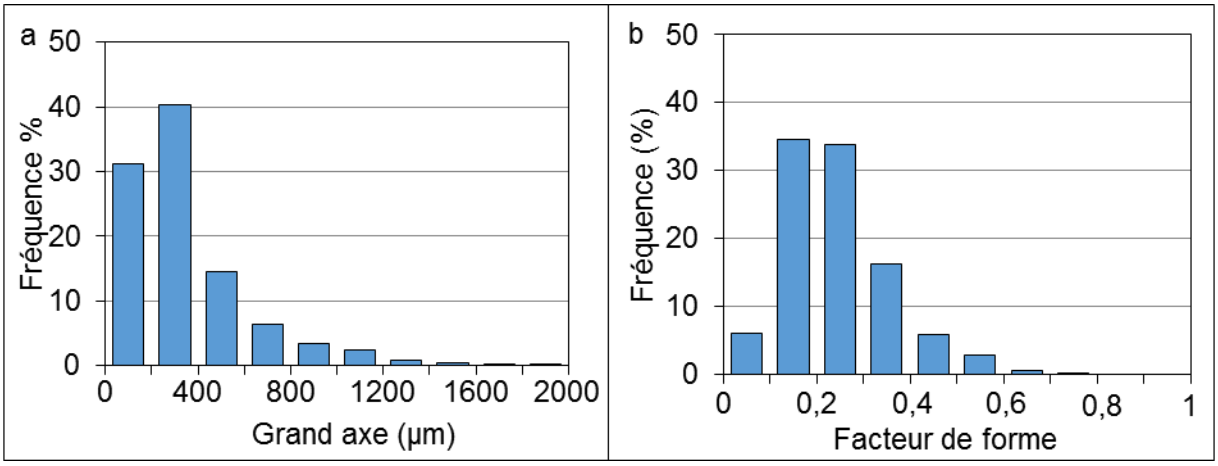


Figure 52 (a) Taille du grand axe des grains β. (b) Facteur de forme des grains β.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, la présence d'une texture morphologique peut impacter significativement les propriétés mécaniques, notamment la ductilité en traction **[Lutjering, 2007], [Duval, 2013]**. Afin d'évaluer un éventuel impact de la variation de direction de fibrage sur certaines propriétés, nous avons défini 2 jeux de directions de prélèvement distincts. Ceux-ci sont présentés sur la Figure 53. Les directions d'indice "g" sont associées à la "géométrie" de la pièce finie. La direction longue "Lg" est

colinéaire à l'axe du disque, la direction radiale "Rg" est toujours colinéaire au rayon disque et la direction trangentielle "Tg" orthogonale au deux autres. Les directions d'indice "m" sont associées à la "microstructure" à l'échelle des grains β. La direction "Lm" est toujours la direction du fibrage dans le plan de coupe, et les directions "Rm" et "Tm" sont orthogonales entre elles et choisies pour être les plus proches possible des directions "Rg" et "Tg". L'angle de fibrage est alors défini entre les directions Lm et Lg. Il varie de 0 à 23° au maximum sur la zone étudiée du disque.

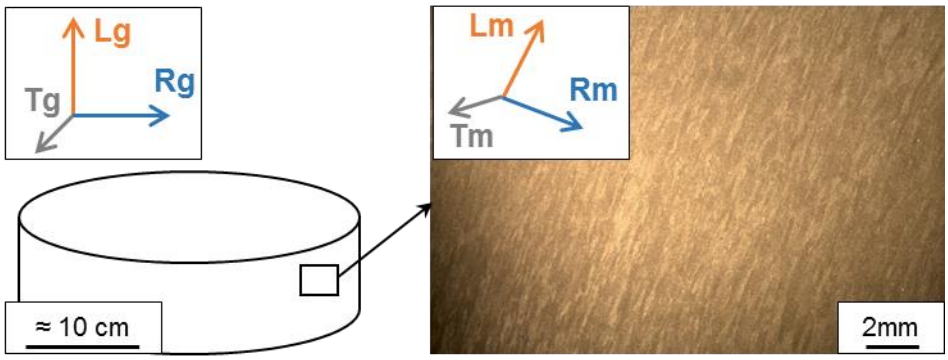


Figure 53 : Définition des 3 directions "géométriques", Lg, Rg et Tg et des 3 directions "microstructures", Lm, Rm et Tm.

Echelle des grains β : texture cristallographique

L'évolution de la direction du fibrage dans le disque peut potentiellement s'accompagner d'une évolution de la texture cristallographique. Celle-ci sera étudiée en utilisant la technique EBSD. Les paramètres choisis pour la cartographie, seront explicités dans la partie II.2.d consacrée aux techniques expérimentales. Sur la Figure 54, sont présentés les résultats sur trois échantillons représentatifs de l'ensemble des résultats. Ceux-ci ont été prélevés, dans le plan Lg - Rg, en haut, à mi-hauteur et en bas du disque. Les dimensions des cartographies sont de 15 millimètres suivant Rg pour 3 millimètres suivant Lg avec un pas de 5 µm. Le codage couleur de l'orientation cristallographique est effectué dans le repère géométrique, associé à l'axe macroscopique du disque. Les indices de textures ont été calculés et les figures de pôles {001} pour chaque éprouvette sont représentées sur cette même figure.

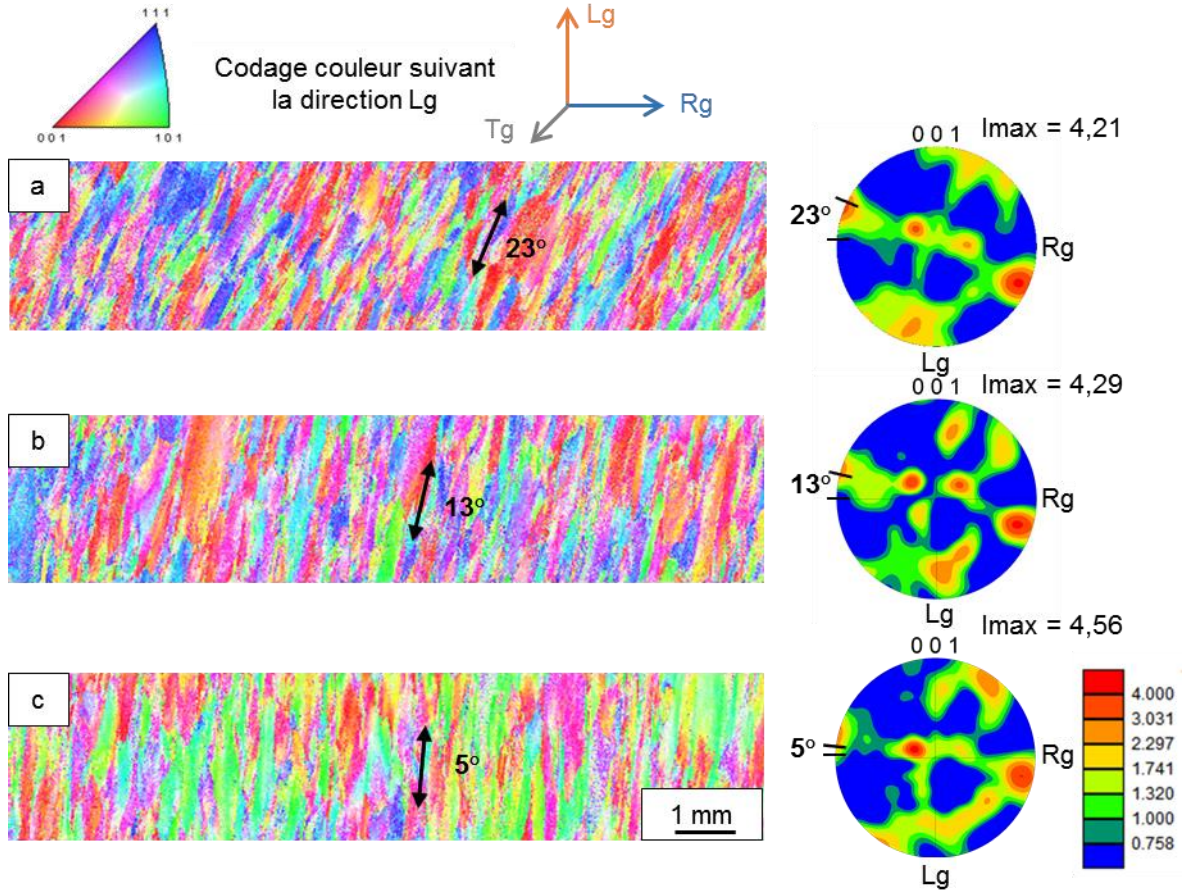


Figure 54 : Cartographie EBSD de la phase β avec un pas 5 µm et figure de pôles {001} de : (a) échantillon 16; (b) échantillon 18; (c) échantillon 20 de la coupe radiale (B) de la Figure 50.b. Imax représente l'indice de texture

L'analyse de ces figures de pôles conduit à trois constats. Le premier est que la nature des textures mesurées en haut, à mi-hauteur et en bas du disque est similaire. Le second est que l'intensité de la texture est du même ordre de grandeur comme en attestent les valeurs d'indice de texture très proches. Le troisième point est que la rotation des figures de pôles autour de la direction Tg semble de même ordre de grandeur que l'angle de fibrage reporté sur la cette figure pour chaque zone. Pour s'en persuader, une rotation des données cristallographiques pour chaque niveau a été appliquée en prenant en compte l'angle de fibrage. La Figure 55 qui reporte le résultat montre clairement la similitude de texture cristallographique associée aux directions Lm, Rm et Tm entre les zones de prélèvement.

Une autre façon de de représenter les textures est de projeter les valeurs de la fonction de distribution d'orientation, sur le triangle standard de la phase cubique, sous la forme de figures de pôle inverses. La Figure 56 ci-dessous présente ces figures pour les échantillons dont les cartographies EBSD de la phase β sont présentées sur la Figure 54. Ce type de représentation permet de visualiser directement sur un triangle standard quelle est la direction cristalline la plus représenté selon la direction géométrique de prélèvement des éprouvettes. Ainsi pour un prélèvement "en haut" du disque, la direction majeur sera <001>, à "mi-hauteur" elle sera proche de <112> et "en bas" proche de <102>.

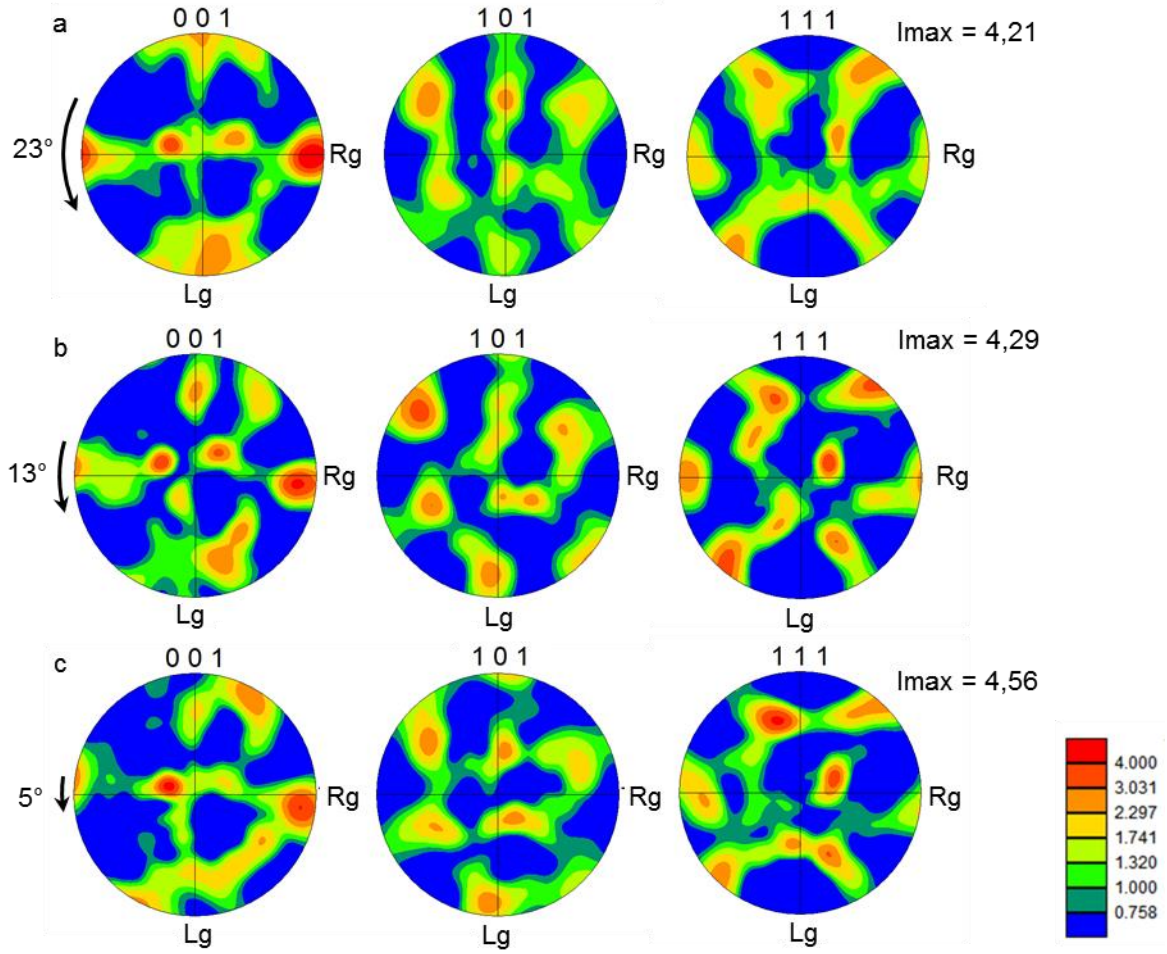


Figure 55 : Figures de pôles {001}, {101 et {111} établies à partir des données d'orientations cristallographiques issus des échantillons 16, 18 et 20 de la coupe radiale, (a) échantillon 16 avec rotation des données de 23°autour de l'axe Tg; (b) échantillon 18 avec rotation des données de 13°autour de l'axe Tg; (c) échantillon 20 avec rotation des données de 5°autour de l'axe Tg. Imax représente l'indice de texture maximum calculé pour chaque cartographie.

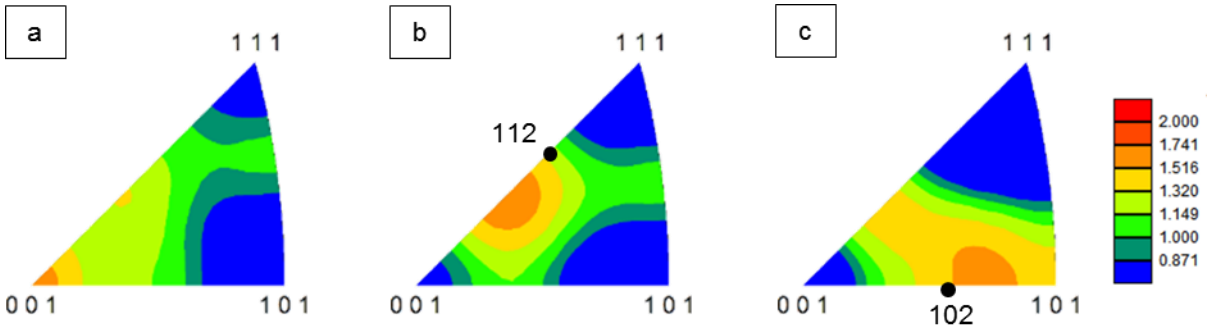


Figure 56 : Fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard de la phase cubique suivant la direction Lg; (a) échantillon 16; (b) échantillon 18; (c) échantillon 20 de la coupe radiale (B) de la Figure 50.b.

Dans une seconde étape, des prélèvements d'échantillons ont été effectués suivant les directions Lm, Rm et Tm associées au fibrage. Des cartographies de grande taille ont également été réalisées comme celles reportées sur la Figure 57, qui montre que la texture cristallographique associée à la phase β semble conservée sur l'ensemble du disque bien qu'une légère dispersion soie observable. Celle-ci est liée à la localisation du prélèvement de ces éprouvettes, la distance entre les éprouvettes étant volontairement importante.

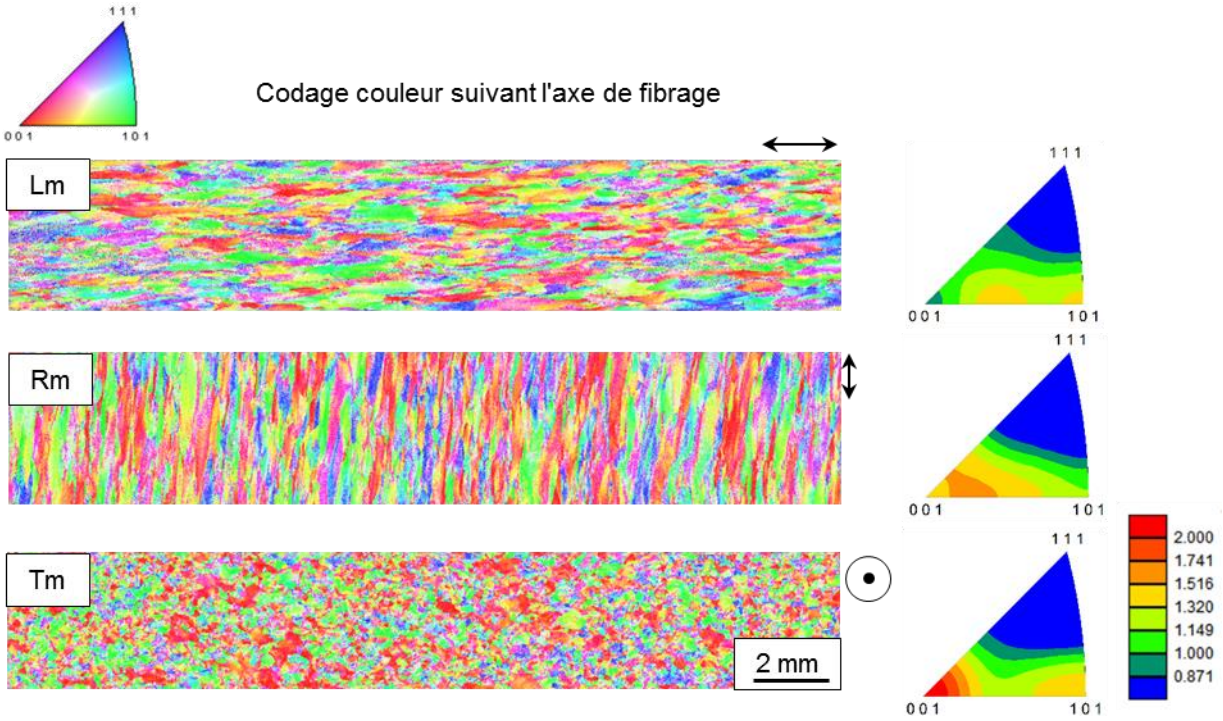


Figure 57 : Cartographie EBSD phase β, pas de 5 µm, et fonctions de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard, d'échantillons prélevés suivant les directions "Lm", "Rm" et "Tm".

La projection des données d'orientation cristallographique suivant l'axe des éprouvettes, permet de visualiser l'orientation des grains effectivement sollicités mécaniquement. Ces cartographies sont reportées sur la Figure 58. Comme on peut le voir sur cette figure, un échantillon prélevé suivant la direction "Lm" possédera une majorité de grains orientés dans des directions proches de <101> et <102>. Suivant la direction "Rm", la texture est légèrement plus marquée, avec une proportion plus importante de grains orientés suivant la direction <001> en rouge sur les cartographies EBSD. Suivant la direction "Tm" la texture est relativement peu marquée, avec une prédominance des grains orientés suivant une direction proche de <111> qui apparaissent en bleu sur les cartographies EBSD.

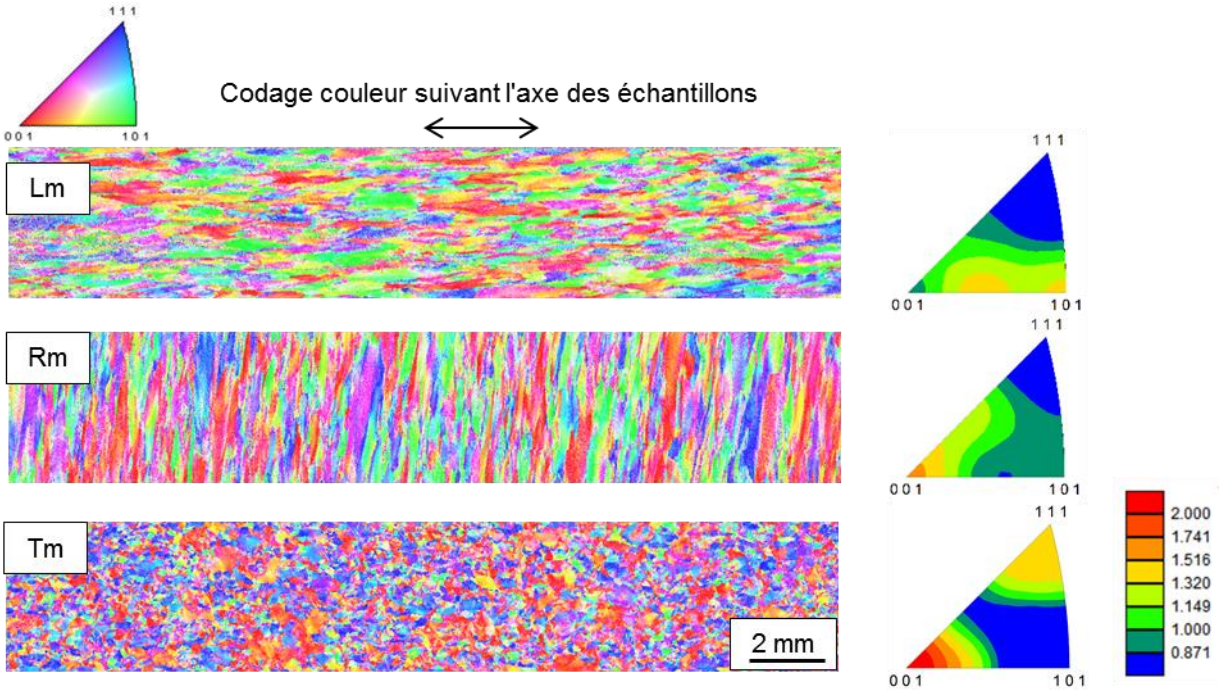


Figure 58 : Cartographie EBSD phase β, pas de 5 µm, et fonctions de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard, d'échantillons prélevés suivant les directions "Lm", "Rm" et "Tm".

Des cartographies effectuées à une échelle plus fine, 400x800 µm avec pas de 2 µm, montre l'effet des mécanismes de restauration décrits dans le chapitre I. Tous les grains macroscopiques sont composés de sous-grains faiblement désorientés par rapport à leurs voisins dont la taille moyenne est environ 10 µm (Figure 59). La désorientation entre deux sous grains dépasse rarement 1 à 2°, mais au sein d'un grain millimétrique, l'orientation globale peut varier de 30° au total.

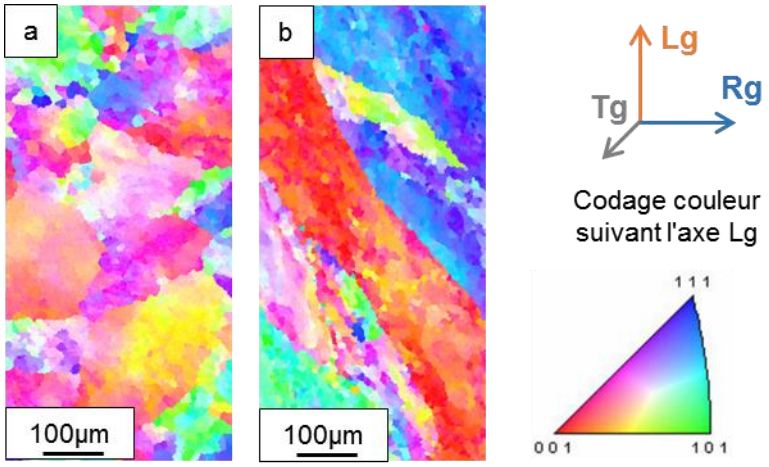


Figure 59 : Cartographies EBSD, 400×800 µm pas de 2 µm (a) dans une zone de petits grains; (b) dans une zone de gros grains.

Échelle de la précipitation α primaire : morphologie des nodules

La précipitation primaire α_p a été également caractérisée sur des échantillons prélevés sur la totalité de la coupe radiale excepté les zones correspondant au bord extérieur du disque. À l'échelle du disque la précipitation primaire est relativement homogène. À l'échelle du grain β des nuances sont à prendre en compte. Des exemples

typiques de micrographies réalisées par microscopie électronique à balayage à trois grandissements différents, sont présentés sur la Figure 60. On remarque que les nodules primaires ont une forme sphérique et que leur répartition spatiale est relativement homogène. Comme on peut le voir en comparant les zones situées de part et d'autre du grain souligné sur la Figure 60.a, localement, des hétérogénéités de distribution des précipités primaires apparaissent.

Sur cette figure, on peut remarquer également la présence de clusters de nodules qui ont été décrits dans le chapitre I comme étant une configuration pouvant favoriser l'amorçage de fissures. Il est également possible de remarquer la présence de liserés de phase α atteignant une dizaine de micromètres de longueur. Ces structures, comme celle soulignée en rouge sur la Figure 60.b, correspondent aux sous-grains observés sur les cartographies d'orientation de la phase β présentées sur la Figure 59. On peut voir que la fraction volumique associée à ces liserés est faible. Une estimation quantitative de cette fraction volumique des sous-joints de phase α est délicate, car seuls quelques liserés sont présents par image. De plus, décorréler le liseré des lamelles secondaires de grande taille et des nodules est difficile. Il est cependant possible d'estimer par analyse d'images, une borne supérieure de la fraction surfacique de liseré à environ 3%.

Le diamètre moyen des nodules primaires a été mesuré par analyse d'images grâce au logiciel Visilog©. La distribution de diamètre est présentée sur la Figure 61. Celle-ci a été établie à partir de zones d'études contenant plus de 10 000 nodules. La fraction surfacique associée aux nodules est estimée à 15,5%, les nodules étant sphériques, celle-ci pourra être considérée comme proche de la fraction volumique.

Les lamelles secondaires mesurent entre 100 nm et 1 µm de longueur pour quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur (Figure 60.c). Celles-ci sont fortement enchevêtrées ce qui rend difficile une analyse fiable de leur taille par analyse d'images. Néanmoins, il est possible de déterminer quantitativement une borne inférieure de la fraction surfacique de lamelles, celle-ci est de 30,5%.

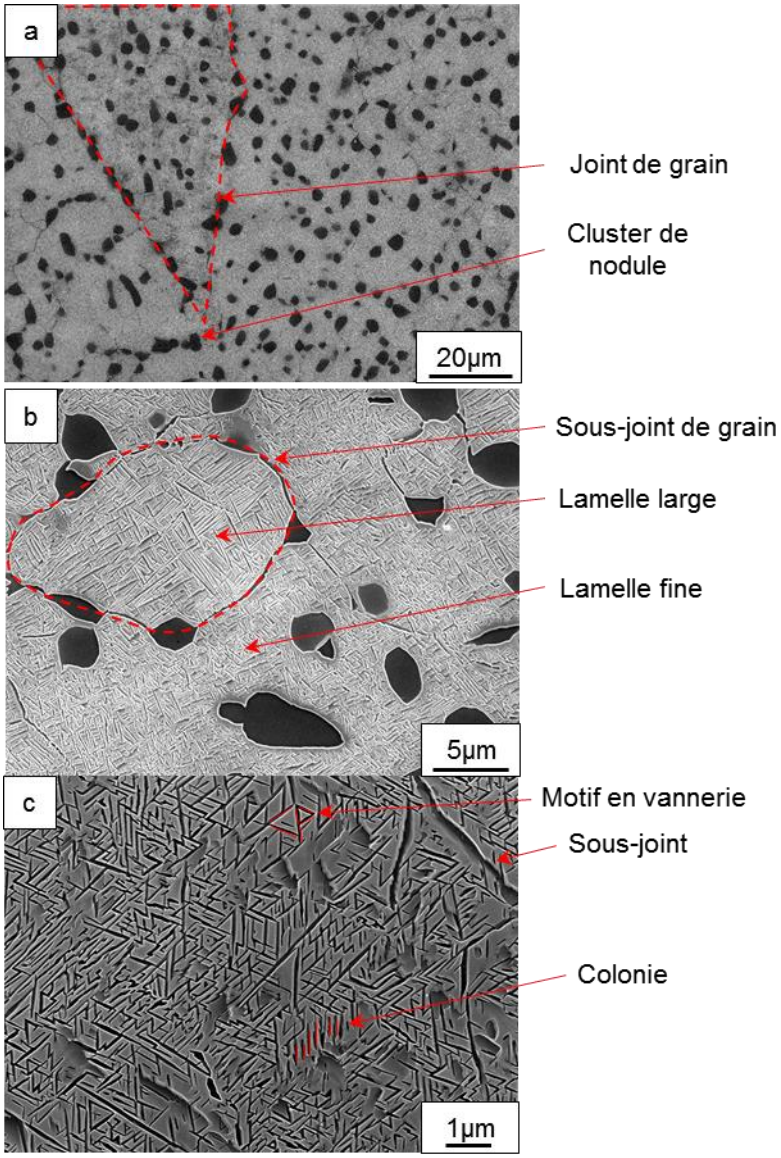


Figure 60 : (a) Micrographie MEB à l'échelle de la précipitation des nodules primaires; (b) Zoom sur un sous-grain; (c) micrographie MEB à l'échelle des lamelles secondaires.

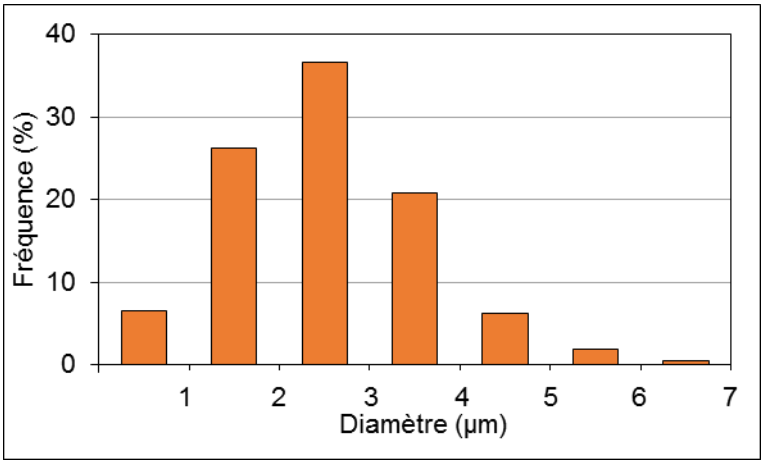


Figure 61 : Distribution du diamètre des nodules primaires dans la microstructure MI

Comme on peut le voir sur le Tableau 11, les données microstructurales établies sur la microstructure MI sont similaires aux valeurs issues de la bibliographie sur du Ti-5553 traité dans des conditions proches de celles appliquées à cette microstructure. Dans

la plupart des cas, la taille des lamelles secondaires est trop fine pour une estimation quantitative et statistique de sa morphologie.

Tableau 11 : Comparaison de la morphologie de la précipitation α avec les données issues de la littérature. La précipitation primaire comprend les nodules et les sous-joints de grains.

Précipitation		Primaire		Secondaire	
Référence	Traitement	Diamètre (µm)	Fraction	Dimension (µm)	Fraction
Présent travail	808°C/4h + 620°C/8h	2,7	18,5%	L : 0,1-2 e : 0,01-0,1	30%
[Duval_2013]	-	≈5	≈20%	L ≈ 2 e ≈ 0,3	≈40%
[Huang_2011]	821°C/3h+621°C/6h	2,7	18%	L 0,2 0,8 e 0,03 0,1	-
[Shekhar_2015]	800°C/4h	0,65	15,8%	-	-

Échelle de la précipitation α primaire : orientation cristallographique

La Figure 62 présente une cartographie EBSD de 40x80 µm, réalisée avec un pas de 0.1 µm, ce qui permet d'accéder précisément à l'orientation de la précipitation primaire. Les dimensions ont été choisies afin de décrire plus de 100 nodules par cartographie.

Une des cartographies réalisées sur l'échantillon 16 de la coupe radiale est présentée sur la Figure 62.a sur laquelle on peut observer la structure en sous joints. La cartographie de la Figure 62.b. reporte uniquement la phase β, on distingue clairement les variations locales d'orientation de sous-grain à sous-grain. La Figure 62.c. quant à elle reporte l'orientation de la phase α nodulaire. On repère aisément différentes orientation communes à un certain nombre de nodules.

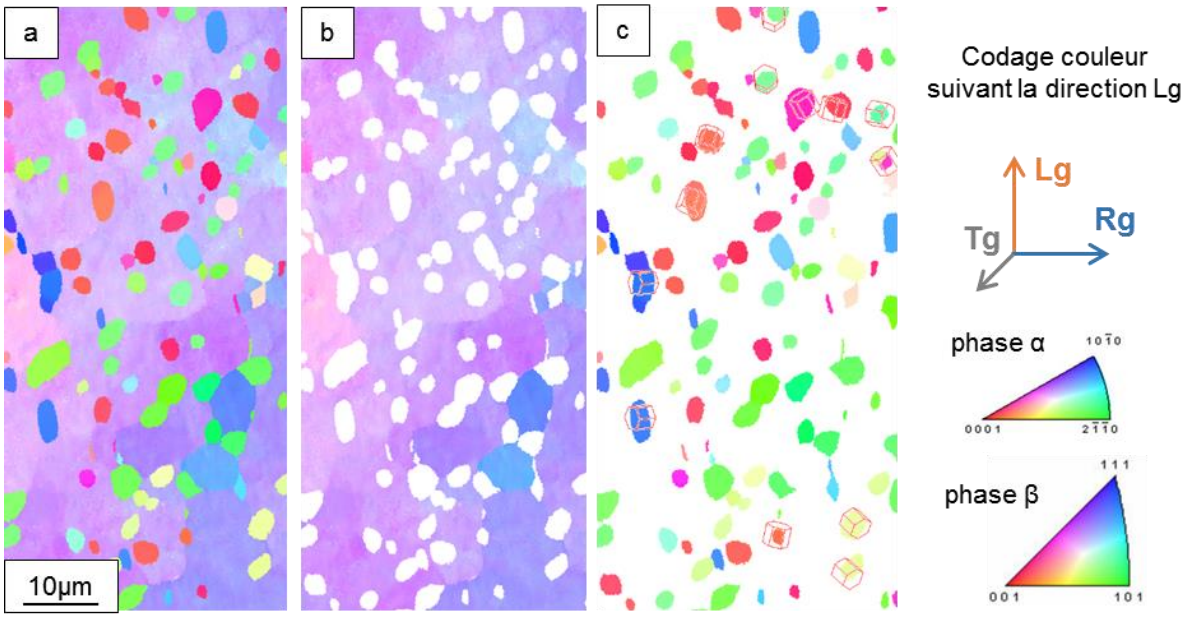


Figure 62 : (a) Cartographie EBSD des phases α et β d'un échantillon MI, pas 0.1 µm. (b) Cartographie d'orientation cristallographique de la phase β. (c) Cartographie d'orientation cristallographique des nodules primaires α_p.

Un total de 8 cartographies représentant 745 nodules a été étudié sur la microstructure industrielle. La Figure 63 illustre ces 8 zones.

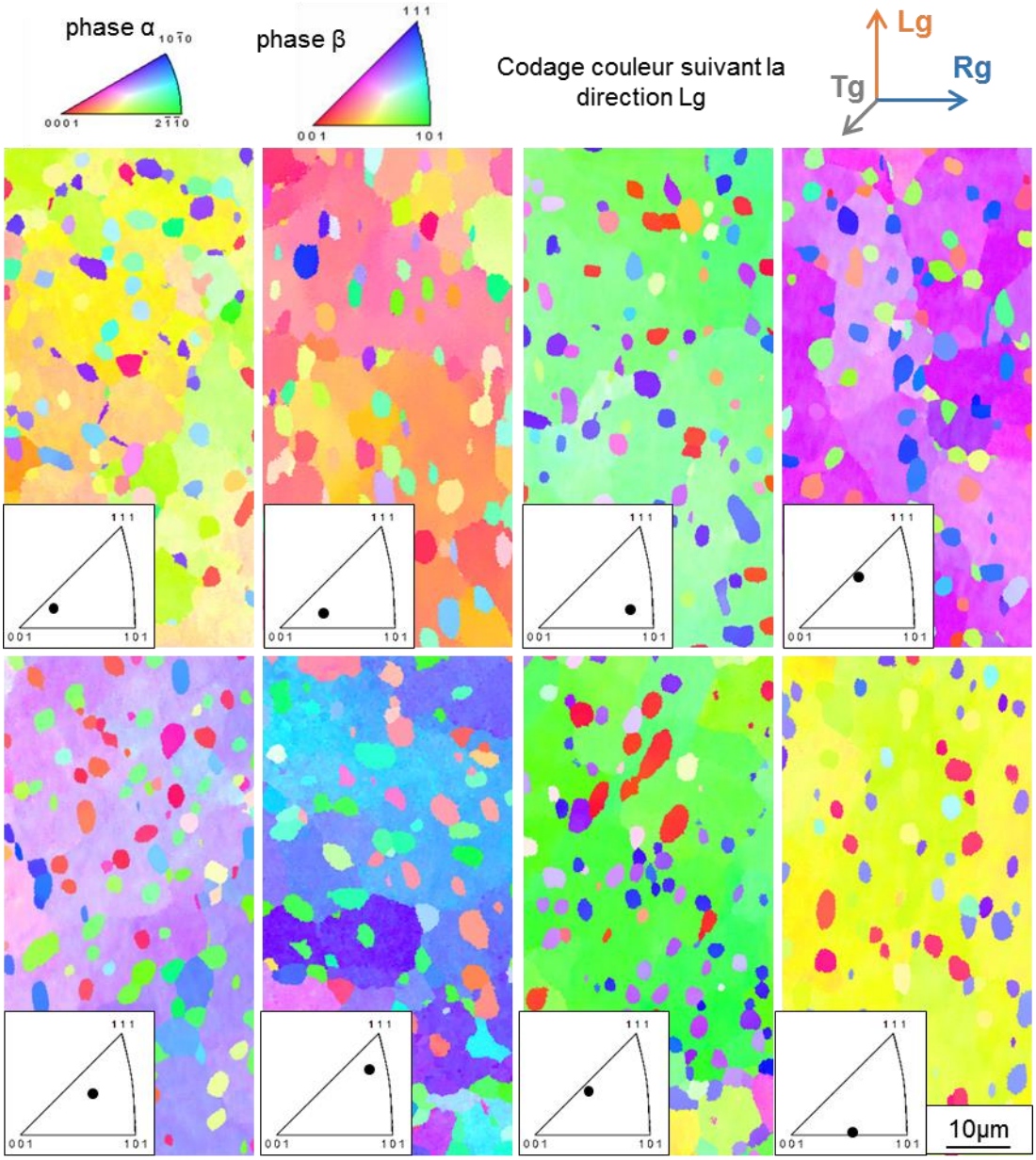


Figure 63 : Cartographie EBSD avec un pas de 0.1 µm de la matrice β et de la précipitation primaire α. Encart : orientation cristallographique moyenne de la matrice β.

L'orientation cristallographique des grains β et des nodules α a été représentée sur les figures de pôle inverses codées selon la direction Lg qui serait la direction de chargement mécanique (Figure 64.a et Figure 64.b). Sur ces figures, l'orientation cristallographique est moyennée pour chaque élément grain β ou nodule α. Trois distributions d'orientations différentes semblent émerger. Lorsque la matrice est orientée vers des directions de bas module d'Young, en rouge sur la Figure 64, les nodules primaires sont orientés en majorité dans des directions proches du plan de base. Lorsque la matrice est orientée suivant des directions de module d'Young intermédiaire, en vert sur la Figure 64, les orientations majeures des nodules sont le plan de base, la direction $< 10\bar{1}0 >$ et une direction proche de la direction $< 2\bar{1}\bar{1}0 >$. Pour une matrice orientée suivant les directions

de module d'Young élevés, en bleu sur la Figure 64, les nodules sont orientés en majorité suivant des directions < $2\bar{1}\bar{1}0$ > ou suivant le plan de base.

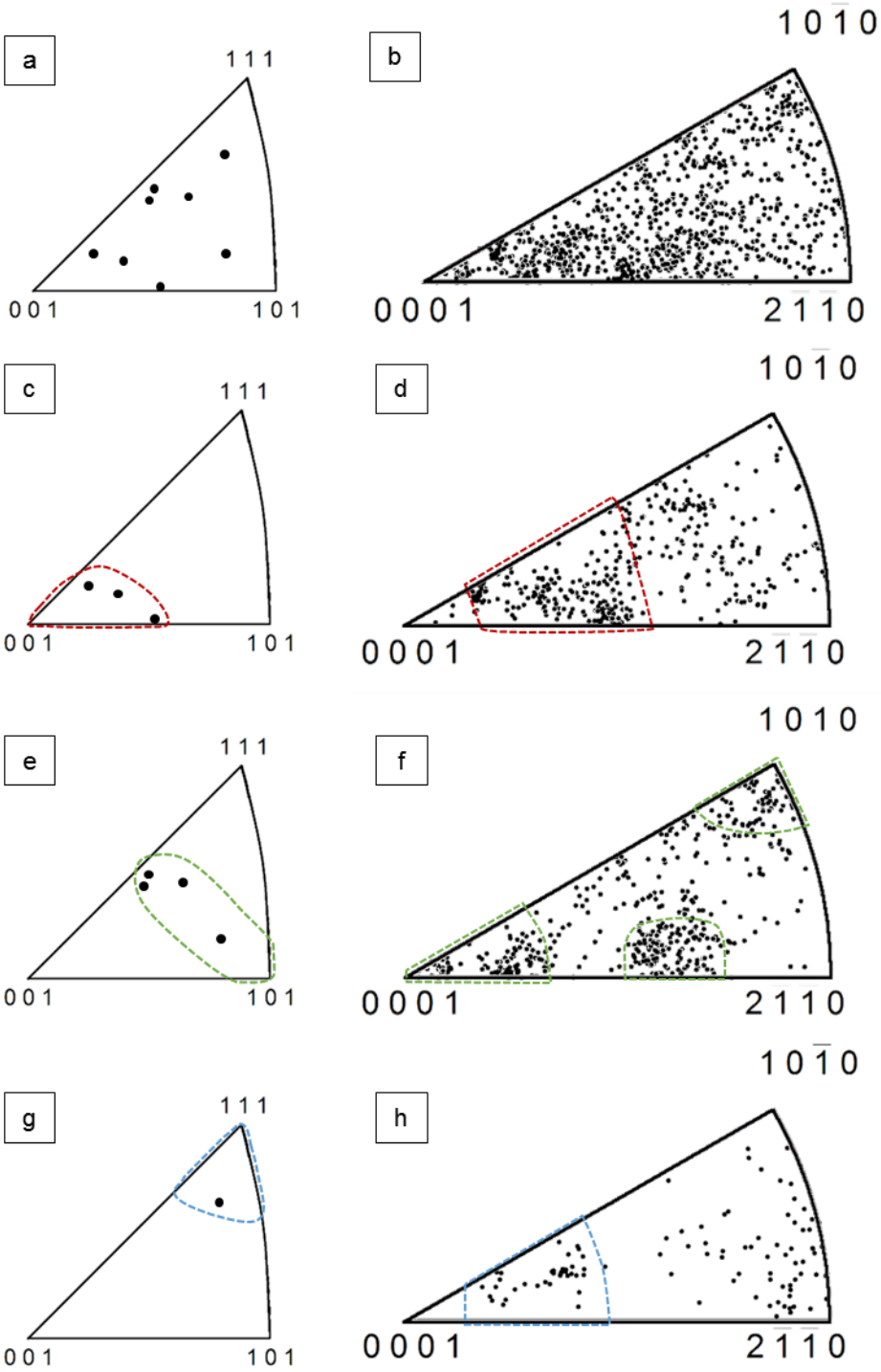


Figure 64 : (a, c, e et g) Orientation cristallographique de la matrice β projetée sur une figure de pôle inverse; (b, d, f et h) Orientation cristallographique des nodules α projetée sur ne figure de pôle inverse. Les figures de pôle inverses sont codées suivant la direction Lg.

Le lien entre l'orientation des nodules α et la matrice β a été étudié. Dans la très grande majorité des cas, les relations de Burgers ont été vérifiées. La Figure 65 illustre cet aspect à partir de la cartographie de la Figure 62. La correspondance des figures de pôles $\{011\}_\beta$ et $\{0001\}_\alpha$ permet d'identifier la présence des paires de variants possédant un plan basal commun. Qualitativement, on peut voir sur la Figure 65 que les 6 paires de

variants sont présents. Les relations de Burgers imposent également qu'une des directions $< 111 >_\beta$ soit alignée avec une direction$< 11\bar{2}0 >_\alpha$. La désorientation angulaire théorique entre une seconde direction $< 11\bar{2}0 >_\alpha$ et une direction $< 111 >_\beta$ est alors de 10.5°. La troisième direction $< 11\bar{2}0 >_\alpha$ n'est pas alignée avec une direction $< 111 >_\beta$ **[Savage, 2001]**. C'est pourquoi la dispersion observée entre les pôles $\{111\}_\beta$ et $\{11\bar{2}0\}_\alpha$ sur la Figure 65 est plus importante que celle observée entre les pôles $\{110\}_\beta$ et $\{0001\}_\alpha$.

On peut également remarquer qu'une petite proportion de nodules (15.8% en moyenne sur les 8 cartographies) ne respecte pas les relations d'orientations de Burgers. Certains de ces nodules, marqués par un triangle, sont situés sur le bord de la cartographie. Il est alors possible qu'ils soient proches des relations de Burgers avec un autre grain, ou sous grain, situé en dehors de la cartographie. Les autres nodules qui ne semblent pas respecter les relations de Burgers sont numérotés de 1 à 8. Ils présentent une désorientation par rapport au plan $\{011\}_\beta$ le plus proche qui varie de 14.5° à 42.7°. Dans la littérature, une légère désorientation a déjà été observées **[He, 2014]**, cependant les valeurs sont bien inférieures à celles observées dans cette étude (désorientation inférieur à 12,4°). Il existe d'autres observations de phase α ne respectant pas les relations de Burgers, mais celle-ci ont été faites sur des lamelles secondaires apparues lors du traitement thermique de vieillissement **[Hanada, 1980], [Rhodes, 1975]**. La plupart des autres études font état de précipitation α satisfaisant les relations d'orientation de Burgers. Cela suggère donc que ces nodules satisfont les relations de Burgers mais avec des éléments situés au-dessus ou en dessous de la surface étudiée.

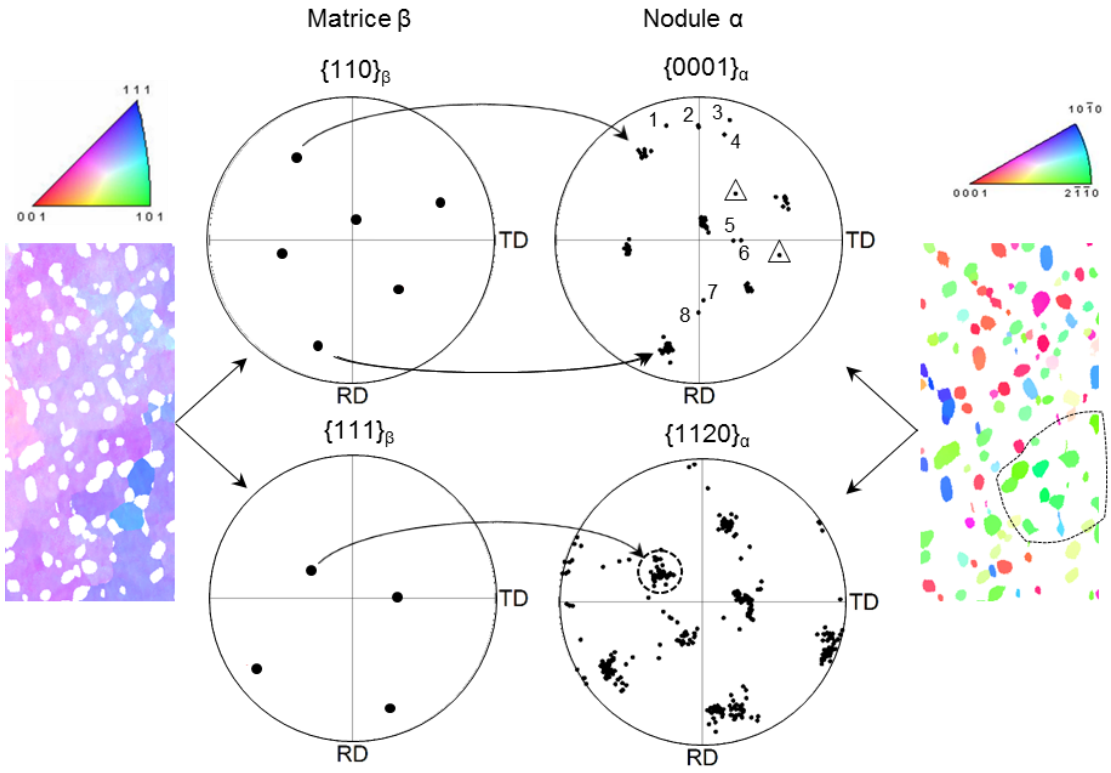


Figure 65 : Mis en évidence des relations d'orientation de Burgers par correspondance des figures de pôles $\{011\}_\beta$ et $\{111\}_\beta$en, avec les figures de pôles $\{0001\}_\alpha$ et $\{11\bar{2}0\}_\alpha$.

A partir des relations d'épitaxie données dans le Tableau 8 du chapitre I, il est possible d'estimer la fraction surfacique occupée par les différentes paires de variants par

rapport à l'ensemble des nodules présents. La contribution aux propriétés élastiques des 2 variants d'une même paire étant identique, nous nous limiterons à l'étude de la répartition des 6 paires possibles. Sur la Figure 66.a sont présentées les fractions surfaciques de chaque paire de variants pour chacune des cartographies étudiées. La correspondance avec l'orientation moyenne de la matrice β est présentée sur la Figure 66.b.

Comme on peut le voir sur cette figure, toutes les paires de variants sont systématiquement présentes, même si à l'échelle d'une cartographie, la dispersion est importante. Par exemple, sur la carte n°8, la paire de variants 11 et 12 représente 28% de l'ensemble des nodules primaires alors que les variants 1 et 2 représentent moins de 2%. La paire de variants la plus représentée est différente sur chaque cartographie. Sur la carte n°7, on peut voir que les variants 3 et 4 représentent plus de 35% de l'ensemble des nodules primaires alors que sur la carte n°6, ces variants ne représentent que 8% des nodules. En plus d'une répartition très hétérogène des différents variants à l'échelle des cartographies d'orientations effectuées, on constate également la présence de "groupes" de nodules voisins présentant une orientation cristallographique commune. Un exemple de "groupe" est souligné sur la cartographie d'orientation cristallographique des nodules de la Figure 65.

Aucune corrélation entre l'orientation de la matrice β et la répartition des variants α n'a pu être mise en évidence comme cela a pu être observé pour d'autres alliages **[Bhattacharyya, 2003], [Stanford, 2005], [Obasi, 2013]**. Davantage de cartographies seraient nécessaires pour pouvoir conclure sur ce point avec certitude.

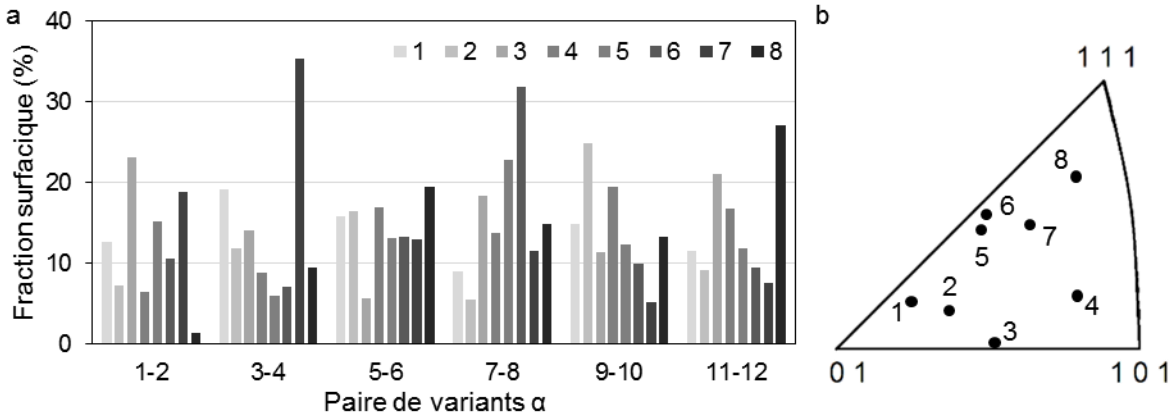


Figure 66 : (a) Fraction surfacique occupée par chaque paire de variants α de la microstructure industrielle pour les huit cartographies EBSD réalisées; (b) Orientation cristallographique moyenne de la matrice β, présentée en fonction de l'axe de la tige Lg, pour les cartographies étudiées.

L'analyse de la répartition des variants sur l'ensemble des nodules montre que la répartition moyenne des différentes paires de variants est proche de l'équiprobabilité (Figure 67). La fraction estimée pour la paire de variants la moins présente (la paire 1-2) est de 11.9% alors que pour la paire 7-8, la plus présente, elle est de 16%. On peut donc faire l'hypothèse que la contribution de la sélection de variants des nodules primaires à l'anisotropie de propriétés mécaniques est faible. Cependant, localement les dispersions observées augmentent la probabilité pour des nodules voisins de posséder la même orientation, ce qui a été décrit dans la littérature comme favorisant l'amorçage de fissures et est donc un facteur de réduction de la durée de vie en fatigue **[Jha, 2015]**.

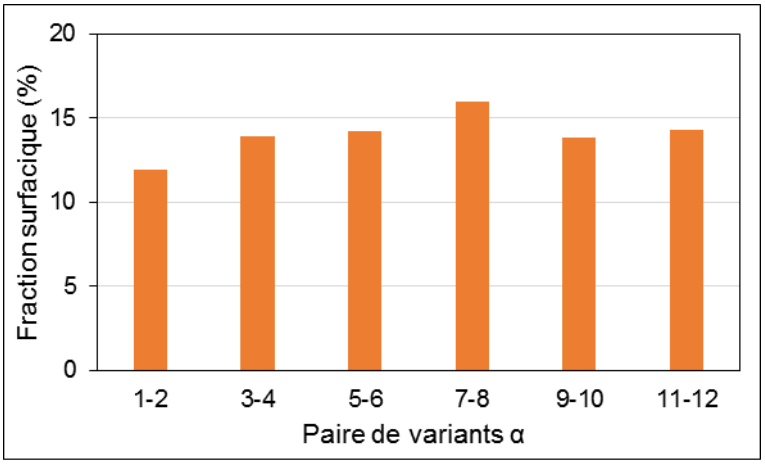


Figure 67 : Fraction surfacique moyenne pour chaque paire de variant α dans la microstructure industrielle

La taille des lamelles secondaires et leur enchevêtrement important rend difficile l'analyse de leur orientation cristallographique par la technique de l'EBSD au-delà d'une zone très réduite. Seules les plus grandes lamelles peuvent ainsi être étudiées sur les cartographies étendues. Dans ce cas les données obtenues correspondraient à une faible fraction de la phase α et ne seraient pas statistiquement représentatives, les plus fines lamelles n'étant pas captées par ces analyses.

En résumé, la caractérisation de la microstructure industrielle ainsi que des textures morphologiques et cristallographiques du Ti-5553 dans un état métallurgique industriel montre que celle-ci est complexe. Le processus de fabrication conduit à une évolution spatiale de la direction de fibrage qui s'accompagne d'une évolution de la texture cristallographique. Une structure en sous-joints a été mise en évidence, les sous-joints de grains β sont limités par les nodules α primaires et parfois séparés par un fin liseré de phase α.

Nous avons également montré que la répartition de l'orientation des nodules est très hétérogène à l'échelle des grains β. La contribution de ce type d'hétérogénéité aux caractéristiques mécaniques locales peut être très importante **[Jha, 2015]**. Cependant, à l'échelle d'un échantillon la répartition des variants α est plus proche d'une répartition équiprobable, ce qui devrait limiter l'influence de la sélection de variants sur les propriétés élastiques à l'échelle de la pièce finale.

Des microstructures modèles ont été élaborées en laboratoire afin de rendre compte de l'effet de l'orientation de la phase β seule et de la précipitation α sur les caractéristiques élastiques du matériau. Celles-ci seront décrites et caractérisées dans la suite de ce chapitre.

II.1.b. Microstructures modèles à partir d'un état forgé

Pour obtenir ces microstructures, nous disposons d'un bloc parallélépipédique de matière brut de forge d'une dimension de 60x60x35 mm. Les étapes de forgeage similaires à celles effectuées sur la microstructure industrielle conduisent à l'apparition d'un fibrage (Figure 68.a). Deux microstructures ont été élaborées afin d'obtenir deux taux de phase α différents. Après une mise en solution en deux étages 813°C/3h+750°C/3h, la microstructure contient uniquement des nodules équiaxes, elle sera nommée MFN pour Microstructure Forgée Nodulaire (Figure 68.b). Après un vieillissement à 545°C pendant 8h, une Microstructure Forgé Bimodale (MFB) est obtenue (Figure 68.c). Nous montrerons dans la suite que les microstructures MFB et MI sont proches. Le terme Microstructure Forgée (MF) s'appliquera à ces deux microstructures, celles-ci serviront à la détermination de l'influence de la précipitation α sur les propriétés élastiques d'un alliage à microstructure bimodale.

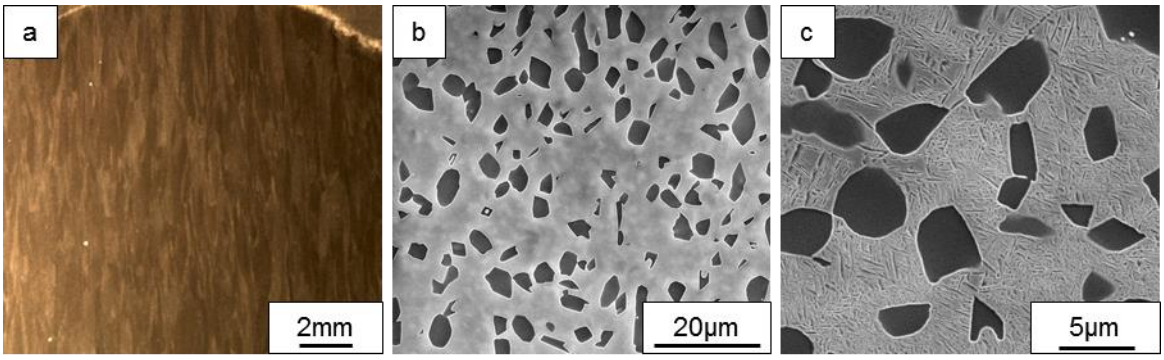


Figure 68 : (a) échelle grains β; (b) avant vieillissement; (c) vieilli

La composition chimique associée aux microstructures industrielle et forgée est donnée dans le Tableau 12. On constate que les deux compositions sont proches.

Tableau 12 : Composition chimique de l'alliage et de la matière dans un état forgé (en % massique).

Elément	Al	Mo	V	Cr	Ti
Nominale	5	5	5	3	Bal
MF	4,97	5,2	5,19	2,72	Bal
MI	4,91	5,22	4,95	2,7	Bal

D'après les observations effectuées sur les microstructures modèles présentées dans la partie II.1.c et étant donné la présence de précipités α primaires, l'hypothèse qu'un traitement thermique de vieillissement effectué à une température inférieur au transus β n'a pas d'effet sur la taille des grains β parait raisonable **[Weiss, 1998]**. C'est pourquoi, nous considérerons la taille des grains β comme identique pour les états MFN et MFB. Par ailleurs, la comparaison des distributions de taille des grains β avec la microstructure industrielle est présentée sur la Figure 69.a. La microstructure industrielle contient plus de petits grains (taille <200 µm) que les microstructures forgées, qui contiennent plus de gros grains (taille >1000 µm).

Les différences entre ces microstructures sont légèrement plus marquées sur la tailles des nodules primaires. Comme on peut le voir sur la Figure 69.b, la dispersion de

taille des nodules est plus importante pour les microstructures forgées que pour la microstructure industrielle. Cependant, le diamètre moyen des nodules pour les deux microstructures sont très proches : 2.84 µm pour la microstructure MFB et 2.56 µm pour la microstructure MI. Les températures atteintes au cours du traitement termique de vieillissement utilisé dans cette étude (545°C), ne permettent pas la croissance de nouveaux nodules **[Lütjering, 1998]**. De plus, le diamètre moyen des précipités primaires avant vieillissement est de 2.77 µm. L'influence du traitement thermique de vieillissement sur la précipitation primaire semble donc négligeable.

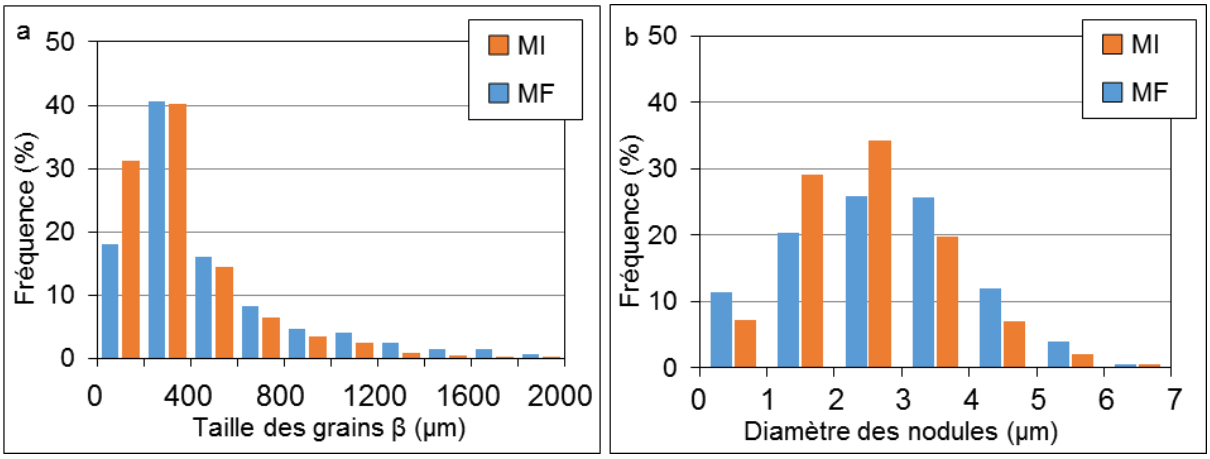


Figure 69 : (a) Distribution de taille des grains β des microstructures MI et MF; (b) Distribution du diamètre des nodules des microstructures MI et MF.

Sur les microstructures forgées la direction du fibrage est verticale. Les deux repères (Lg, Rg, Tg) et (Lm, Rm, Tm) sont donc confondus dans un seul et unique repère désigné L, R et T par la suite. La texture cristallographique de la phase β a été caractérisée dans chacune de ces directions. Les résultats sont présentés sur la Figure 70. La texture cristallographique est légèrement différente de celle observée sur la microstructure MI. Suivant la direction du fibrage (direction L), la majorité des grains est orientée suivant les directions <001> et <101>, tandis que sur une éprouvette prélevée suivant la direction radiale une fraction de grains plus importante est orientée suivant les directions <110> et <111> respectivement en vert et bleu sur la cartographie EBSD. Cependant, on peut remarquer que la fonction de distribution d'orientation présente un maximum proche de la direction <102>; ce maximum est imputable à la présence d'un grain dont la taille est très supérieure aux autres (à droite de la cartographie de la Figure 70.b) son orientation est présentée en noir sur la figure de pole inverse associé à cette cartographie EBSD. Enfin, une éprouvette prélevée suivant la direction transverse, voit la plupart des grains orientés suivant les directions <001> et <111>.

On peut observer une certaine hétérogénéité de répartition de l'orientation cristallographique des grains β sur la cartographie EBSD de l'échantillon prélevé suivant la direction L. La partie gauche contient plus de grains orientés suivant la direction <101> alors que la partie droite contient plus de grains orientés suivant la direction <001>. Cette observation a également été faite sur la microstructure industrielle, mais la différence semble plus prononcée sur la microstructure forgée.

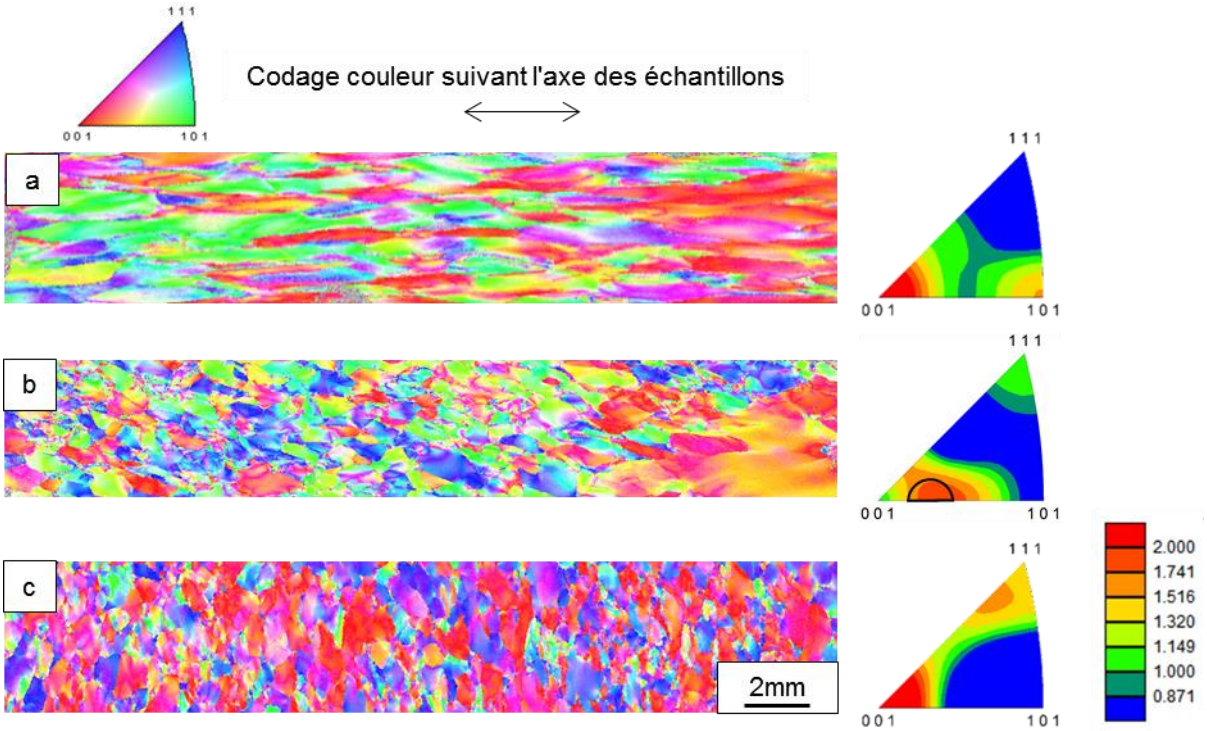


Figure 70 : Cartographies EBSD de la phase β avec pas de 5 µm, d'éprouvettes prélevées suivant les trois directions du bloc de matière "forgée", L(a), R (b) et T(c).

Une analyse identique à celle réalisée sur la microstructure industrielle a été conduite sur l'orientation cristallographique de 694 nodules primaires. Comme on peut le voir sur la Figure 71.a, la plupart des paires de variants de phase α apparaissent. Cependant la dispersion observée est plus importante que sur la microstructure MI. Dans certains cas, une paire de variants n'est représentée que par un ou deux nodules comme par exemple pour les variants 1 et 2 sur la cartographie n°5.

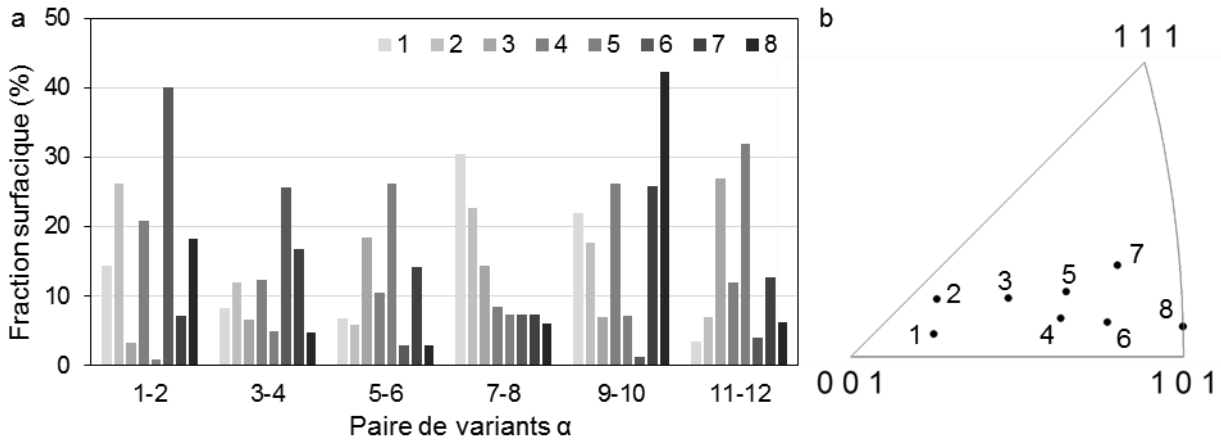


Figure 71 : (a) Fraction surfacique occupée par chaque paire de variants α de la microstructure forgée pour les huit cartographies EBSD réalisées ; (b) Orientation cristallographique moyenne de la matrice β, présentée en fonction de la direction de forgeage L, pour les cartographies étudiées.

La comparaison des données moyennées sur l'ensemble des 8 zones sur la microstructure forgée et sur la microstructure industrielle, est présentée sur la Figure 72. Compte tenu de la similitude des deux histogrammes pour les microstructures MI et MF, il nous semble raisonnable d'affirmer que l'ensemble des variants est équiprobable pour les deux états.

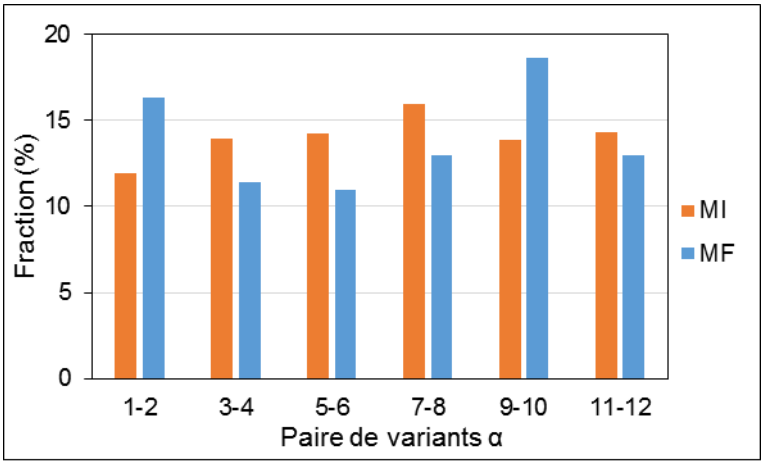


Figure 72 : Comparaison de la fraction de paires de variants pour les microstructures forgées (694 nodules) et industrielles (745 nodules).

Les caractéristiques morphologiques et cristallographiques des microstructures industrielles et forgées sont résumées dans le Tableau 13. Morphologiquement, celles-ci sont comparables malgré une taille des grains β plus importante pour les microstructures forgées que pour la microstructure industrielle. Bien que les textures cristallographiques de la phase β soit proches pour ces microstructures, les sous-joints observé sur la microstructure industrielle ne sont pas présent sur les microstructures "MFN" et "MFB". Par ailleurs, le taux de nodules primaires est sensiblement plus élevé dans les microstructures forgées que dans la microstructure industrielle, ce qui conduira potentiellement à exacerber l'influence de la précipitation α sur l'anisotropie de propriétés élastiques.

Tableau 13 : Comparaison des caractéristiques des microstructures forgées et industrielle.

Microstructure	MI	MFN	MFB
Grain β			
Grand axe (µm)	370	540	540
Texture cristallographique	Proche	Identique	
Nodule α_p			
Diamètre (µm)	2,7	2,77	2,84
Fraction	18%	22%	25%
Lamelle α_s			
Dimension (µm)	L : 0,1-2 e : 0,01-0,1	-	L : < 1 e : 0,01-0,1
Fraction	≈30%	-	-

II.1.c. Microstructure trempées

L'étude bibliographique a montré qu'il est possible de retenir une majorité de phase β après trempe à partir du domaine β. De telles microstructures seraient particulièrement adaptées à la caractérisation des propriétés élastiques de la phase β. Pour cela, quatre traitements thermiques appelé TTH1 à TTH4, d'une durée de 16, 90, 250 et 1000 heures au-dessus du transus β, tous suivis d'une trempe à l'eau, ont été effectués. Les traitements les plus courts, 16 heures (TTH1) et 90 heures (TTH2), ont été effectués dans un four conventionnel à la température de 960°C. Afin d'éviter une oxydation trop importante, les traitements de 250h (TTH3) et 1000h (TTH4), ont été effectués dans un four de trempe, à 1000°C et 1100°C respectivement. Ce four permet de tremper à partir d'un traitement thermique réalisé sous vide (Figure 73). L'objectif de ces traitements est d'obtenir des grains les plus gros possibles afin de pouvoir prélever des éprouvettes de mesure de module d'Young avec un nombre de grains minimum et des textures cristallographiques différentes. L'enjeu est de pouvoir maximiser la dispersion de propriétés élastiques d'éprouvettes dont le volume est d'environ 100 mm^3.

Les distributions de taille de grains, présentées sur la Figure 73, ont été obtenues à partir d'analyses EBSD. Comparée aux résultats issus de la littérature présentés dans le chapitre I, la croissance des grains β semble extrêmement lente. En effet, après le traitement TTH1, le diamètre moyen des grains est de 600 µm. Pour un traitement plus de 5 fois plus long (TTH2 = 90h), le diamètre moyen des grains n'a augmenté que d'environ 30% pour atteindre 800 µm. Après un traitement TTH3 (250h à 1000°C) le diamètre moyen des grains atteint 1150 µm. En observant la distribution de taille de grains suite à ce traitement thermique, on peut voir qu'il subsiste un nombre conséquent de petits grains. La faible diminution du nombre de petits grains semble souligner une croissance hétérogène des grains.

De manière surprenante le traitement TTH4 (1100°C/1000h) conduit à la taille de grain la plus fine. Aucune anomalie n'ayant été observée au cours du traitement thermique ou de la trempe, nous n'avons pas été en mesure de déterminer la cause de ce résultat surprenant. Néanmoins, les analyses micrographiques et EBSD n'ont révélé aucune présence de phase α. De plus la texture cristallographique associée à cette microstructure, différente de celles des autres microstructures modèles, est particulièrement intéressante comme nous le montrerons dans la suite de ce manuscrit. C'est pourquoi l'étude de cette microstructure a été poursuivie sans que la taille de grain modéré dans ce cas ne soit gênante.

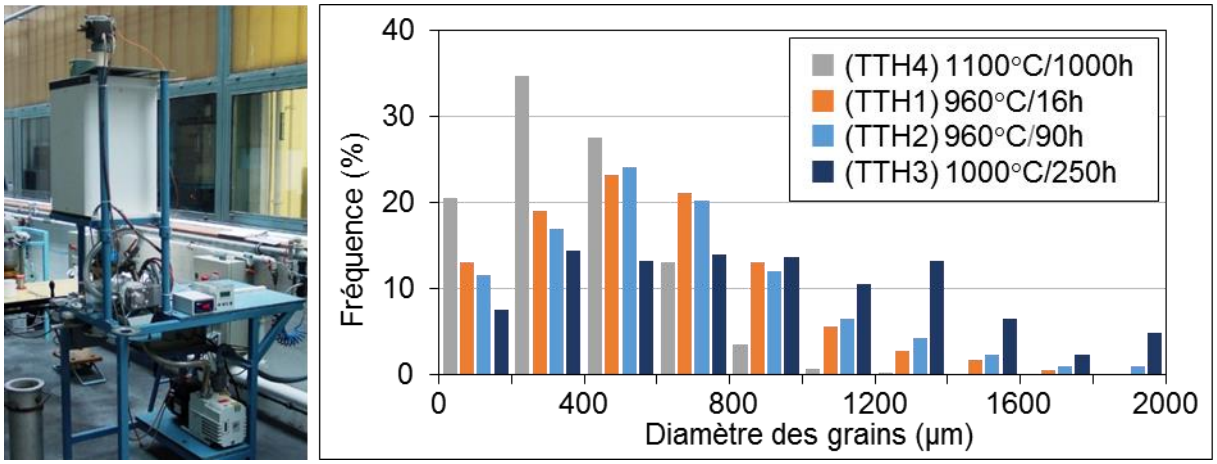


Figure 73 : Photographie du four de trempe et distribution de la taille de grains pour les différents traitements thermiques.

L'orientation cristallographique des grains β a été caractérisée par la technique EBSD sur une des faces de chacune des éprouvettes de mesure de module d'Young prélevées sur les microstructures trempées. Comme nous le montrerons dans la partie 3 du chapitre III, la texture cristallographique est proche pour toutes les éprouvettes ayant subi le même traitement thermique. C'est pourquoi un exemple de cartographie pour chaque traitement thermique est présenté sur la Figure 74. Les éprouvettes traitées TTH1 et TTH4 contiennent une majorité de grains orientés suivant une direction proche de <001> comme on peut le voir sur les figures de pole inverses associées à chaque cartographie. Après le traitement TTH3, les éprouvettes contiennent majoritairement des grains orientés suivant une direction proche de la direction <101>. Finalement, la texture cristallographique associée au traitement TTH4 est proche de la direction <111>.

Ces microstructures sont donc suffisamment différentes et complémentaires du point de vue des textures cristallographiques pour aider caractériser les propriétés de la phase cubique centrée β, en particulier son anisotropie élastique. La contribution de la phase α aux propriétés élastiques pourra ensuite être prise en compte à partir des microstructures forgées, qui seront enfin comparées aux propriétés de la microstructure industrielle. Les techniques expérimentales mises en œuvre pour mener à bien ces travaux, sont décrites dans la partie suivante.

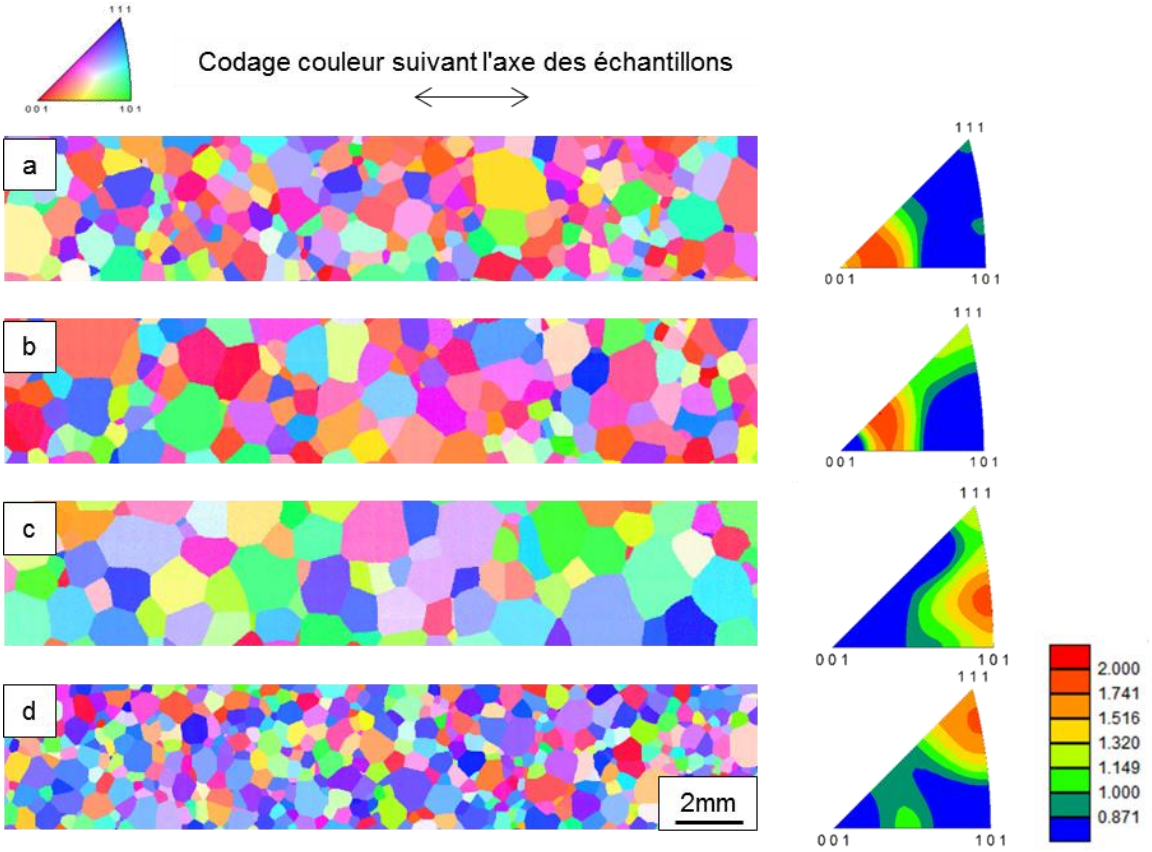


Figure 74 : Cartographie EBSD, pas de 7 µm, codage couleur suivant l'axe des éprouvettes, et ODF projeté sur le triangle standard de la phase β des éprouvettes traitées (a) TTH1 : 960°C/16h/WQ, (b) TTH2 : 960°C/90h/WQ, (c) TTH3 : 1000°C/"250h"/WQ, (d) TTH4 : 1100°C/1000h/WQ.

II.2. Techniques expérimentales

Les techniques expérimentales mises en œuvre afin de caractériser sur le plan métallurgique et mécanique les microstructures utilisées seront décrites dans cette partie. Dans un premier temps, la mesure des caractéristiques élastiques des différentes microstructures par une méthode de résonance dynamique sera présentée. Celles-ci permettront de quantifier l'anisotropie élastique de la phase β. Dans un second temps, nous décrirons les techniques employées ainsi que les paramètres utilisés pour la réalisation d'essais mécaniques conventionnels sous sollicitations monotones et cycliques, pour lesquelles les propriétés en élasticité et en plasticité jouent un rôle important. Étant donné l'importance des aspects cristallographiques dans cette étude, une rapide présentation de la technique EBSD ainsi que les procédures associées seront décrites.

II.2.a. Mesure des modules d'élasticité par résonance dynamique

De nombreuses méthodes de mesure des constantes d'élasticité ont été mentionnées dans le chapitre I. Dans le cadre de ce travail de thèse, la technique utilisée est basée sur la mise en résonance d'une éprouvette parallélépipédique par un système d'excitation / détection capacitif. L'utilisation de la méthode de résonance dynamique (Dynamic Resonant Method ou DRM) pour la mesure de module de cisaillement a été formalisée dans les années 60. On citera comme exemple les travaux de Spinner et al. **[Spinner, 1958]** et Davies **[Davies, 1938]**. Aujourd'hui, la mesure de module dynamique est encadrée par une norme ASTM mise à jour en l'an 2000 **[ASTM E-1876, 2000]**.

La méthode de résonance dynamique est une technique non destructive de mesure des modules d'élasticité et du coefficient de frottement **[Francois, 2001]**. Elle est applicable sur plusieurs types de matériaux : Métaux, polymères, composites, … **[Gadaud, 2004]** qu'il soient revêtus ou non **[Gadaud, 2009]**. Cette méthode permet, sous certaines conditions, la quantification des contraintes résiduelles **[Gadaud, 2012]**. Les équipements de l'Institut Pprime permettent également un suivi in-situ en température des propriétés élastiques **[Mazot, 1992]**. Dans ces conditions, la vitesse de montée en température ou de refroidissement est limité à 2,5°C/min.

Un schéma de principe d'une technique de mesure de module d'Young par résonance est donné sur la Figure 75. L'excitation et la réponse vibrationnelle de l'éprouvette sont mesurées par une électrode, dont la position est représentée par des flèches rouges sur le schéma des éprouvettes présenté sur la Figure 76. Dans le cas d'une mesure de module de cisaillement, le capteur capacitif permet de déterminer les fréquences de résonance longitudinale (F_L) ou transverse (F_T).

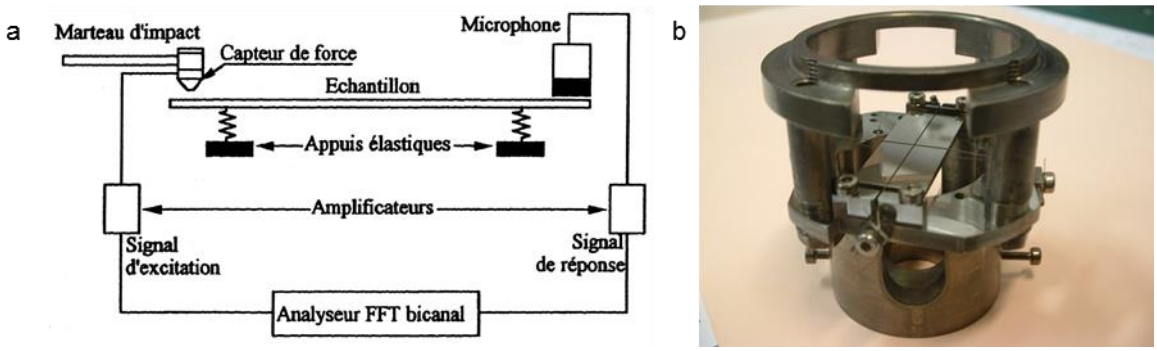


Figure 75 : (a) Schéma de principe de la technique de mesure de module d'Young par la méthode IET (Impulse Excitation Technique) **[Sanchette, 1999]***; (b) Photographie d'une éprouvette dans une tête de mesure de module de cisaillement (appuis élastiques en croix)* **[Gadaud, 2009]**

Celles-ci ne dépendent que du matériau, de la géométrie de l'éprouvette et de son module d'élasticité suivant les relations :

$$E = 0{,}9464\rho F_L^2 \frac{L^4}{B^2} \qquad G = \frac{F_T^2}{B^2}\rho \frac{L^2(H^2+B^2)}{1-{}^{B}/_{\sqrt{3H}}} \tag{13}$$

Ou ρ est la masse volumique et L, B et H représentent respectivement la longueur, la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette. En conséquence, plus la précision de fabrication des éprouvettes est importante, plus la précision de mesure des modules d'élasticité est importante. Dans notre cas, les éprouvettes sont usinées par électroérosion, ce qui assure une précision sur la géométrie de l'ordre du micromètre. Afin de retirer la couche d'oxydation superficielle formée lors de cet usinage, une étape de polissage mécanique avec un papier SiC 1000 (Norme FEPA) est appliquée sur chaque éprouvette. La précision sur la géométrie est légèrement plus faible suite à cette étape. Les mesures de dimension sont vérifiées à partir du calcul de la masse volumique, identique à 1% près pour chaque éprouvette. En conséquence, l'erreur estimée sur les modules d'élasticité est de moins de 1% ($\Delta E/E \approx \Delta G/G \approx \pm 1\%$).

La connaissance des modules avec une grande précision permet de calculer, dans le cas de matériaux isotropes, le coefficient de Poisson par la formule $E_L = 2(1+\nu)G$. La condition d'isotropie pour l'utilisation de cette méthode est très importante. En effet, comme on peut le voir sur la Figure 76, la mesure du module d'Young intègre les propriétés suivant la direction longue de l'éprouvette alors que, la mesure du module de cisaillement intègre les propriétés du matériau suivant deux directions. Une très légère anisotropie, due par exemple à la présence de texture cristallographique, peut conduire à des erreurs significatives sur la valeur du coefficient de Poisson estimée par cette méthode.

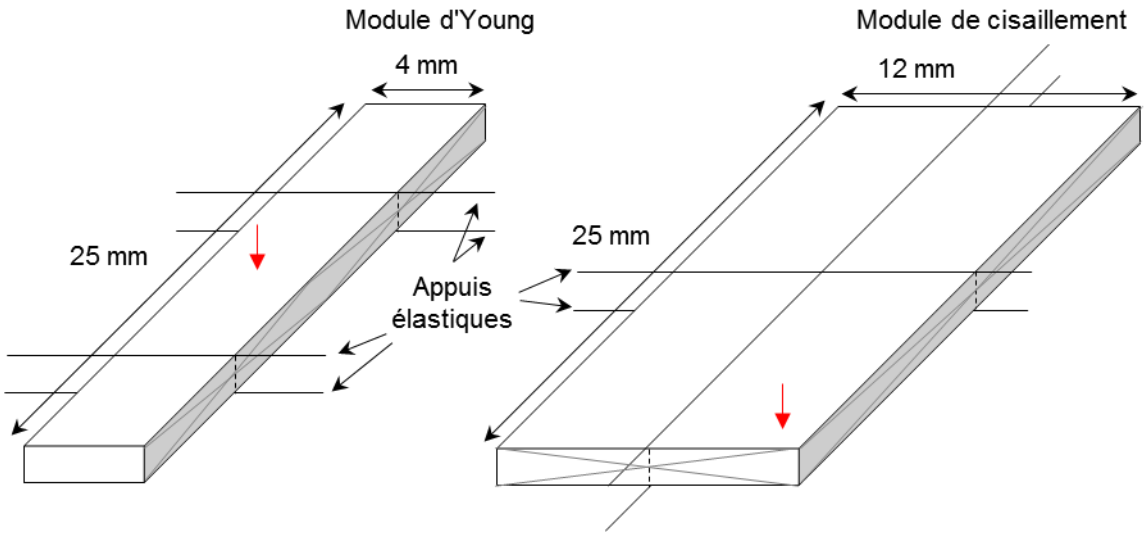


Figure 76 : Plan des éprouvettes de mesure des modules d'élasticité. Les lignes en pointillés représentent les appuis élastiques, les flèches rouges la position de l'électrode de pilotage. Les lignes grises représentent les mouvements d'oscillations.

II.2.b. Essais sous sollicitation monotone

Essais de traction conventionnelle

Les essais de traction uniaxiale monotone ont été réalisés à température ambiante sous air, à l'aide d'une machine d'essai électromécanique Instron 1362 équipée d'une cellule de force de 50 kN (Figure 77.a). Deux géométries d'éprouvettes ont été utilisées, des éprouvettes axisymétriques (Figure 77.b) et des éprouvettes à section carrée (Figure 77.c).

Les éprouvettes ont été polies d'abord avec des papiers SiC de la granulométrie la plus grossière (norme FEPA 320) à la plus fine (norme FEPA 4000), puis avec une suspension de silice colloïdale OPS. Un extensomètre à couteaux (Instron base 10 mm) est fixé sur la partie utile de l'éprouvette. Les couteaux sont placés sur des plots de colle céramique afin de prévenir tout risque de glissement. Les essais sur éprouvettes axisymétriques sont pilotés en déplacement de traverse de façon à obtenir une vitesse de déformation de $10^{-2}s^{-1}$. Le critère d'arrêt est la rupture de l'échantillon, l'extensomètre étant retiré lors du début de la phase de plasticité macroscopique.

Les éprouvettes de section carrée ont été utilisées afin de déterminer le coefficient de Poisson du Ti-5553 de microstructure industrielle. Le protocole d'essai ainsi que les résultats sont présentés en annexe III.

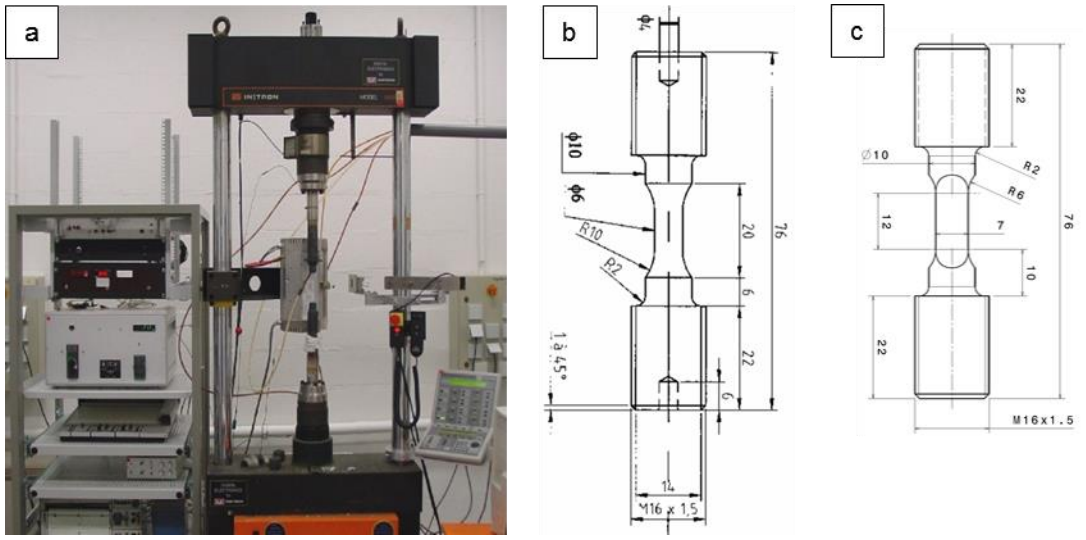


Figure 77 : (a) Photographie de la machine d'essai de traction; (b) plan des éprouvettes de sections circulaires; (c) plan des éprouvettes de sections carrées.

Essais de traction sur micro-éprouvette

Duval a montré par le biais d'un essai de traction in situ que le champ de déformation semble être dépendant de l'orientation cristallographique des grains β **[Duval, 2011]**. Afin d'obtenir des données quantitatives et statistiques, plusieurs micro-éprouvettes de traction ont été prélevées dans le disque de matière industrielle et préparées pour la mesure du champ de déformation par corrélation d'image de mouchetis. Une photographie d'une éprouvette montée et le plan des micro-éprouvettes utilisées est donné sur la Figure 78. Comme on peut le voir sur cette figure, la mesure de déformation macroscopique avec un extensomètre à couteau est impossible sans recouvrir une partie conséquente de la région d'intérêt (Figure 78.a). C'est pourquoi, pour les éprouvettes préparées pour la mesure du champ de déformation, la déformation a été calculée à partir de la valeur de déplacement du vérin de la machine, corrigé des effets de rigidité du montage et de la machine. Ces effets ont été établis à partir d'un essai sur une micro-éprouvette équipé d'un extensomètre à couteau.

La géométrie des micro-éprouvettes permet, avant essai, d'établir une cartographie complète de l'orientation de la phase β sur la partie utile. Les caractéristiques des cartographies d'orientation sont données dans la partie II.2.d.

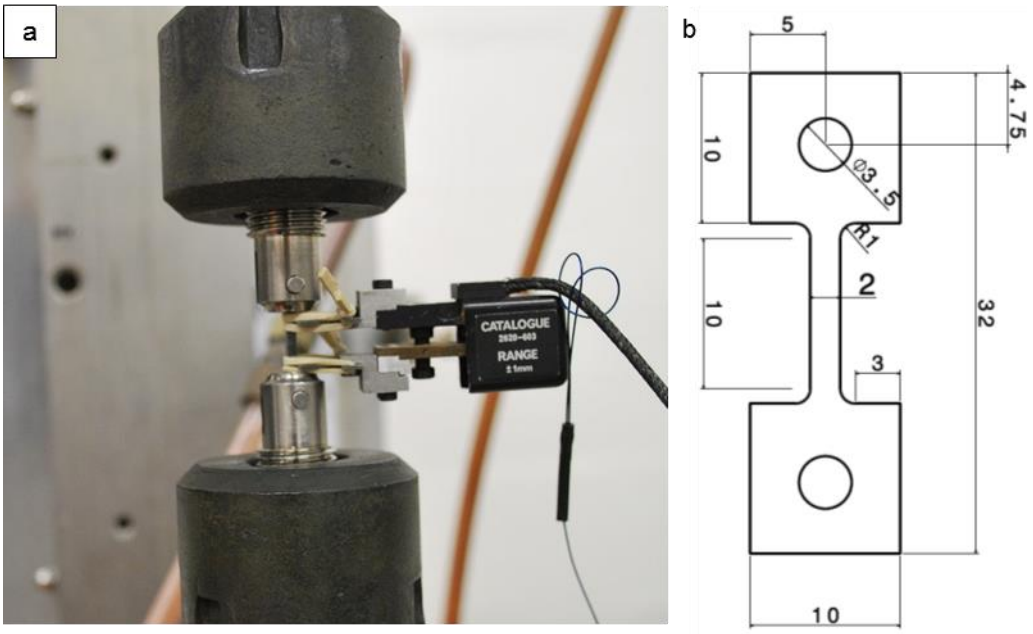


Figure 78 : (a) Micro-éprouvette équipé d'un extensomètre; (b) plan des micro-éprouvettes de traction.

Les essais sont interrompus à intervalles réguliers afin de pouvoir photographier la région d'intérêt recouverte du mouchetis, à l'aide d'une caméra haute résolution. Afin de faciliter la comparaison entre les différents essais, la vitesse de déformation totale imposée entre les arrêts est identique à la vitesse de sollicitation des essais de traction conventionnels ($\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s^{-1}). Le critère d'arrêt des essais est l'apparition de la striction ou des premiers signes d'endommagement.

La technique de corrélation d'images de mouchetis, ou DIC pour Digital Image Correlation utilisée sans le but d'étudier la répartition spatiale de la déformation, est décrite en Annexe IV.

II.2.c. Essais sous sollicitation cyclique

Afin d'étudier les mécanismes d'amorçage de fissures de fatigue en lien avec l'orientation cristallographique de la phase β, deux campagnes d'essais en durée de vie ont été menées. La première a été menée conformément aux spécifications de Safran Landing Systems qui préconisent de piloter les essais en déformation totale imposée. Ceux-ci ont été réalisés sur la machine électromécanique Instron 1362 utilisée également pour les essais de traction. Le niveau de déformation totale a été imposé à ±0.7% pour une vitesse de sollicitation de 10^{-2} s^{-1}, ce qui correspond à une fréquence d'essai de 0.357 Hz. Les essais de fatigue ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques dont la géométrie est identique à celle utilisée pour les essais de traction monotone. Afin de prévenir l'amorçage de fissures sur un défaut de surface, la partie utile des éprouvettes a été polie suivant un protocole identique à celui utilisé pour les éprouvettes de traction. Afin de prévenir tout amorçage précoce causé par la présence des couteaux sur la partie utile, ceux-ci reposent sur les épaulements de chaque côté de l'éprouvette (Figure 79.a). Un étalonnage préalable a été réalisé afin d'établir la correspondance entre les déplacements mesurés à partir de l'extensomètre de base 10 mm, placé sur la partie utile, et l'extensomètre de base 25 mm, placé sur les épaulements.

La seconde partie des essais de fatigue a été menée à un niveau de chargement plus faible, plus proche des conditions de chargement vues par les pièces en service. Ceux-ci ont été réalisés à contrainte imposée à +630/-655MPa, ce qui correspond à un essai mené en déformation totale imposée à ± 0.55% en début d'essai. La fréquence d'essai est de 2 Hz. Une machine servo-hydraulique de type Instron 8802 (Figure 79.b) a été utilisée pour effectuer ces essais. Comme nous l'avons montré dans la revue bibliographique, pour ces niveaux de chargement le comportement en fatigue évolue très peu (Figure 41). Une sollicitation en déformation totale sera donc quasi-équivalente à une sollicitation pilotée en contrainte. C'est pourquoi, les mécanismes d'amorçage de fissures en pilotage en déformation totale et contrainte seront considérés comme identiques.

Une campagne d'essais de caractérisation du comportement sous sollicitation cyclique pilotée en déformation totale a également été menée. Celle-ci a été réalisée sur la même machine d'essais et avec des éprouvettes de géométrie identique à celle citée dans le paragraphe précédent. Les niveaux de déformation ont été choisis à 0.8% et 1% avec des vitesses de déformation de 10^{-4} s^{-1}. Les essais ont été interrompus après 100 et 200 cycles respectivement, ce qui correspond à une stabilisation du comportement.

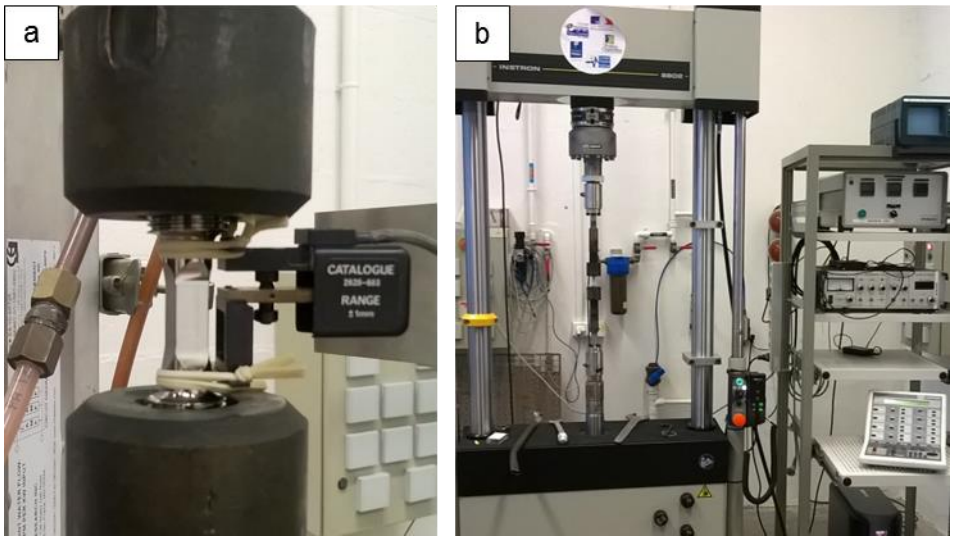


Figure 79 : (a) photographie d'une éprouvette de section carrée avec présence d'un extensomètre sur les épaulements de l'éprouvette. (b) Photographie de la machine d'essai servo-hydraulique Instron 8802.

Sur l'ensemble des éprouvettes sollicitées jusqu'à rupture, la zone d'amorçage de la fissure fatale a été repérée. Après découpage du fût de l'éprouvette, la zone d'amorçage a été atteinte par polissage successif. Cela permet de caractériser l'orientation cristallographique du grain β au sein duquel la fissure fatale s'est amorcée par la technique EBSD.

Le processus de préparation de ces échantillons conduit systématiquement à arrondir le bord de l'éprouvette sur quelques micromètres (≈10-15 µm) au cours du polissage. Cela ne permet donc pas de caractériser la précipitation α primaire, dont la taille moyenne est de 2,7 µm, dans la zone d'amorçage.

C'est pourquoi, un essai de fatigue interrompu a été effectué sur une éprouvette de section carrée. Cette géométrie a permis de réaliser, sur chacune des faces, une cartographie d'orientation des grains β. Après 20000 cycles, la présence de fissures a été analysée par des observations en microscopie électronique à balayage. Des cartographies EBSD à une échelle plus fine, permettant de déterminer l'orientation cristallographique

de la précipitation primaire, ont été réalisées post mortem sur les zones où des fissures ont été observées.

II.2.d. Analyse EBSD

Afin de relier les propriétés mécaniques et l'orientation cristallographique à l'échelle mésoscopique et microscopique, des cartographies d'orientation cristallographique de la phase β ont été effectuées sur la plupart des éprouvettes utilisées au cours de ce travail. Ces cartographies ont été réalisées par la technique EBSD. Pour cela, un MEB JEOL-6100 équipé d'un système d'analyse EBSD (TSL-OIM) a été utilisé.

En chacun des points de la cartographie, la nature de la phase ainsi que l'orientation cristalline sont déterminées. L'orientation est décrite par 3 angles d'Euler qui décrivent le passage du repère associé au cristal à celui associé à l'échantillon. Les angles d'Euler présentés sur la Figure 80 sont décrits suivant la convention de Bunge.

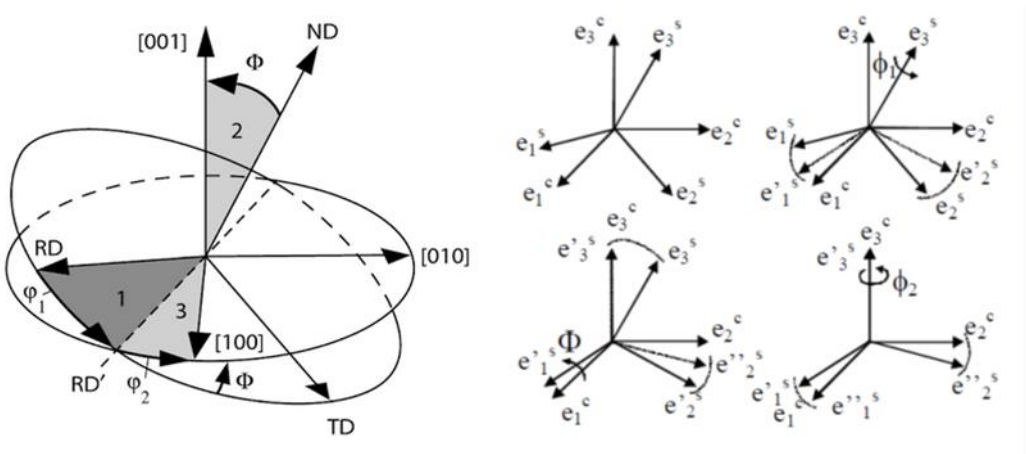


Figure 80 : Angles d'Euler (φ_1, Φ, φ_2) et séquences de passage du repère associé au cristal (e_i^c) au repère associé à l'échantillon (e_i^s) selon la convention de Bunge **[Randle, 2000]**.

L'information sur l'orientation cristalline étant tridimensionnelle, il est possible de présenter les données suivant n'importe quelle direction de l'espace. Les directions choisies usuellement sont les mêmes que celle utilisées pour la caractérisation d'un fibrage; celles-ci sont présentées sur la Figure 81. La direction TD correspond à l'axe de l'éprouvette, la direction ND est la normale au plan cartographié et enfin, la direction RD est perpendiculaire aux deux autres directions. Dans la suite de ce manuscrit, sauf mention contraire, les données cristallographiques sont présentées suivant l'axe TD, qui représente l'axe de sollicitation mécanique des éprouvettes.

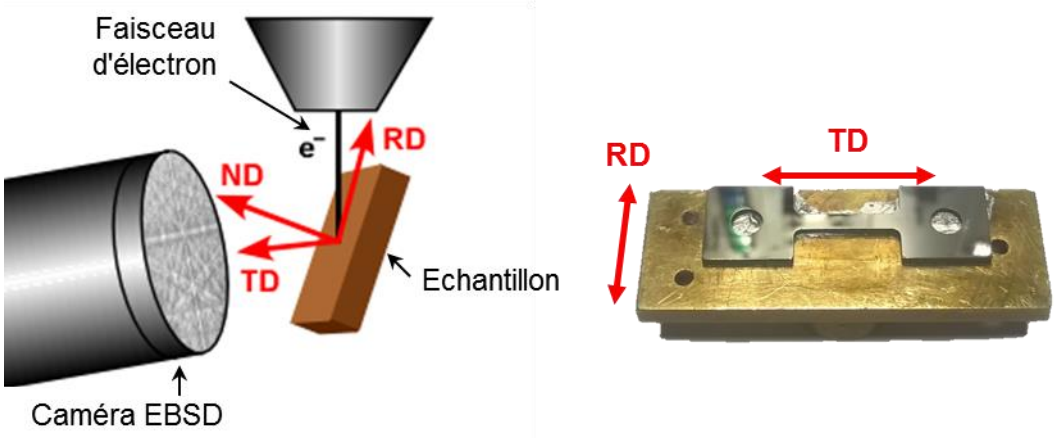


Figure 81 : Représentation schématique de l'intérieur de l'enceinte du MEB et définition des directions de représentation des données.

L'utilisation de la technique EBSD impose certaines contraintes quant à la géométrie des éprouvettes. Afin de lier la texture cristallographique aux propriétés élastiques, les dimensions des éprouvettes ont notamment été choisies, afin de pouvoir aisément effectuer des cartographies EBSD sur la totalité d'une face des éprouvettes. Les paramètres choisis pour la cartographie sont le résultat du compromis entre l'information à acquérir, le nombre de points de la cartographie finale (4 000 000 au maximum pour permettre le post traitement des fichiers résultats) et le temps d'acquisition.

Les microstructures trempées pour lesquelles la taille de grains varie de 400 à 1150 µm, peuvent être décrites avec un pas de 7 µm pour des cartes d'environs 24x4 mm qui représentent plus de 90% de la surface d'une éprouvette de mesure DRM. Sur un état forgé, la taille des cartes est identique mais le pas maximum nécessaire à une description correcte de l'hétérogénéité d'orientation cristallographique à l'échelle des sous joints est de 3 µm. Cependant, le pas minimum afin de ne pas dépasser le nombre de point admissible par carte est de 5 µm. C'est pourquoi les sous-grains β ne sont pas décrits correctement par les cartographies d'orientation de la phase β des microstructures forgée et industrielle. Néanmoins, un pas de 5 µm permet la caractérisation avec une précision suffisante de la texture cristallographique associé aux grains β sur l'ensemble de l'éprouvette, ainsi que la caractérisation de l'évolution d'orientation au sein d'un grain β.

Les dimensions des cartographies destinées à la caractérisation de l'orientation cristallographique des nodules primaires α_p ont été fixées à 40x80 µm, ce qui correspond à une centaine de nodules. Afin de décrire correctement la morphologie de ces nodules, un pas de 0.1 µm a été choisi.

La taille nanométrique des lamelles de précipitation secondaire α_s complique l'acquisition de l'orientation par la méthode EBSD. Seules des informations très locales sur quelques grosses lamelles non représentatives de l'ensemble du matériau pourraient être obtenues, c'est pourquoi nous ne caractériserons pas l'orientation cristallographique de la précipitation secondaire.

II.3. Démarche d'homogénéisation numérique

L'homogénéisation est une approche déductive du comportement mécanique des matériaux. Elle est basée sur la prédiction des propriétés mécaniques "macroscopiques" à partir des éléments hétérogènes qui constituent l'ensemble considéré **[Bornert, 2001]**. En homogénéisation, il n'existe pas d'approche unique qui réponde à tous les problèmes. À chaque situation, des composites à fibres longues aux alliages polycristallins, un modèle est plus ou moins adapté.

Le modèle le plus élémentaire consiste à utiliser les approximations de Voigt et Reuss **[Bornert, 2001]**. Ces modèles, souvent appelés "lois des mélanges", consistent à supposer que les déformations (Voigt) ou que les contraintes (Reuss) sont uniformes dans le volume considéré. Ces approximations conduisent respectivement à assimiler les tenseurs de rigidité, et de souplesse, à l'échelle macroscopique, à la somme des tenseurs de rigidité, et de souplesse, des éléments constitutifs du matériau ou phase. Les expressions sont décrites dans les équations 12 et 13 ci-dessous. Dans ces équations, n représente le nombre d'éléments constitutifs ou phase et Fv(i) leur fraction volumique. Bien que les résultats obtenus par cette approche soient très éloignés des propriétés réelles du matériau macroscopique, ces méthodes permettent d'obtenir respectivement une borne supérieure et une borne inférieure du tenseur des modules effectifs. Ces approximations conduisent donc à un encadrement des propriétés mécaniques de l'échantillon considéré. Nous considérerons également le tenseur homogénéisé de Hill comme étant une approximation du comportement réel. Comme vu dans la référence **[Tane, 2013]**, celui-ci est défini comme la moyenne arithmétique des tenseurs homogénéisés de Reuss et de Voigt (Équation 14).

$$\overline{\overline{\overline{\overline{S}}}}_{Reuss} = Fv_{phase(1)}.\overline{\overline{\overline{\overline{S}}}}_{phase\ (1)} + \cdots + Fv_{phase(\mathrm{n})}.\overline{\overline{\overline{\overline{S}}}}_{phase\ (n)} \quad (12)$$

$$\overline{\overline{\overline{\overline{C}}}}_{Voigt} = Fv_{phase(1)}\overline{\overline{\overline{\overline{C}}}}_{\mathrm{phase(1)}} + \cdots + Fv_{phase(\mathrm{n})}\overline{\overline{\overline{\overline{C}}}}_{\mathrm{phase(n)}} \quad (13)$$

$$\overline{\overline{\overline{\overline{C}}}}_{Hill} = \frac{\overline{\overline{\overline{\overline{C}}}}_{\mathrm{Voigt}} + \left\{\overline{\overline{\overline{\overline{S}}}}_{\mathrm{Reuss}}\right\}^{-1}}{2} \quad (14)$$

Dans le premier chapitre, nous avons souligné la dispersion des données disponibles sur les coefficients d'élasticité de la phase β. Afin de déterminer le jeu de données permettant de décrire au mieux le comportement élastique de la phase β du Ti-5553, nous utiliserons ce schéma d'homogénéisation sur les microstructures trempées. Sur celles-ci, l'écart angulaire au sein d'un grain β est faible, c'est pourquoi nous pourrons considérer chaque grain comme une phase. La fraction surfacique (aire du grain / aire totale) sera assimilée à la fraction volumique. Sur ces microstructures, le calcul des tenseurs sera appliqué à partir de tous les coefficients Cij présentés dans le chapitre I. La comparaison avec le module expérimental permettra de sélectionner les valeurs qui permettent de décrire les données expérimentales au mieux en fonction de la texture cristallographique.

Après avoir déterminé le jeu de données décrivant au mieux le comportement de la phase β, il sera possible de déterminer la contribution de celle-ci aux propriétés élastiques d'une microstructure bimodale. Pour cela, le schéma d'homogénéisation sera appliqué sur les microstructures forgées et industrielle pour lesquelles les microstructures sont plus complexes que les microstructures trempées. Par exemple, comme nous l'avons montré sur la Figure 59, la désorientation au sein d'un grain β est importante. En conséquence, nous considérons comme une phase d'entrée chaque pixel des cartographies EBSD. La contribution de chaque pixel étant équivalente, la fraction surfacique de chaque phase sera donc égale à l'inverse du nombre de pixels en entrée du modèle.

Afin de vérifier que le comportement d'une éprouvette peut être modélisé à partir d'une cartographie EBSD surfacique, il est nécessaire de vérifier que les cartographies d'orientations EBSD effectuées sur la surface des éprouvettes de mesure DRM sont représentatives de l'ensemble du volume. C'est pourquoi, nous avons effectué des cartographies sur les faces opposées de plusieurs éprouvettes d'une épaisseur de 1 mm. Un premier exemple sur une éprouvette de microstructure trempée après un traitement de 250h à 1000°C, pour laquelle la différence de texture cristallographique entre les deux faces est la plus importante, est présenté en Figure 82. Le second exemple présente une microstructure forgée MFB, pour laquelle les différences de texture entre les deux faces d'une même éprouvettes sont faibles (Figure 83).

Sur une microstructure trempée peu de grains sont traversants malgré une taille de grains importante. Néanmoins, on peut observer sur les figures de pole inverses associées aux cartographies EBSD, deux maxima de la fonction de densité d'orientation en commun. Sur un état forgé, l'évolution de l'orientation au sein des grains ne permet pas d'établir une correspondance entre les deux faces. Cependant on peut observer sur la Figure 83 que la différence de texture cristallographique entre les deux faces est moins importante que celle observée sur la microstructure trempée.

Afin de quantifier l'influence de la différence de texture cristallographique entre les deux faces d'une éprouvette, nous avons appliqué le schéma d'homogénéisation à partir de chacune des cartographies EBSD. La valeur homogénéisée est de 89 GPa à partir des informations d'orientation présentées sur la cartographie de la Figure 82.a et de 82 GPa à partir des informations présentées sur la Figure 82.b. La différence de module d'Young homogénéisé à partir des deux cartographies EBSD de l'éprouvette trempée présentée sur la Figure 82 est donc de 7 GPa. Cet exemple correspond à l'erreur maximale parmi les éprouvettes testées. Dans les autres cas testés, la différence de module homogénéisé entre les deux faces d'une éprouvette est de l'ordre de 3 GPa.

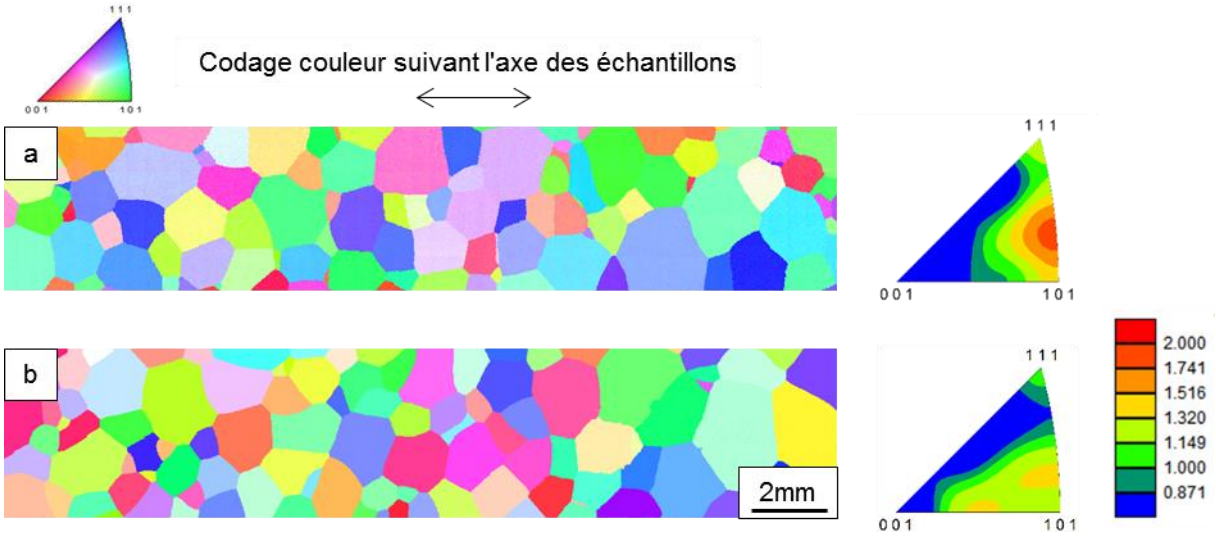


Figure 82 : Cartographie EBSD avec un pas de 7 µm, et ODF projetées sur le triangle standard de la phase β d'une éprouvette de microstructure trempée". (a) face avant; (b) face arrière

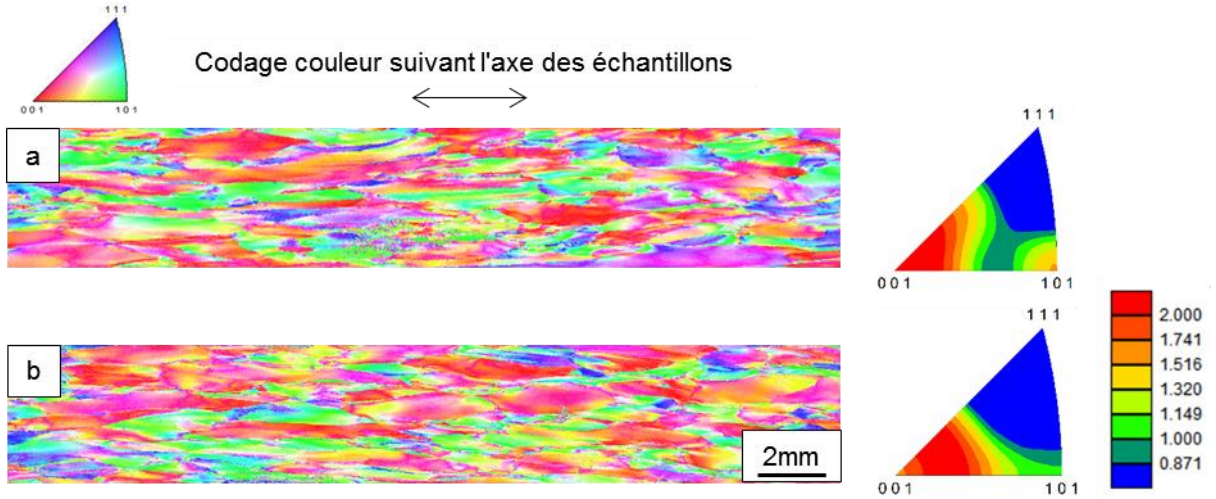


Figure 83 : Cartographie EBSD de la phase β avec pas de 5 µm d'éprouvettes de microstructure forgée, prélevée suivant la direction L. (a) face avant; (b) face arrière.

II.4. Synthèse

L'étude bibliographique des propriétés mécaniques associées aux microstructures bimodales, a permis de mettre en évidence l'influence de la précipitation α et de la texture cristallographique des phases α et β. Des microstructures possédant des textures cristallographiques différentes ainsi que des microstructures forgées possédant différents taux de phase α ont pu être obtenues. Les 6 microstructures conçues permettront d'étudier spécifiquement certains aspects qui demeurent mal maitrisés actuellement.

Nous nous intéresserons en premier lieu aux propriétés élastiques. Les 4 microstructures trempées sont associées à des textures cristallographiques qui décrivent les principales directions associées à une phase cubique. Celles-ci permettront d'estimer l'influence de l'anisotropie élastique de la phase β sur les caractéristiques élastiques grâce à la précision de la mesure par résonance dynamique. De plus, il sera possible de déterminer le jeu de constantes le plus adapté pour décrire les propriétés élastiques de la phase β du Ti-5553. La comparaison des résultats obtenus sur les microstructures forgées et industrielles permettra ensuite d'estimer l'influence de la précipitation α sur les propriétés élastiques.

Dans un second temps, les résultats établis à partir d'essais mécaniques conventionnels sous sollicitation monotone et cyclique sur la microstructure industrielle seront analysés. En particulier, le lien entre l'amorçage de fissures en fatigue et l'orientation cristallographique de la phase β suggéré par Duval **[Duval, 2013]** sera étudié à partir des essais de durée de vie. L'influence de l'orientation cristallographique de la précipitation α sur l'amorçage de fissures de fatigue, sera également étudiée à partir de l'essai interrompu effectué sur une éprouvette à section carrée. Enfin, un éclairage sur les phénomènes opérant lors des essais en traction sera apporté par les essais de caractérisation du champ de déformation pour mettre en évidence les phénomènes de localisation de la déformation.

CHAPITRE III. CARATÉRISATION DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES DE L'ALLIAGE Ti-5553

Les études antérieures ont suggéré une influence marquée de l'anisotropie élastique de la phase β sur les propriétés mécaniques. Cet aspect étant mal renseigné dans la littérature, une étude spécifique était nécessaire. C'est pourquoi différentes microstructures trempées seront exploitées afin d'étudier un matériau 100% β.

Au préalable, il est cependant nécessaire de statuer sur l'influence de la précipitation de phase ω ayant lieu au cours de la trempe sur le comportement élastique.

Par la suite, la caractérisation du comportement élastique des éprouvettes de microstructures "trempées" permettra de critiquer la pertinence des données de la littérature, rappelées au chapitre I, pour décrire celui de la phase β du Ti-5553.

Enfin, le Ti-5553 avec une microstructure "industrielle", contient environ 60% de phase α sous forme de nodules (précipitation primaire) et de lamelles (précipitation secondaire). En conséquence, la contribution à l'élasticité de la précipitation α sera quantifiée à l'aide des microstructures "forgées" et "industrielle" pour faire le lien entre les propriétés élastiques des phases α et β et le comportement global du matériau industriel. La contribution respective de ces différentes composantes vis-à-vis du comportement du Ti-5553 sera discutée à la lumière de ces résultats.

III.1. Influence de la précipitation ω sur les propriétés élastiques du Ti-5553 trempé depuis le domaine β.

L'étude bibliographique a suggéré un rôle non négligeable de la phase ω_{ath} sur le comportement élastique des alliages de titane β-métastable. En effet, les études dédiées rapportent une rigidité plus élevée que celle de la phase β. De surcroît, la transformation $\beta + \omega_{ath} \rightarrow \beta + \omega_{ath} + \omega_{iso}$ est susceptible de se produire à température ambiante, comme montré par Vigier et al. pour l'alliage βIII **[Vigier, 1976]**, et ainsi de faire évoluer la fraction de phase ω.

Afin de déterminer si la précipitation de phase ω_{ath} lors d'une trempe depuis le domaine β et de la phase ω_{iso} susceptible d'intervenir à température ambiante ont une influence significative sur les propriétés élastiques, nous disposions de 6 éprouvettes (ω1 à ω6) prélevées dans le bloc de matière traité TTH 1 (960°C/16h/Trempe eau). Sur 5 d'entre elles, le module d'Young a été mesuré par la méthode DRM après trempe puis après un vieillissement de 8 heures à 300°C. Ce traitement de vieillissement est destiné à faire germer et croitre entre 7 et 10% de phase ω_{iso} comme montré par Coakley et al. pour du Ti-5553 **[Coakley, 2016]**. Afin de limiter les problématiques liées à l'oxydation, le vieillissement a été réalisé dans un four sous vide identique à celui utilisé pour fabriquer les microstructures MFB. En conséquence, la vitesse de refroidissement est limitée à 2.5°C/min. Sur la dernière éprouvette (ω6) un suivi du module d'Young in situ au cours du vieillissement par DRM a été mis en place. Celui-ci a pour objectif la détection de la réversion de la phase ω_{ath} afin de quantifier l'influence de celle-ci sur les propriétés élastiques du matériau.

Les résultats de mesures de module d'Young sur un état trempé et après vieillissement sont présentés sur la Figure 84. Le module d'Young moyen pour un état trempé est de 75 GPa. Cette valeur est très proche de certaines valeurs issues de la bibliographie pour une microstructure β trempée à partir d'alliages de chimie relativement différente (Ti-35Nb **[Hayama, 2014]**, Ti-5553 **[Martin, 2012]** et Ti-Mo **[Zhang, 2015]**), mais plus élevée que certaines valeurs obtenues sur des alliages spécifiquement optimisés pour des applications biomédicales (Ti-15Mo-5Zr-3Al **[Lee, 2012]** et Ti-29Nb-9Ta-10Zr **[Cojocaru, 2013]**).

Le traitement thermique de vieillissement à un effet rigidifiant très important puisque le module moyen après celui-ci est de 115 GPa. Seule la phase ω_{iso} étant susceptible de se former à cette température, on peut attribuer cette évolution à sa formation. En effet, les études portant sur les propriétés élastiques de cette phase rapportent une rigidité plus élevée que la phase β (de 132.7 à 162.9 GPa en fonction de la direction de sollicitation **[Tane, 2013]**).

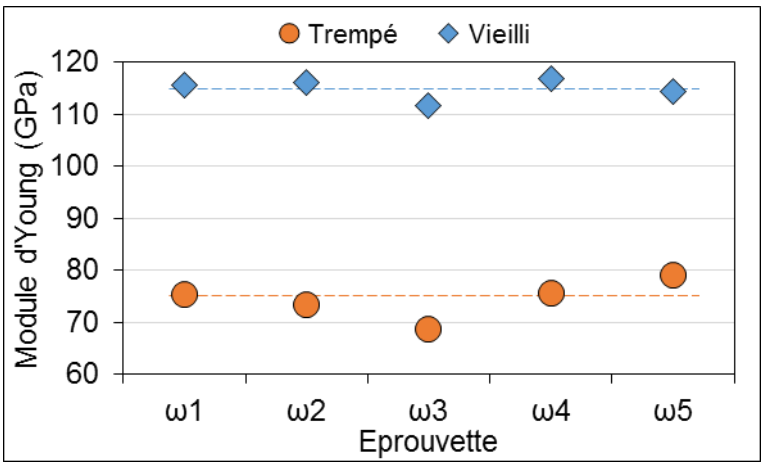


Figure 84 : Module d'Young mesuré par la méthode DRM après traitement TTH 1 et après un vieillissement 300°C/8h suivi d'un refroidissement à 2.5°C/min. Les lignes pointillées indiquent la valeur moyenne.

Un suivi in situ de l'évolution du module d'Young par la méthode DRM a été effectué lors de la chauffe à 2.5°C/min et durant les 8 premières heures du maintien à 295°C. Le cycle thermique est représenté en Figure 85. Le coefficient de frottement interne est également mesuré en continu.

Afin d'isoler l'influence de la précipitation ω apparaissant au refroidissement sur les propriétés élastiques du matériau, un second cycle thermique est introduit pour permettre une mesure du module d'Young du matériau dans un état quasi-stabilisé en fonction de la température. En effet, la formation de ω étant lente par rapport à la durée de ce second cycle, l'évolution de module d'Young observée permettra d'isoler la contribution de la précipitation ω.

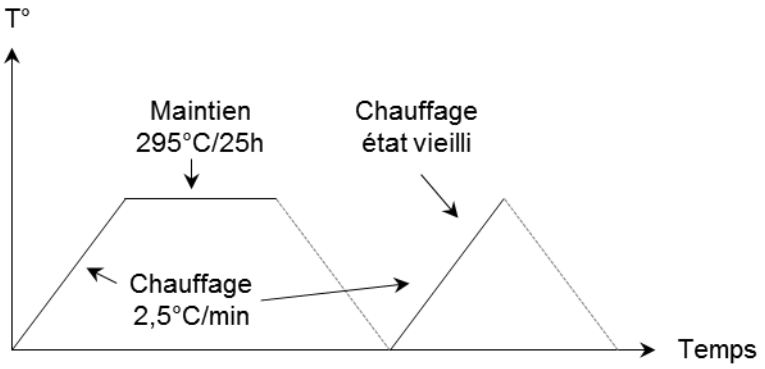


Figure 85 : Schéma des traitements thermiques effectués sur l'éprouvette ω6, le suivi in situ du module d'Young et du coefficient de frottement interne par DRM a été effectué durant les phases de chauffe et de maintien en température (traits plein).

En début d'essai, le module d'Young de l'éprouvette est de 70 GPa (Figure 86.a). Au cours du chauffage, le module d'Young ainsi que le coefficient d'amortissement sont stables jusqu'à la température de 100°C. À partir de ce stade, le module d'Young augmente progressivement avec apparition d'un pic de frottement interne vers 240°C. Ce pic est directement lié à une variation de la valeur du module d'Young qui croît linéairement jusqu'à la température de vieillissement de 295°C. Il est probablement associé à la formation de phase ω_{iso}. La température d'apparition de ce pic de 240°C, très proche des valeurs relevées dans les travaux de Vigier et Al **[Vigier, 1979]**, semble confirmer cette hypothèse. Une fois la température de palier atteinte, l'augmentation de module d'Young est de 10% comparée à la valeur à température ambiante (77 et 70 GPA respectivement).

L'augmentation de rigidité liée à la précipitation de phase ω_{iso} au cours du chauffage semble donc limitée.

Une fois la température nominale atteinte, le module d'Young augmente d'abord rapidement pendant les deux premières heures (Figure 86.a). Il tend à se stabiliser ensuite autour d'une valeur proche de 100 GPa. Après 8 heures de vieillissement, le module d'Young vaut 98 GPa, le facteur d'amortissement Q a diminué jusqu'à une valeur proche de la valeur initiale, ce qui indique que la transformation $\beta + \omega_{ath} \rightarrow \beta + \omega_{iso}$ est lente par rapport à la durée de l'essai. On peut en conclure que la fraction volumique de phase ω_{iso} est proche de la fraction dans un état stable.

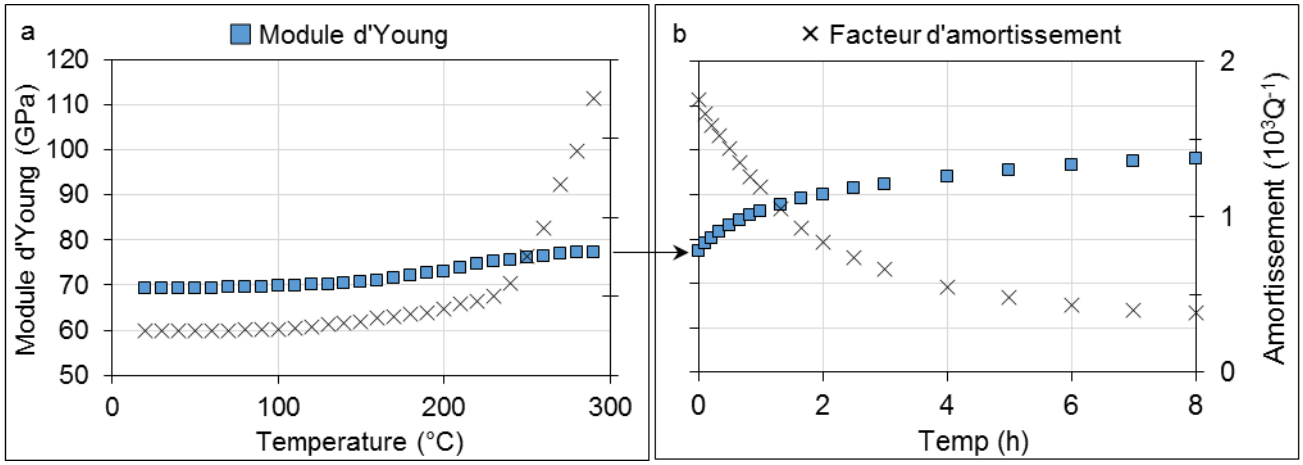


Figure 86 : (a) Evolution du module d'Young et du facteur d'amortissement Q au cours d'un chauffage après traitement TTH 1. (b) Module d'Young et facteur d'amortissement en fonction du temps de maintien au cours d'un vieillissement à 295°C.

Les valeurs de module d'Young au cours des phases de chauffage après le maintien à 295°C sont présentées sur la Figure 87. Sur cette figure, les valeurs obtenues lors du premier cycle de chauffage sont reportées pour comparaison. Après retour à température ambiante à la fin du premier cycle, le module d'Young est de 114 GPa. On peut noter que cette valeur est proche de celle du module d'Young mesuré après vieillissement sur les autres éprouvettes. Lors du second cycle de chauffage, un comportement usuel de diminution du module avec l'augmentation de température est alors observé **[Vigier, 1976]**. Suite au premier cycle thermique, le facteur d'amortissement Q semble stable autour de $0.25.10^{-3}$, ce qui semble indiquer une faible évolution de la microstructure.

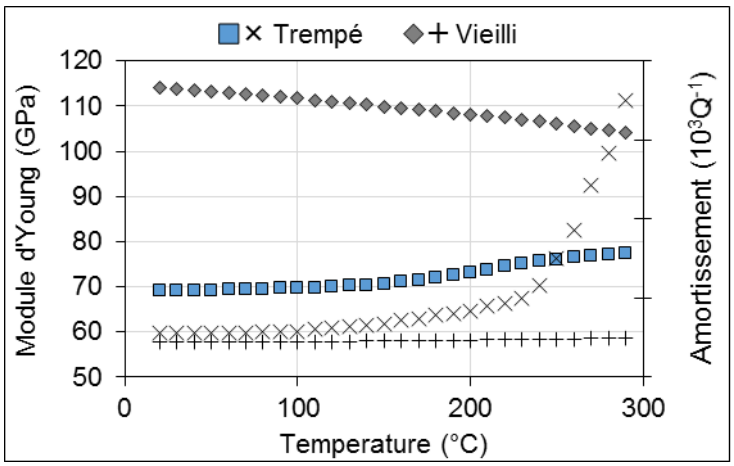


Figure 87 : Evolution du module d'Young (symbole plein) et du facteur d'amortissement Q (croix) au cours d'un chauffage après traitement TTH 1 (Trempée) et après vieillissement de 25 heures à 295°C.

Comme nous l'avons rappelé dans le chapitre I, Vigier et al. **[Vigier, 1979]** ont montré que pour l'alliage βIII la germination de phase ω_{iso} est possible à température ambiante par des mécanismes sans diffusion et semble conduire à une augmentation significative du module d'élasticité. Dans notre cas, plusieurs jours se sont écoulés entre les mesures présentées sur la Figure 84 et la mesure "in situ", sans conduire à une différence significative de module d'Young toujours proche de 70 GPa. Tandis que, sur l'alliage βIII la germination de phase ω_{iso} à température ambiante semble avoir une influence significative sur les propriétés élastiques pour une durée courte de l'ordre d'une heure ($\Delta G/G = 5\%$ en quelques heures).

La fraction volumique de phase ω_{iso} précipité après un traitement thermique de 8 heures à 300°C a été estimée entre 7 et 10% sur du Ti-5553 **[Coakley, 2015]**. Cette valeur est très inférieure aux valeurs obtenues par Vigier et al. **[Vigier, 1976]** pour l'alliage βIII ou Williams et al. **[Williams, 1970]** pour un alliage binaire Ti-10Mo pour lesquelles la fraction de phase ω précipitée peut atteindre 80% et 60% respectivement, et ce, pour des traitements thermiques dont les durées (quelques heures) et températures (environ 300°C) sont du même ordre de grandeur que celles appliquées sur nos échantillons.

L'absence d'évolution de module d'Young quelle que soit la durée de "stockage" avant essai des éprouvettes de Ti-5553 suggère une germination beaucoup plus lente que sur l'alliage βIII ou/et que la fraction volumique de phase précipitée à température ambiante est significativement plus faible.

Comme nous l'avons rappelé dans le premier chapitre, des mesures effectuées par résistivité électrique montrent qu'il y aurait dans un premier temps réversion de la phase ω_{ath} lors d'un vieillissement. Dans l'hypothèse où la fraction de phase ω_{ath} précipitée après trempe joue un rôle significatif sur les propriétés élastiques du Ti-5553 trempé, la réversion de cette phase mesurée par résistivité électrique devrait se manifester par une diminution du module d'Young lors des premiers instants de l'essai in situ. Or, nous observons plutôt une augmentation du module d'Young. Cela montre que la fraction de phase ω_{ath} formée lors d'une trempe depuis le domaine β et subissant la réversion est trop faible pour avoir des conséquences détectables sur les propriétés élastiques de la phase β. Les vitesses de chauffage et de refroidissement lors des mesures de résistivité électrique présentées dans le chapitre I sont de l'ordre de $10°C.s^{-1}$ dans notre cas la vitesse de chauffage est de $2.5°C.min^{-1}$. Il est donc possible que la réversion de la phase ω_{ath} suivi de

précipitation de phase ω_{iso} soit trop rapide pour être mesurée par la méthode DRM pour laquelle la fréquence d'acquisition est d'environ 0.2 Hz.

Nous avons montré que la phase ω_{ath} précipitée lors d'une trempe depuis le domaine de stabilité de la phase β ne semble avoir aucun effet significatif sur les propriétés élastiques du Ti-5553 trempé. Nous avons également montré que la précipitation de phase ω_{iso} pouvait avoir lieux pour des températures proches de la température ambiante. Cependant la cinétique de transformation (à température ambiante) est suffisamment lente pour négliger son influence sur les propriétés élastiques.

Nous pouvons donc conclure qu'assimiler un échantillon de Ti-5553 trempé depuis le domaine de stabilité de la phase β, à un état "100% β" pour la mesure des propriétés élastiques semble être une approche raisonnable.

III.2. Propriétés élastiques de la phase β.

Comme nous l'avons vu au chapitre I, les différents jeux de constantes d'élasticité de la phase β du titane rapportés de la littérature sont très dispersés et conduisent à des comportements très différents. Afin de déterminer celui qui permet de décrire au mieux les propriétés élastiques de la phase β du Ti-5553, nous allons comparer le comportement prédit en utilisant les différents jeux de données et des résultats expérimentaux de module d'Young obtenus par la technique DRM sur les microstructures trempées. Pour chaque éprouvette, l'orientation de la phase β a été préalablement caractérisée par la technique EBSD. Cette procédure a été réalisée sur les quatre microstructures trempées présentées au chapitre II. Les traitements thermiques appliqués aux microstructures trempées, décrits dans le chapitre II, sont rappelés dans le Tableau 14 ci-dessous. La démarche d'homogénéisation numérique, appliquée à partir des données de la littérature et en utilisant les données d'orientation cristallographique associées à chaque éprouvette, a été utilisée afin d'évaluer leur pertinence pour décrire le comportement élastique du Ti-5553. Cela est notamment permis par les différentes textures cristallographiques obtenues et caractérisées au chapitre II.

Tableau 14: Description des traitements thermiques appliqués aux microstructures trempées

Désignation	TTH 1	TTH 2	TTH 3	TTH 4
Traitement	960°C/16h	960°C/90h	1000°C/250h	1100°C/1000h

III.2.a. Résultats expérimentaux

Traitement thermique TTH 1

Les cartographies d'orientation cristallographique des grains β et les fonctions de distribution d'orientations associées, projetées sur une figure de pole inverse pour les quatre éprouvettes ayant subi le traitement TTH 1, sont présentées sur la Figure 88. Sur celles-ci, les valeurs de module d'Young mesurées par la méthode DRM (en GPa) sont également indiquées. Les cartographies EBSD obtenues sur une face des éprouvettes contiennent environ 300 grains équiaxes dont le diamètre moyen est d'environ 600 µm. Il

y a peu de différences sur la texture cristallographique associée aux éprouvettes. En effet, et comme en attestent les figures de pôles inverses présentées sur la Figure 88, pour les quatre éprouvettes, l'orientation cristallographique majeure est la direction <001> avec une probabilité d'occurrence deux fois supérieure à une distribution aléatoire. On notera cependant une densité de probabilité plus importante dans la direction <111> pour l'éprouvette référencée "E4" comparée aux autres éprouvettes. Le module d'Young moyen associé au traitement TTH 1 est de 70 GPa. Cette valeur est en bon accord avec les résultats établis dans la partie III.1 et les valeurs issues de la littérature pour un état β trempé. L'écart type associé étant de 0.3 GPa, la dispersion liée à la technique de mesure mais aussi aux différences microstructurales est faible.

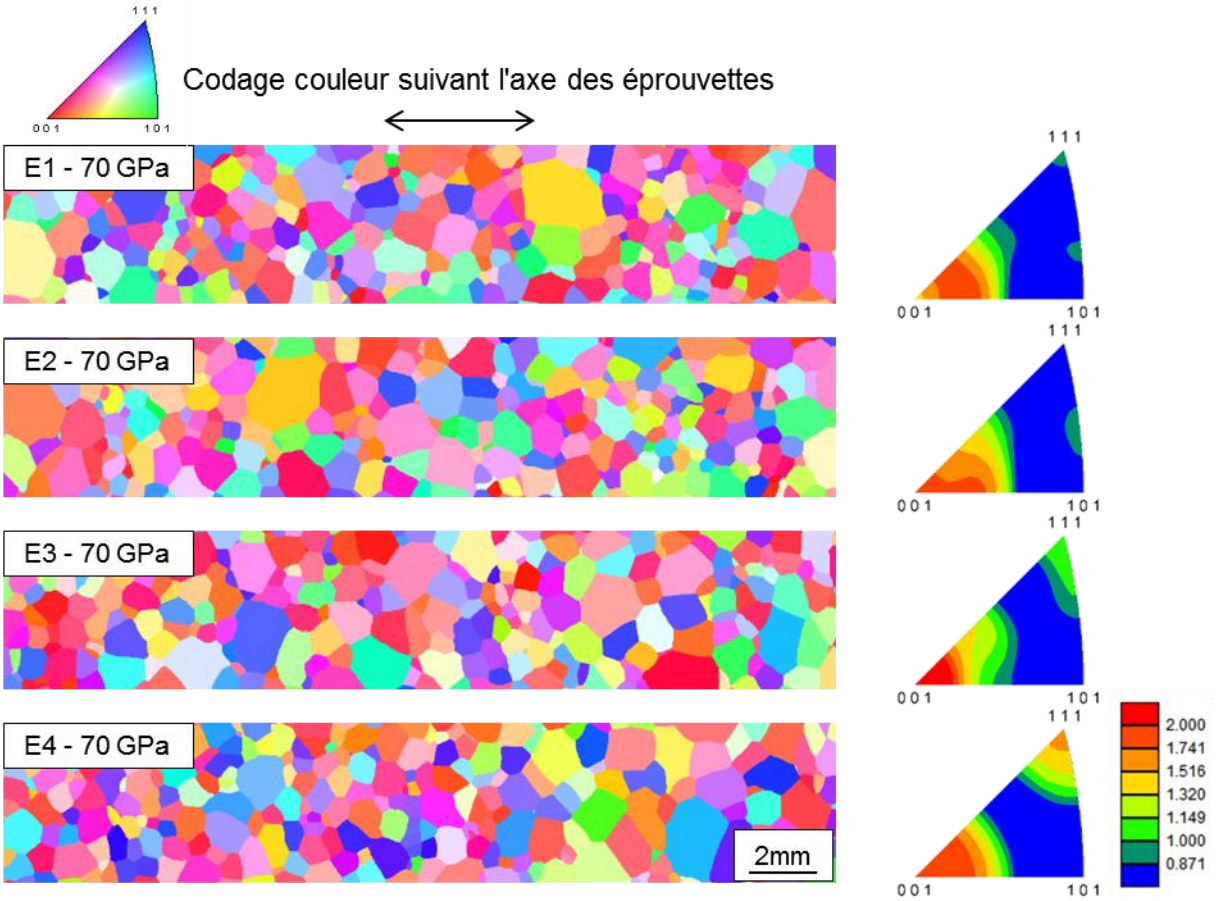


Figure 88 : Cartographies EBSD de la phase β avec pas de 7 µm, après traitement TTH 1 (960°C/16h/Trempe eau) et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard.

Pour ce traitement, trois éprouvettes de mesure de module de cisaillement ont également été réalisées. Les valeurs de module de cisaillement obtenues sont présentées sur la Figure 89. La valeur moyenne du module de cisaillement est de 32,8 GPa, celle-ci est du même ordre de grandeur que celle mesurée sur des alliages Ti-Nb par Fedotov et Belousov **[Fedotov, 1964]** ou Bonïsh et al. **[Bönisch, 2015]**. L'écart type associée à ces valeurs est de 0,1 GPa, la dispersion est donc faible, comme pour le module d'Young.

La valeur du coefficient de Poisson calculée par la formule $\upsilon = {}^{E}/_{2G} - 1$, à partir des valeurs moyennes présentées ci-dessus est de 0,07. Celle-ci est très inférieure aux valeurs rapportées dans la littérature. En effet, on trouve des valeurs de 0.33 à 0.37 en fonction du taux de phase α pour du Ti-10V-4.5Fe-1.5Al **[Viswanath, 2015]** et de 0.32 à 0.40 pour des alliages Ti-Nb en fonction de la concentration en niobium (de 16 à 31%)

[Bönisch, 2015]. Cette différence peut être liée à la texture cristallographique de la phase β car la formule utilisée n'est valide que pour des matériaux isotropes. Or la phase β est anisotrope et la caractérisation par EBSD a montré une texture cristallographique non négligeable. Le calcul du coefficient de Poisson par cette méthode, "volontairement" inadaptée, permet de mettre en évidence l'influence de la texture cristallographique de la phase β sur les propriétés élastiques mesurées par la méthode DRM.

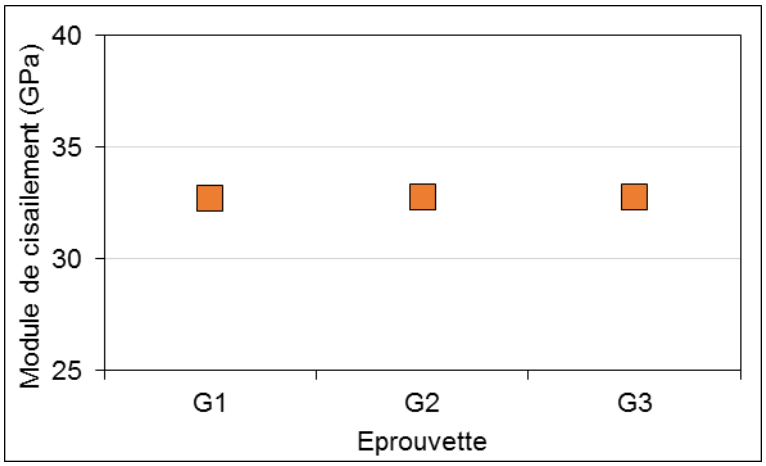


Figure 89 : Module de cisaillement mesuré expérimentalement par la méthode DRM après traitement TTH 1 (960°C/16h/Trempe eau).

Traitement thermique TTH 2

La durée du traitement thermique TTH 2 (960°C/90h/Trempe eau) a été augmentée pour promouvoir la croissance des grains β et ainsi, d'accentuer la dispersion de texture et de module d'Young entre les différentes éprouvettes. Les cartographies EBSD des 5 éprouvettes réalisées après le traitement TTH 2 ainsi que les valeurs de module d'Young associées, sont présentées sur la Figure 90. Comme attendue, l'augmentation de la durée de traitement thermique conduit à une augmentation de la taille de grain moyenne. Pour le traitement TTH 2 elle est d'environ 800 µm. En conséquence, chacune des cartographies EBSD établies sur une face de ces éprouvettes contient environ 200 grains. La texture cristallographique est relativement proche de celle mesurée sur les éprouvettes traitées TTH 1. En effet, les figures de pôles inverses montrent que la surface étudiée présente une orientation préférentielle proche de <001>. Le module moyen après ce traitement est de 70 GPa. Cette valeur est identique à celle obtenue après le traitement TTH 1.

La comparaison des figures de pôles inverses obtenues après les traitements TTH 1 et TTH 2 montre que la dispersion de texture cristallographique d'une éprouvette à l'autre est plus marquée que sur les éprouvettes ayant subi le traitement TTH 1. On peut également remarquer que l'écart type associé aux mesures suite au traitement TTH 2 est de 3,2 GPa contre 0.3 GPa précédemment. Ces différences de textures semblent donc conduire à une dispersion de module d'Young plus importante. Par exemple, l'éprouvette "E7" possède le module d'Young le plus faible pour ce traitement thermique (67 GPa). La figure de pôle inverse associée à cette éprouvette montre que les directions les plus rigides telles que <111> et <101> sont moins représentées que sur les autres éprouvettes. De même, l'éprouvette "E8", qui possède le module d'Young le plus fort (76 GPa), est également l'éprouvette où les directions <111>, plus rigide, sont plus présentes.

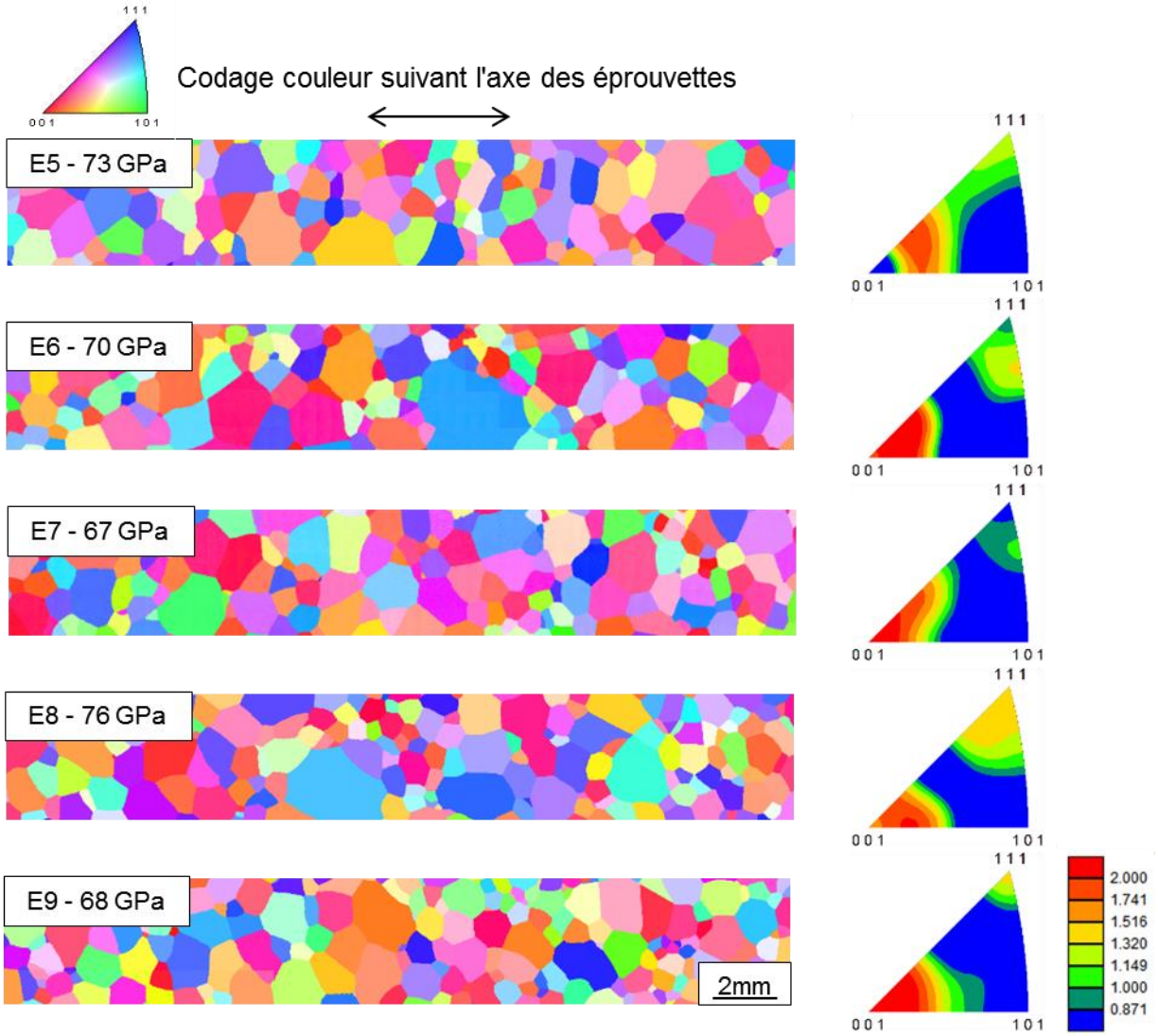


Figure 90 : Cartographie EBSD de la phase β avec pas de 7 µm, après traitement TTH 2 (960°C/90h/Trempe eau) et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard.

Traitement thermique TTH 3

La matière utilisée pour le traitement TTH 3 (1000°C/250h/Trempe eau) a été prélevée suivant la direction transverse, dans le but d'obtenir une texture cristallographique différente. La taille de grains moyenne de 1150 µm suite à ce traitement, limite à une centaine le nombre de grains en surface de l'éprouvette. Les cartographies EBSD sont présentées sur la Figure 91. Après ce traitement thermique, la texture cristallographique associé à la phase β est significativement différente de celle observée sur les éprouvettes ayant subi les traitements TTH 1 et TTH 2. En effet, pour ce traitement, la probabilité d'orientation dans des directions <101> et <111>, plus rigides que la direction <001>, est plus élevée. Le module d'Young moyen mesuré sur ces éprouvettes est de 81 GPa soit 14% plus élevé que le module moyen obtenu après les traitements TTH 1 et TTH 2. L'écart type associé à ces mesures est de 2,7 GPa. Celui-ci est du même ordre de grandeur que celui associé à la campagne d'essais suite au traitement TTH 2 (3,2 GPa). À partir de l'analyse des figures de pôle inverses, on peut également remarquer une corrélation entre l'orientation cristallographique de la phase β et le module d'Young sur les éprouvettes traitées TTH 3. Ainsi, l'éprouvette "E10" où la

direction <001>, la plus souple, est la moins présente, a le module d'Young le plus élevé (85 GPa). De même, les éprouvettes "E11" et "E13" où la direction <001> est comparativement la plus présente ont les modules d'Young les plus faibles (78 et 79 GPa).

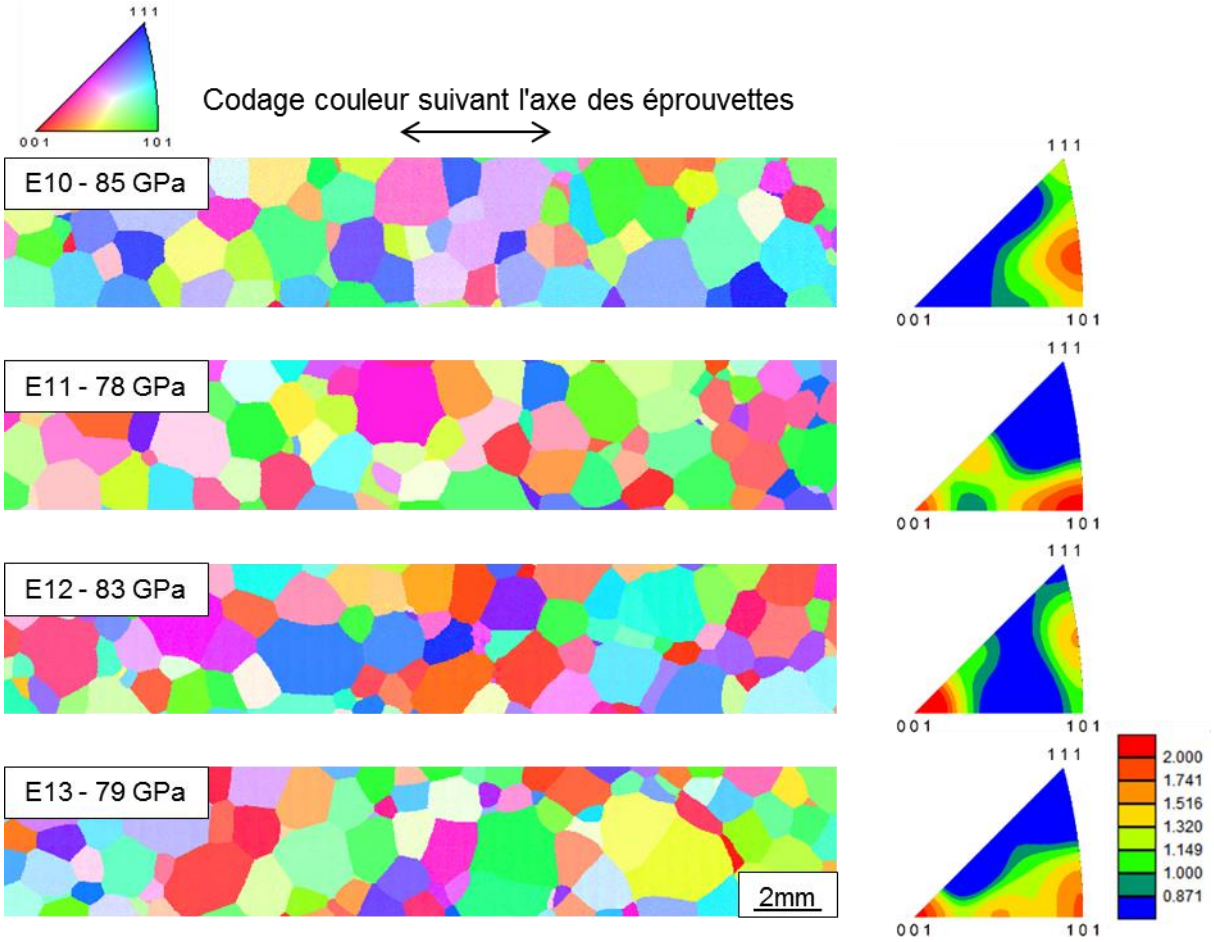


Figure 91 : Cartographie EBSD de la phase β avec pas de 7 µm, d'échantillons après traitement TTH 3 (1000°C/250h/Trempe eau) et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard.

Trois éprouvettes de mesure de cisaillement ont été réalisées avec cette microstructure. Les résultats sont présentés sur la Figure 92. Le module de cisaillement moyen associé à cette microstructure est de 34.5 GPa. On constate une valeur proche de la valeur obtenue pour le traitement TTH 1 (32.8 GPa). Cependant, l'écart type de 1,3 GPa est plus important que pour celui-ci. Ceci peut être lié à la taille de grains, plus élevée qu'après le traitement TTH 1. En effet une influence similaire a été observée sur le module d'Young.

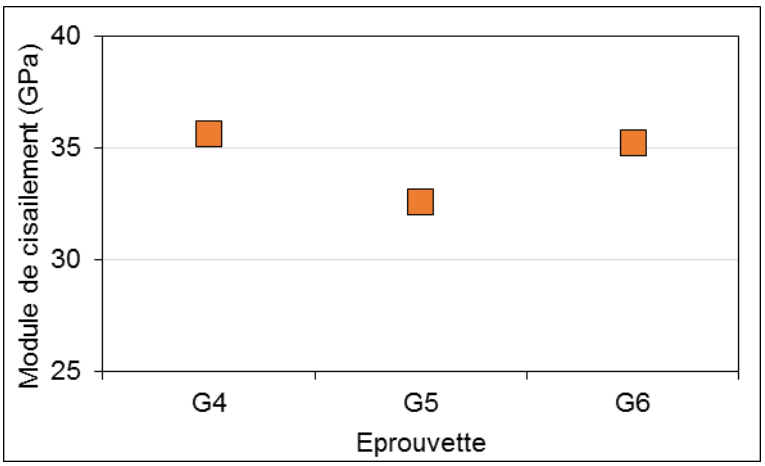


Figure 92 : Module de cisaillement mesuré expérimentalement par la méthode DRM sur des échantillons après traitement TTH 3 (1000°C/250h/Trempe eau)

Traitement thermique TTH 4

Les cartographies d'orientation cristallographique obtenues par la technique EBSD et associées aux éprouvettes après le traitement TTH 4 sont présentées sur la Figure 93. La taille de grain moyenne est d'environ 400 µm. Cela conduit à environ 600 grains par cartographie EBSD. L'analyse des figures de pôles inverses permet de constater que les directions proches de <111> sont majoritairement représentées. Le caractère rigide de ces directions conduit à un module d'Young moyen de 90 GPa, soit 29% supérieur à celui mesuré sur les éprouvettes ayant subi les traitements TTH 1 et TTH 2. La dispersion de mesure de module associée à cette microstructure est faible, l'écart type associé à ces mesures étant de 0,7 GPa. Comme discuté précédemment, cette observation peut être liée à la taille de grains de cette éprouvette.

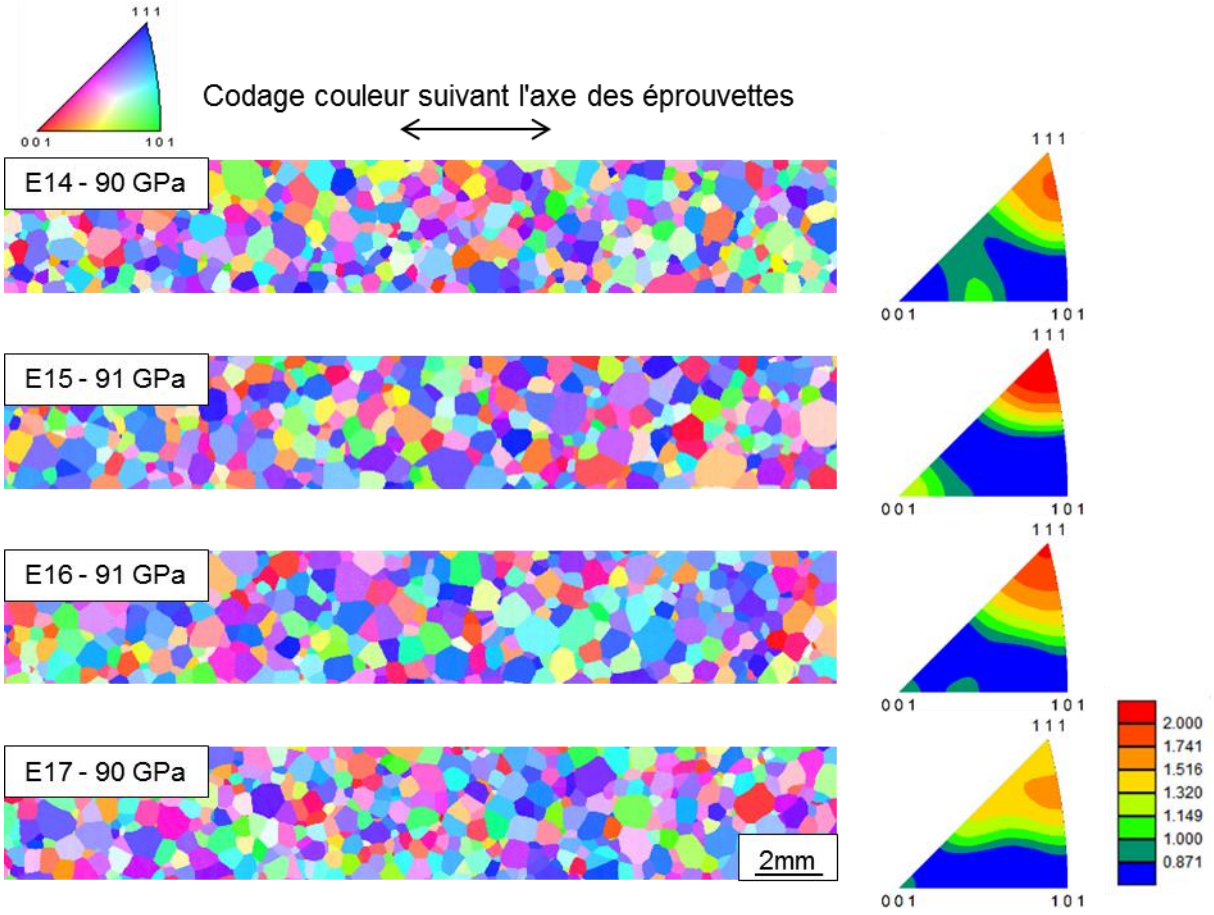


Figure 93 : Cartographie EBSD de la phase β avec pas de 7 µm, après traitement TTH 4 et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard.

Par ailleurs, deux éprouvettes de mesure du module de cisaillement ont été réalisées avec cette microstructure. Les valeurs de module de cisaillement obtenues pour celles-ci sont de 30.6 et 31.0 GPa. La valeur de module de cisaillement moyenne de 30.8 GPa est inférieure à celle obtenue après les traitements TTH 1 (32.8 GPa) et TTH 3 (34.5 GPa), tandis que le module d'Young moyen après ce traitement est plus élevé. La valeur de coefficient de Poisson calculée à partir de l'hypothèse d'un matériau isotrope est de 0.47. Celle-ci est nettement supérieure aux valeurs rapportées dans la littérature ou à celle calculée pour les éprouvettes après le traitement TTH 1 ($\nu = 0.07$). La taille de grain étant proche après les traitements TTH 1 (600 µm) et TTH 4 (400 µm), la texture cristallographique semble être la principale source de l'anisotropie de propriétés élastiques mis en évidence.

Synthèse

Une synthèse des mesures de module d'Young sur les 17 éprouvettes trempées est présentée sur la Figure 94. Le lien entre la texture cristallographique et le module d'Young mesuré a été discuté pour les éprouvettes ayant subi un même traitement thermique dans les paragraphes précédents. Le même constat peut être fait en comparant les textures issues des quatre traitements thermiques. En effet, plus les directions rigides <111> et <101> dans une moindre mesure sont présentes, plus le module d'Young mesuré expérimentalement est élevé. Ainsi la texture des éprouvettes traitées TTH 1 et TTH 2, où les directions proches de <001> sont très présentes est associée à un module d'Young

moyen de 70 GPa. À contrario, les éprouvettes traitées TTH 3 et TTH 4 sont associées à des textures cristallographiques <101> et <111> respectivement et ont un module d'Young moyen de 81 et 90 GPa respectivement. Le module d'Young moyen est donc étroitement lié à la probabilité d'avoir des directions rigides de la maille cubique alignées avec la direction de sollicitation.

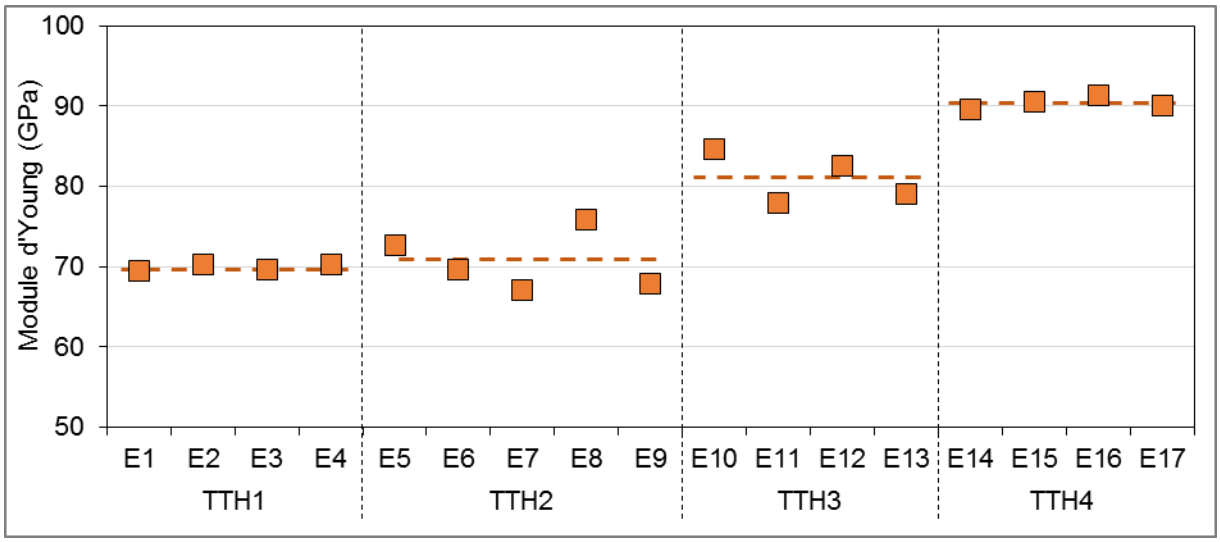


Figure 94 : Module d'Young mesuré expérimentalement par la méthode DRM sur les microstructures "trempées". Les lignes pointillées représentent la valeur moyenne associée à chacun des traitements thermiques.

L'ensemble des résultats de mesure de module de cisaillement est présenté sur la Figure 95. L'évolution du module de cisaillement en fonction des différents traitements thermiques appliqués est différente de celle observée pour le module d'Young. Les valeurs de coefficient de Poisson calculées à partir de ces résultats sont présentées en annexe III. Celles-ci constituent un bon indicateur de l'anisotropie associée aux différentes microstructures étudiées. La relative bonne corrélation entre les mesures de modules d'Young et les cartographies d'orientations cristallographiques suggèrent que la texture cristallographique associée aux éprouvettes est la principale source de cette anisotropie.

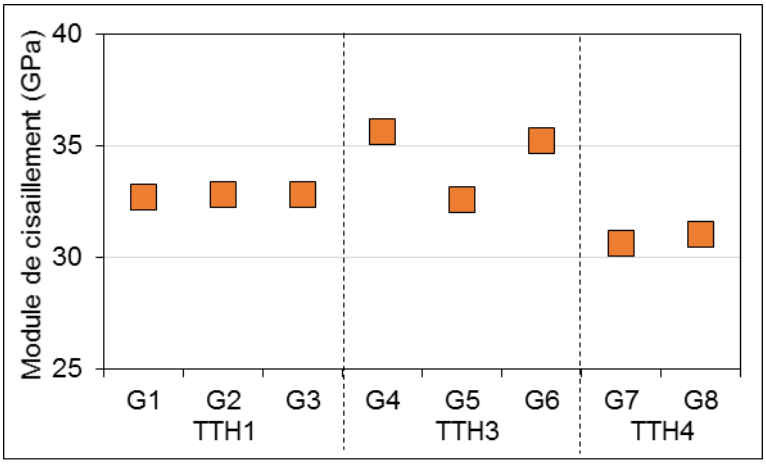


Figure 95 : Module de cisaillement mesuré expérimentalement par la méthode DRM sur les microstructures trempées en fonction du traitement thermique appliqué.

Par contre, la mesure du module de cisaillement intègre les propriétés cristallographiques du matériau différemment. Si pour le module d'Young, la cartographie

EBSD établies en fonction de l'axe longitudinal des éprouvettes permet de bien décrire les résultats observés, pour le module de cisaillement, il semble qu'il faille également intégrer l'anisotropie dans le sens transverse des éprouvettes pour avoir une meilleure description des résultats expérimentaux. De plus le volume de matière sollicité est plus important pour les éprouvettes de mesure de module cisaillement que pour celles de mesure de module d'Young. C'est pourquoi, la dispersion associée aux valeurs expérimentales de module de cisaillement est plus faible que celle observée sur les mesures de module d'Young. Néanmoins, les valeurs de module de cisaillement et de module d'Young établies sur les éprouvettes trempées, suggèrent une corrélation entre la taille de grains et la dispersion de mesure des modules d'élasticité. En effet, celle-ci semble plus importante lorsque le diamètre moyen des grains augmente comme on peut le voir sur la Figure 96. Suite au traitement TTH 1 et TTH 4, les tailles de grains sont de 600 et 400 µm respectivement. Après les traitements TTH 2 et TTH 3 les tailles de grains sont d'environ 800 et 1150 µm. On constate que l'écart type associé aux microstructures résultantes de traitements TTH 2 et TTH 3 est significativement plus important qu'après les traitements TTH 1 et TTH 4. Ceci pose la question du volume élémentaire représentatif en fonction du diamètre des grains pour ces microstructures trempées. Cependant, le nombre d'éprouvettes ayant subi chaque traitement thermique étant relativement faible, d'avantage de données seraient nécessaires pour confirmer cette tendance et identifier un autre paramètre potentiellement influent.

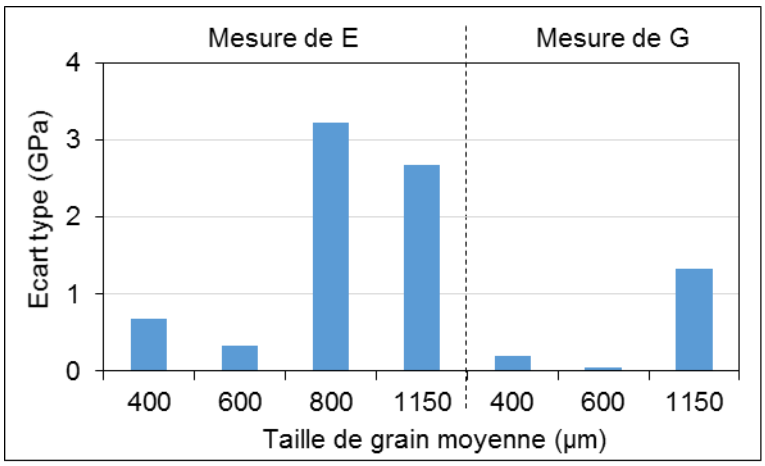


Figure 96 : Écart type en fonction de la taille de grain moyenne.

III.2.b. Choix d'un jeu de constantes d'élasticité pour la phase β du Ti-5553.

Les valeurs de module d'élasticité obtenues dans la partie précédente ont montré une forte influence de la texture cristallographique sur le comportement élastique. Cette observation suggère que la phase β présente une anisotropie élastique marquée. L'obtention d'un jeu de coefficients pour la matrice d'élasticité est un enjeu important afin de permettre une prédiction du champ de contrainte élastique au sein de la phase β.

C'est pourquoi, l'application de la démarche d'homogénéisation numérique décrite au chapitre II, basée sur la moyenne arithmétique des bornes établies à partir des hypothèses de Voigt et Reuss, sera utilisée afin d'évaluer la pertinence des différents jeux de données disponibles dans la littérature. Ces données sont rappelées dans le Tableau

15. Ce modèle, relativement élémentaire, exploite les données d'orientation cristallographique établies sur les éprouvettes de module d'Young. L'information ainsi obtenue est donc uniquement surfacique. Afin d'évaluer la pertinence du modèle mais également pour quantifier l'erreur commise en utilisant les données d'orientation cristallographique d'une seule face, des calculs par la méthode des éléments finis seront couplés à une technique de génération d'agrégats polycristallins.

Tableau 15 : Coefficient de la matrice de rigidité en GPa issue de la littérature et coefficient d'anisotropie défini par Zener ***[Zener, 1949]***.

Auteurs	C_{11}	C_{12}	C_{44}	A
Fisher (1)	160	87	54	1,5
Fisher (2)	133	95	43	2,2
Fisher (3)	140	114	44	3,4
Fisher (4)	159	94	48	1,5
Fisher (5)	99	85	34	4,8
Reid	157	112	40	1,8
Petry	134	110	36	3,0
Brandes	134	110	55	4,6
Kim	135	113	55	5,0
Ogi	98	83	38	5,0
Fréour (1)	174	116	41	1,4
Tane (1)	65	41	32	2,6
Tane (2)	91	56	36	2,1
Jeong	144	119	33	2,7
Herbig	153	101	57	2,2
Fréour (2)	167	115	44	1,7
Hermann	137	110	33	2,4
Martin	100	70	36	2,4
Meng	133	99	26	1,5

La démarche d'homogénéisation numérique sera donc appliquée en exploitant les données d'orientation cristallographique des 17 éprouvettes trempées et avec les 19 jeux de coefficients rappelés dans le Tableau 15. 13 jeux de coefficients parmi les 19 testés conduisent à des bornes de Voigt et Reuss n'encadrant pas les valeurs expérimentales. Ces cas sont présentés sur la Figure 97. Le graphique de la Figure 97.a présente les jeux de coefficients conduisant à une borne inférieure (Reuss) supérieure aux valeurs expérimentales. Le graphique de la Figure 97.b correspond aux jeux de données conduisant à une borne supérieure (Voigt) inférieure aux valeurs expérimentales. Cette première observation a ainsi permis d'écarter ces 13 jeux de coefficients car conduisant à une mauvaise description du comportement de la phase β du Ti-5553. Enfin, on peut remarquer que même si les bornes de Voigt et Reuss ne sont pas respectées, la variation de module d'Young d'une éprouvette à l'autre est assez bien reproduite.

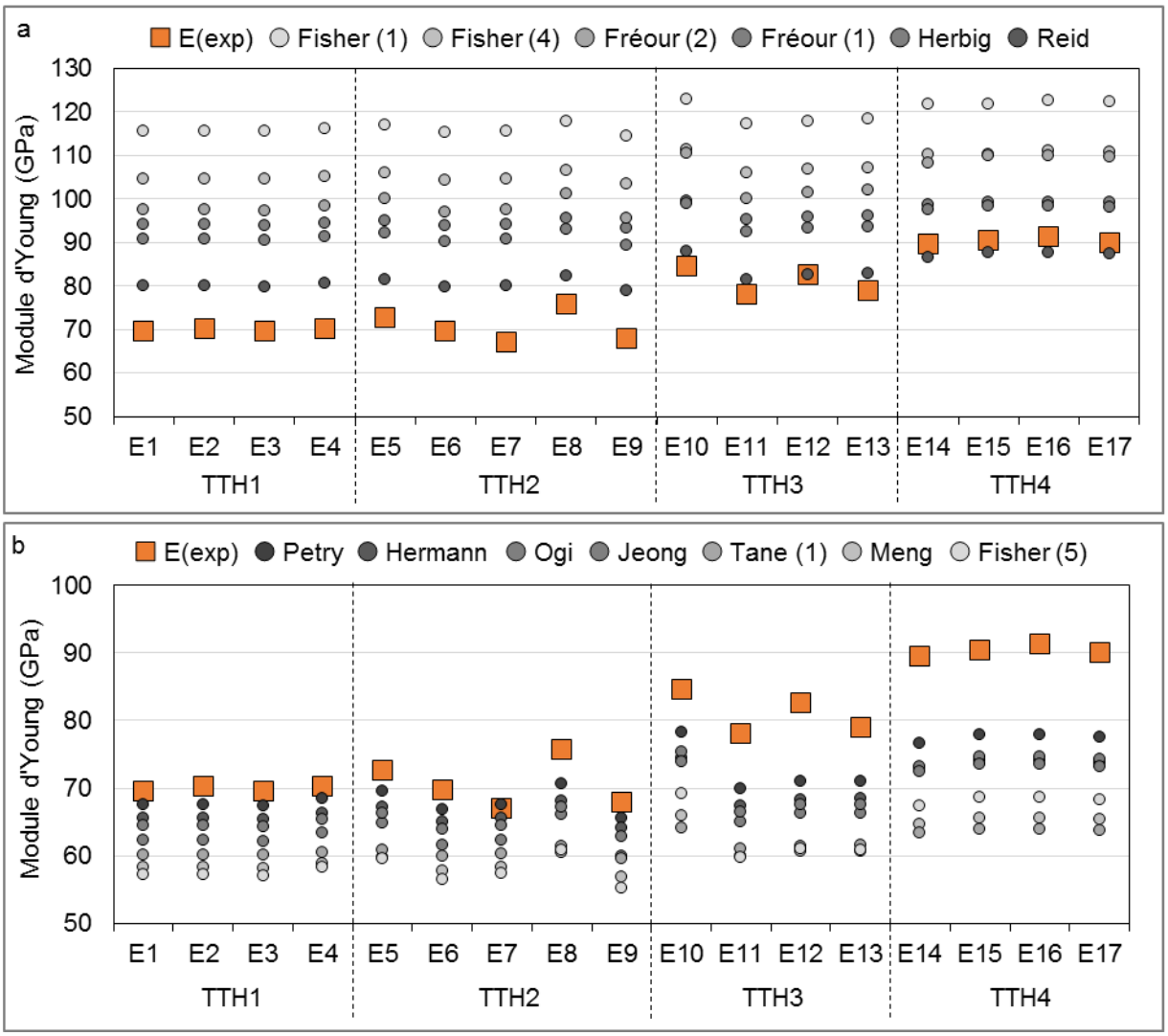


Figure 97 : (a) : Comparaison des valeurs expérimentales et de la borne de Reuss calculée à partir de l'hypothèse de Voigt-Reuss-Hill pour les jeux de coefficients dont la borne de Reuss est supérieure aux résultats expérimentaux. (b) Comparaison entre les données expérimentale et la borne de Voigt calculée à partir du schéma d'homogénéisation pour les jeux de coefficients dont la borne de Voigt est inférieur aux résultats expérimentaux.

Les modules d'Young calculés en faisant la moyenne des bornes de Voigt et Reuss à partir des 6 jeux de coefficients restants ainsi que les valeurs obtenues expérimentalement correspondantes sont présentés en Figure 98. Afin de comparer la pertinence des différents jeux de coefficients, l'erreur entre la moyenne de Voigt-Reuss-Hill et les mesures expérimentales a été estimée à l'aide de la formule suivante.

$$Erreur\ (\%) = 100 \times \frac{\sqrt{\sum_1^n (E_{exp} - E_{homo})^2}}{\sqrt{\sum_1^n (E_{exp})^2}} \qquad (20)$$

L'erreur moyenne en fonction des constantes d'élasticité considérées est présentée dans le Tableau 16. Le jeu de données conduisant à l'erreur maximale est le jeu établi par Martin **[Martin, 2012]** avec une erreur de 18 %. Le jeu de coefficient qui permet de minimiser cette erreur est le jeu obtenu par Kim et al. **[Kim, 2002]** avec une erreur de 3.9

%. Ces coefficients conduisent à un module minimal de 32 GPa pour une sollicitation suivant la direction <001>, un module de 77 GPa dans la direction <101> et un module maximal de 143 GPa dans la direction <111>. Sauf mention contraire ce jeu sera utilisé dans la suite de ce manuscrit.

Il est à noter que l'erreur résiduelle est relativement faible compte tenu du modèle élémentaire utilisé pour calculer le module d'Young à partir du jeu de constantes d'élasticité. L'utilisation d'un modèle plus élaboré permettrait éventuellement de réellement discriminer les jeux de Kim et al. **[Kim, 2002]** et Brandes **[Brandes, 1992]** étant données la faible erreur par rapport aux résultats expérimentaux.

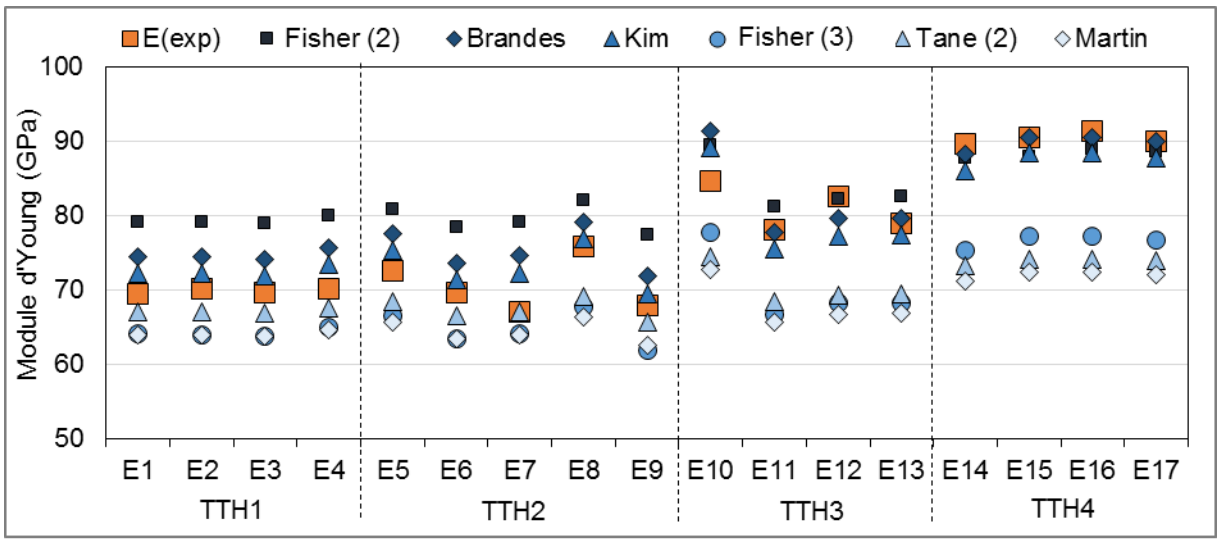


Figure 98 : Comparaison des valeurs de modules d'Young expérimentales et calculées à partir des constantes d'élasticité extraites de **[Fisher, 1970], [Brandes, 1992], [Kim, 2002], [Tane, 2008], [Martin, 2012]**.

Tableau 16 : Erreur moyenne en fonction des constantes d'élasticité extraites de ***[Fisher, 1970], [Brandes, 1992], [Kim, 2002], [Tane, 2008], [Martin, 2012]***.

Référence	Kim	Brandes	Fisher (2)	Fisher (3)	Tane (2)	Martin
Erreur (%)	3,9	5	11,1	14	14,2	17,7

Comme on peut le remarquer à partir des résultats présentés sur la Figure 98, les coefficients établis par Kim et al. **[Kim, 2002]** permettent de décrire relativement bien les propriétés élastiques de la phase β du Ti-5553. Cependant, les valeurs homogénéisées de module d'Young associées aux éprouvettes avec une texture cristallographique souple, sont systématiquement supérieures aux valeurs expérimentales. De même les valeurs homogénéisées pour les éprouvettes les plus rigides sont inférieures aux valeurs expérimentales. Cela peut laisser penser que l'anisotropie réelle de la phase β de l'alliage Ti-5553 est plus élevée que celle associée aux coefficients de Kim et al. **[Kim, 2002]**.

Comme nous l'avons montré au chapitre 1, il existe une relation entre les composantes du tenseur des souplesses et les modules d'élasticité pour un polycristal parfaitement isotrope (Équations 9 et 10 où Σ_P et Σ'_P représentent des fonctions d'orientations moyennes).

$$\frac{1}{E_p} = S_{11} - (2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})\Sigma_p \quad (9)$$

$$\frac{1}{G_p} = S_{44} + 2(2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})\Sigma'_p \quad (10)$$

Dans le cas d'un matériau texturé, on peut considérer l'influence de la texture comme une désorientation moyenne par rapport au polycristal isotrope, les fonctions d'orientations moyennes deviennent des fonctions d'anisotropie Σ_T et Σ'_T qui peuvent être inférieures ou supérieures à Σ_P et Σ'_P :

$$\frac{1}{E_T} = S_{11} - (2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})\Sigma_T \quad (17)$$

$$\frac{1}{G_T} = S_{44} + 2(2(S_{11} - S_{12}) - S_{44})\Sigma'_T \quad (18)$$

À partir des valeurs homogénéisées de E et G et en utilisant les coefficients établis par Kim et al. **[Kim, 2002]**, il est possible de déterminer la valeur des fonctions d'anisotropie Σ_T et Σ'_T associées à chaque éprouvette de mesure de module d'Young et de cisaillement. Ces fonctions ne dépendent que de la texture cristallographique de la phase β, elles sont donc propres à chaque éprouvette.

Sur la Figure 99 sont présentées les valeurs de l'inverse du module d'Young homogénéisé et expérimental en fonction de la valeur de Σ_T. Contrairement aux résultats publiés par Schick et al. **[Schick, 2000]**, la pente de la droite $1/E = f(\Sigma_T)$ est négative car le facteur d'anisotropie A (défini au chapitre I) est supérieur à 1. Le coefficient de régression linéaire supérieur à 0.9 indique que la variation de l'inverse du module d'Young en fonction de la fonction d'anisotropie est relativement bien décrite. La valeur de la pente associée aux résultats expérimentaux est plus importante que celle associée aux résultats établis à partir des coefficients de Kim et al. **[Kim, 2002]**. Cela tend à confirmer le fait que l'anisotropie réelle de la phase ß du Ti-5553 est supérieure à l'anisotropie associée aux coefficients issus de la littérature.

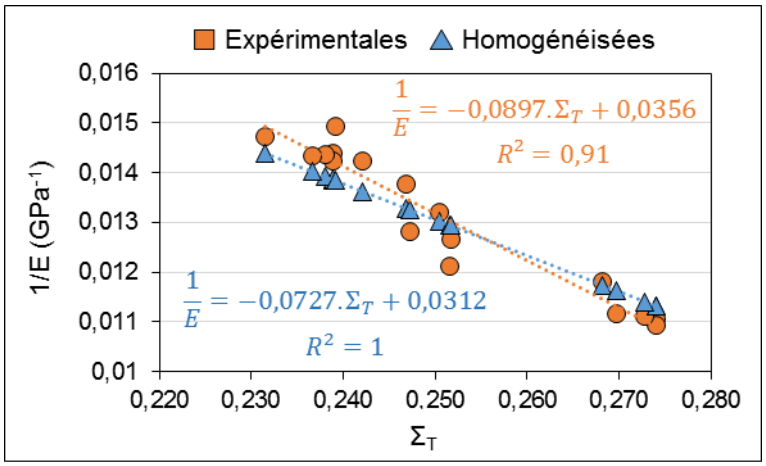


Figure 99 : Inverse du module d'Young homogénéisé et expérimentale en fonction de la valeur de Σ_T.

La démarche d'homogénéisation numérique présentée dans le chapitre II a été mise en place pour sa rapidité et sa simplicité. Cependant il convient de vérifier que les

estimations ne sont pas trop éloignées de celles obtenues par le biais d'une autre méthode. C'est pourquoi des calculs en élasticité ont été mis en place sur des agrégats polycristallins. De plus, les orientations cristallographiques ayant été acquises sur une face des éprouvettes, il est indispensable d'évaluer la dispersion associée aux grains sous-jacents. C'est pourquoi des polycristaux reconstruits numériquement en 3D avec différents tirages d'orientations cristallographiques pour les grains sous-jacents seront utilisés.

III.2.c. Modélisation par éléments finis

À partir des données EBSD obtenues en surface des échantillons E2 (TTH 1), E7 (TTH 2) et E8 (TTH 2) qui contiennent les informations d'orientation cristallographique et morphologique, des agrégats 3D ont été fabriqués selon la procédure décrite en annexe V.

La première étape de génération de l'agrégat 3D consiste à supposer que tous les grains sur la cartographie EBSD sont coupés à mi-hauteur. Une étape de création de nouveaux grains est ensuite indispensable afin de compléter le volume considéré. Le nombre de grains créés, est directement lié à la taille de grains moyenne. À partir des cartographies des éprouvettes E7 et E8 qui contiennent environ 200 grains chacune, il a été nécessaire de créer environ 130 grains, soit 40% du total des grains de l'agrégat. De même, à partir de la cartographie de l'éprouvette E2, qui contient 325 grains β, 494 grains ont dû être créés, ce qui représente 60 % du total des grains. En conséquence, les grains sous-jacents constituent une fraction non négligeable du volume sollicité et auront une contribution importante au comportement global.

L'orientation cristallographique des grains créés est imposée par le choix d'un triplet d'angles d'Euler. En conséquence, deux cas différents ont été explorés afin de quantifier l'influence de différentes stratégies. Dans le premier cas, noté "Texturé" sur la Figure 100, l'orientation des grains créés a été tirée aléatoirement parmi les orientations cristallographiques extraites des données de la surface cartographiée par la technique EBSD. Ce choix conduit à conserver une texture cristallographique similaire dans le volume considéré. Dans le deuxième cas, noté "Aléatoire" sur la Figure 100, l'orientation des grains a été tirée aléatoirement. Ceci a pour conséquence d'atténuer la texture cristallographique de l'agrégat. D'après les données EBSD présentées au chapitre II, les éprouvette E2, E7 et E8 présentent une faible texture <001> en surface. Cette direction étant la plus souple, le tirage aléatoire des orientations cristallographiques des grains sous-jacents devrait conduire à un module d'Young supérieur à celui calculé pour l'agrégat "Texturé".

Les valeurs de module d'Young mesurées expérimentalement, celles obtenues par la moyenne des bornes de Voigt et Reuss ainsi que celles déterminées à partir de calculs par la méthode des éléments finis pour les deux agrégats sont présentées sur la Figure 100. Comme on peut le voir sur celle-ci, le calcul par éléments finis à partir des agrégats semble bien décrire la variation de module d'Young observée expérimentalement. L'erreur commise en utilisant l'hypothèse de Voigt-Reuss-Hill est de 4.4% alors que les erreurs commises par les calculs en éléments finis sont de 6.1 % pour l'agrégat "Texturé" et 3.8 % pour l'agrégat "Aléatoire". Cet écart est donc faible et montre que l'utilisation de la moyenne des bornes de Voigt et Reuss pour décrire les propriétés de la phase β du Ti-5553 semble raisonnable. Cela montre également que le jeu de données de Brandes **[Brandes,**

1992] constituerait une alternative viable étant donnée l'erreur de 5% obtenue précédemment par rapport aux données expérimentales.

Comme attendu, on constate qu'un tirage aléatoire de l'orientation cristallographique des grains créés conduit systématiquement à une valeur supérieure à celle obtenue lorsque l'orientation des grains créés est choisie parmi les orientations mesurées par la technique EBSD. De plus, l'influence des grains sous-jacents semble limitée à quelques GPa (c'est-à-dire quelques pourcents), il est donc raisonnable de n'utiliser que les données cristallographiques d'une face de l'éprouvette.

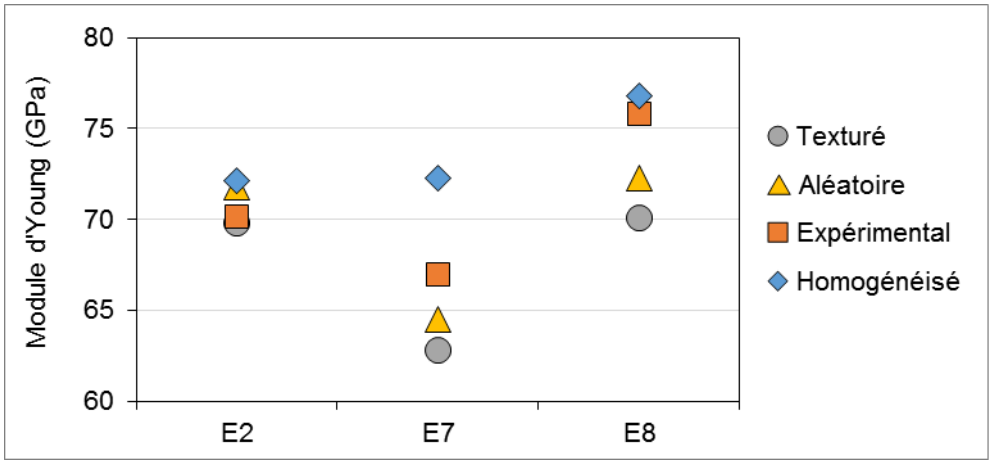


Figure 100 : Comparaison des valeurs de module d'Young établies expérimentalement avec les valeurs établies à partir des hypothèses de Voigt et Reuss et celles établies par la méthode des éléments finis.

La caractérisation du module d'Young des éprouvettes trempées, aux textures variées, a permis de mettre en évidence l'anisotropie élastique de la phase β du Ti-5553. Conformément à la majorité des résultats issus de la bibliographie, le module d'Young le plus faible est associé aux grains orientés suivant une direction <001> tandis que le module d'Young le plus élevé est associé à la direction <111>.

Ces données expérimentales ont ensuite été exploitées afin d'évaluer la pertinence des jeux de constantes d'élasticité disponibles dans la littérature pour décrire le comportement de la phase β du Ti-5553. La démarche d'homogénéisation numérique choisie a permis, dans un premier temps d'écarter les jeux de données conduisant à un module en dehors des bornes de Voigt et Reuss. La sélection d'un jeu de constantes permettant de décrire le plus précisément le module d'Young de la phase β a enfin été effectuée en minimisant l'erreur entre le module expérimental et un module homogénéisé calculé comme la moyenne des bornes de Voigt et Reuss. La pertinence de ce critère a ensuite été confirmée en comparant ces résultats avec des calculs menés sur des agrégats polycristallins par la méthode des éléments finis. En conclusion, le jeu de constantes d'élasticité permettant de décrire au mieux les propriétés élastiques de la phase β du Ti-5553 est celui établi par Kim et al. **[Kim, 2002]**.

III.3. Contribution de la précipitation α au comportement élastique du Ti-5553.

Au cours de la partie précédente, nous avons identifié un jeu de constantes d'élasticité permettant de modéliser le comportement élastique de la phase β . Le Ti-5553 de microstructure industrielle contenant environ 60% de phase α, nous étudierons dans cette partie sa contribution aux propriétés élastiques du Ti-5553 avec une microstructure bimodale. Pour cela, le comportement en élasticité du Ti-5553 avec une microstructure forgée nodulaire (MFN) et une microstructure bimodale (MFB), décrites dans le chapitre II, sera caractérisé. Ces microstructures contiennent respectivement environ 25% et 60% de phase α. La contribution de la phase α pourra ainsi être modélisée et prise en compte progressivement. L'influence de la texture cristallographique de la phase β sur le comportement élastique du Ti-5553 avec présence de précipitation α, sera enfin caractérisée en comparant les résultats établis sur des éprouvettes prélevées suivant les directions L, R et T avec les valeurs modélisées.

III.3.a. Caractérisation expérimentale - Contribution de la phase α primaire.

Dans un premier temps, nous allons étudier l'influence de la précipitation primaire sur le comportement élastique du Ti-5553. Pour cela, des microstructures MFN contenant uniquement la matrice β et la précipitation α primaire seront utilisées. Le comportement de la matrice β sera modélisé en utilisant le jeu de constantes sélectionné précédemment. Par comparaison, il sera possible d'isoler la contribution de la phase α primaire. Au total, 5 éprouvettes de microstructure MFN ont été prélevées dans chacune des directions L, R et T. La technique DRM a été utilisée pour estimer le module d'Young de chacune d'elles. Les résultats sont présentés sur la Figure 101. Sur cette figure, l'abscisse représente le numéro d'éprouvette. Par exemple, 1 correspond aux trois éprouvettes L1, R1 et T1. La comparaison du module d'Young des éprouvettes prélevées suivant les directions L, R et T permet de constater que le module d'Young moyen est plus élevé suivant la direction radiale (94 GPa) que suivant la direction longue (87 GPa) et la direction transverse (89 GPa). La valeur du module d'Young moyen pour l'ensemble des éprouvettes de microstructure "Trempées" est de 77.5 GPa, la phase α a donc un effet rigidifiant. Les écarts types associés aux différentes directions sont de 2.5, 1.8 et 0.8 GPa suivant les directions L, R et T respectivement. La dispersion suivant la direction L est supérieure à la dispersion suivant les directions R et T. Les ordres de grandeur sont équivalents à ceux obtenus sur les microstructures "Trempées".

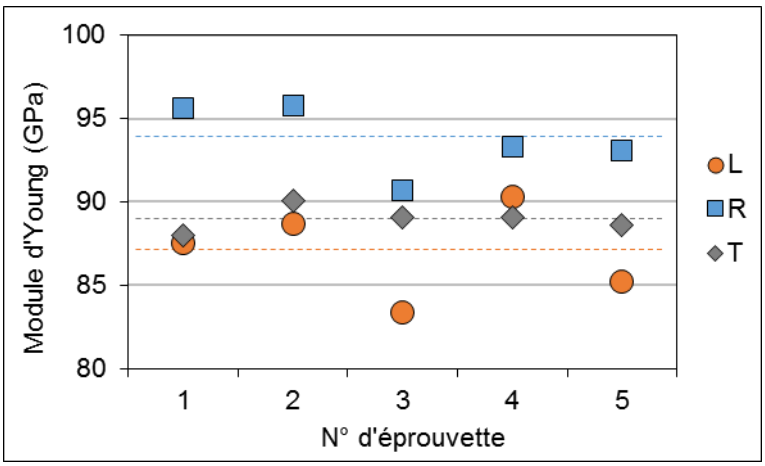


Figure 101 : Module d'Young des éprouvettes de microstructure MFN, prélevées suivant différentes directions mesurés par la méthode DRM. Les lignes pointillées représentent la valeur moyenne par direction de prélèvement.

Afin d'évaluer l'influence de la texture cristallographique de la phase β sur les valeurs moyennes et la dispersion de module observées, celle-ci a été caractérisée sur une face de chacune des éprouvettes prélevées suivant les directions L et R. Les cartographies EBSD réalisées pour les éprouvettes prélevées suivant la direction L sont présentées sur la Figure 102. On constate que les directions les plus représentées sont les directions <001> et <101>. Une corrélation entre orientation cristallographique et dispersion du module d'Young peut aussi être établie. Par exemple, l'éprouvette "L4" qui possède le module le plus élevé est également celle qui possède la texture cristallographique associée à une probabilité de présence des directions les plus rigides la plus élevée.

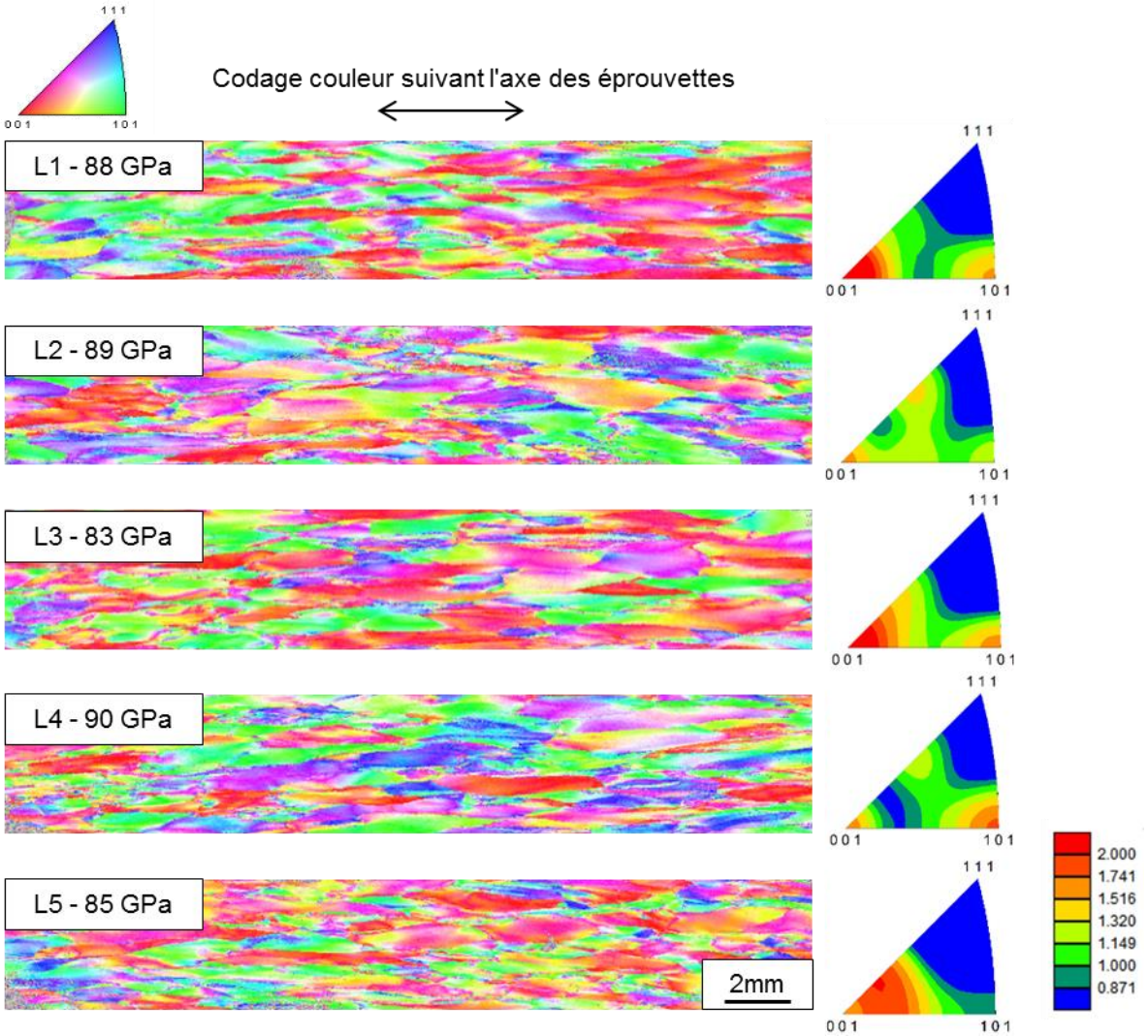


Figure 102 : Cartographie EBSD phase β avec pas de 5 µm, et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard d'échantillons prélevés suivant la direction L.

Une démarche similaire a été appliquée sur les éprouvettes prélevées suivant la direction radiale notée "R". Les cartographies d'orientation de la phase β sont présentées sur la Figure 103. Celles-ci comprennent en moyenne environ 200 grains. Cependant on peut remarquer la présence d'un grain d'une taille très supérieure aux autres. Celui-ci est repéré en Figure 103. Il représente environ 15% de la surface totale et a, en conséquence, une forte influence sur la fonction de distribution d'orientations. Cela contribue à la localisation du maximum de la fonction de distribution d'orientation, situé pour une direction proche de <102>. Le maximum coïncide avec l'orientation de ce grain représenté en noir sur les figures de pole inverse de la Figure 103. En ne tenant pas compte de ce grain, on remarque sur ces cartographies que les directions les plus présentes sont les directions proches de <101> en vert et <111> en bleu. Ces directions étant plus rigides, la différence de texture cristallographique associée à la phase β entre les directions R et L semble pouvoir expliquer la différence de module d'Young moyen mesurée. On peut également remarquer que la dispersion de module d'Young d'une éprouvette à l'autre peut être corrélée à la texture cristallographique de la phase β. En effet, les figures de pôles inverses de la Figure 103 montrent que la fraction surfacique orientée suivant la direction <001> est plus importante pour l'éprouvette R3 qui possède le module d'Young le plus

faible. De même, les éprouvettes R1 et R2, pour lesquelles la probabilité d'orientation suivant une direction <111> est légèrement supérieure à celle des autres éprouvettes, possèdent le module d'Young le plus élevé.

Le module d'Young moyen pour les éprouvettes prélevées suivant la direction T est de 89 GPa. La dispersion suivant cette direction est relativement faible (0.8 GPa) comparée aux autres directions, c'est pourquoi les cartographies EBSD n'ont été effectuées que sur deux éprouvettes. Celles-ci sont présentées sur la Figure 104. L'analyse des figures pôles inverses sur cette figure montre que les directions les plus présentes sont les directions <001> et <111>.

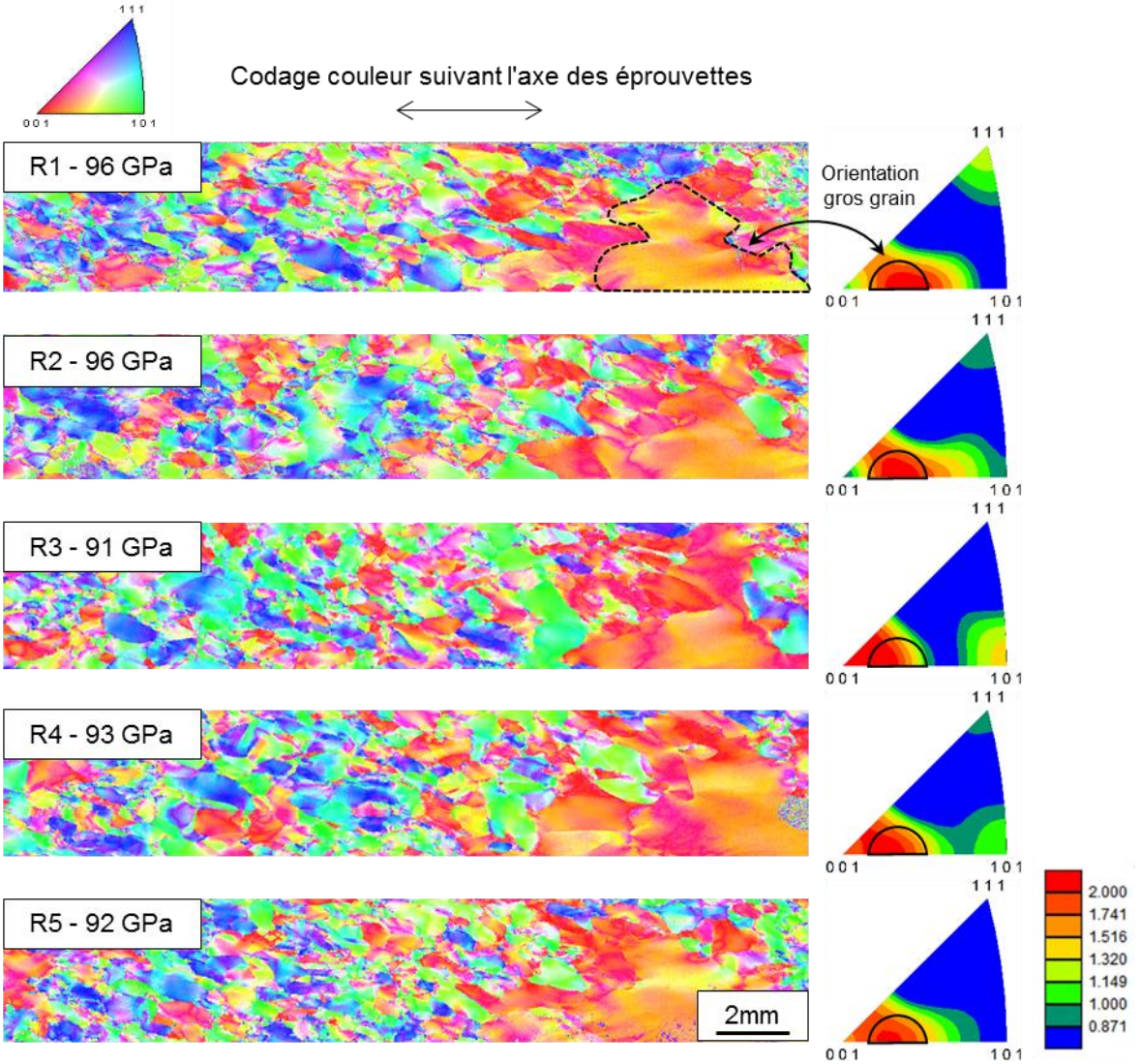


Figure 103 : Cartographie EBSD de la phase β avec un pas de 5 µm, et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard d'échantillons prélevés suivant la direction radiale "R".

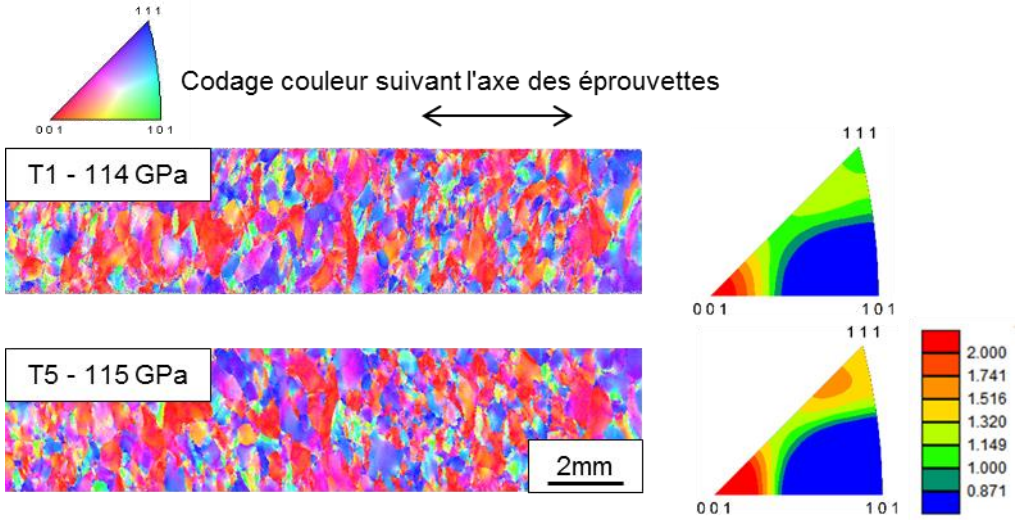


Figure 104 : Cartographie EBSD phase β avec un pas de 5 µm, et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard d'échantillons prélevés suivant la direction transverse "T".

Les différences de valeurs moyennes entre les directions peuvent être expliquées qualitativement par la différence de texture de la phase β. En effet, les éprouvettes prélevées dans les directions L et T possèdent une plus grande fraction surfacique dont l'orientation cristallographique est proche de <001>. À contrario, les éprouvettes prélevées suivant la direction R possèdent une plus faible fraction surfacique orientée suivant cette direction moins rigide. Cette analyse permettrait d'expliquer pourquoi le module d'Young moyen est plus élevé dans cette direction. Au sein d'une direction de prélèvement la même analyse peut être effectuée : Les éprouvettes contenant une fraction surfacique correspondant à l'orientation souple relativement plus importante présentent un module d'Young plus faible. Les variations de module d'Young pour une même direction de prélèvement semblent donc également liées à la texture cristallographique de la phase β.

III.3.b. Caractérisation expérimentale - Contribution de la phase α secondaire.

La caractérisation des propriétés élastiques de la phase β ayant été traitée dans la partie III.2, le paragraphe précédent va permettre d'isoler la contribution de la phase α primaire. Cette étape permettra de s'assurer de la viabilité de la méthode appliquée pour prendre en compte la contribution de la phase α aux propriétés élastiques du Ti-5553. En effet, le Ti-5553 avec une microstructure industrielle est composé à environ 40% de phase α secondaire. Afin de permettre la modélisation complète des propriétés élastiques du Ti-5553 à l'échelle du grain β, il est donc nécessaire de caractériser en détail, et de la même manière que précédemment, une microstructure bimodale composée de la précipitation primaire (nodulaire) et secondaire (lamellaire).

Dans le but d'isoler la contribution de la phase secondaire, les 15 éprouvettes utilisées pour caractériser la contribution de la phase primaire ont subi un traitement de vieillissement sous vide afin de faire germer et croitre des lamelles de phase α secondaire. Afin de mieux comprendre les effets du vieillissement sur les propriétés élastiques, l'évolution du module d'Young a été suivi in-situ par DRM sur deux éprouvettes prélevées suivant les directions L et R. Pour cela un traitement thermique de vieillissement effectué à 545°C a été appliqué 4 heures. Celui-ci est proche du traitement thermique de

vieillissement appliqué sur la microstructure industrielle et ce, afin d'être en mesure de transposer les résultats établis dans cette partie à cette microstructure. Les résultats sont présentés sur la Figure 105.

Le protocole des essais in situ par DRM est identique à celui utilisé pour l'éprouvette de microstructure "Trempée" et présentée en partie III.1 sur la Figure 85. L'évolution de E et Q au cours de l'étape de montée en température des éprouvettes de microstructure "MFN" est présenté sur les Figure 105.a et Figure 105.c. Avant traitement thermique, l'éprouvette prélevée suivant la direction longue possède un module d'Young de 84 GPa, l'éprouvette prélevée suivant la direction radiale un module d'Young de 96 GPa. Comme on peut le voir sur ces figures, l'évolution du module d'Young et du facteur d'amortissement pour les deux éprouvettes est très proche. Jusqu'à environ 300°C, le module décroit linéairement sous l'effet de la température et le coefficient d'amortissement reste constant. À partir de 300°C, l'amortissement augmente. Dans l'hypothèse où cette augmentation est liée au mouvement des interfaces α/β, elle peut être reliée au début de la précipitation des lamelles.

Le module d'Young et le facteur d'amortissement durant le maintien en température pour les éprouvettes "L" et "R" sont tracés en fonction du temps sur les Figure 105.b et Figure 105.d respectivement. Une fois la température de vieillissement atteinte, en 4 heures, le module d'Young augmente de 12 GPa pour l'éprouvette prélevée suivant la direction longue et de 9 GPa pour celle prélevée suivant la direction radiale. La stabilisation du facteur d'amortissement au bout de quatre heures indique que la transformation β → α est achevée ou que la cinétique est lente devant la durée de l'essai.

Après retour à température ambiante, le module d'Young est de 110 GPa pour l'éprouvette L et de 117 GPa pour l'éprouvette R. Ces valeurs sont proches de celles usuellement rapportées pour les alliages de titane **[Lutjering, 2007]**. Au final, le traitement de vieillissement sous vide, qui conduit à l'apparition de la précipitation secondaire sous forme de fines lamelles, entraine une augmentation du module d'Young de 26 GPa sur l'éprouvette prélevée suivant la direction L, et de 21 GPa sur l'éprouvette prélevée suivant la direction R après retour à température ambiante.

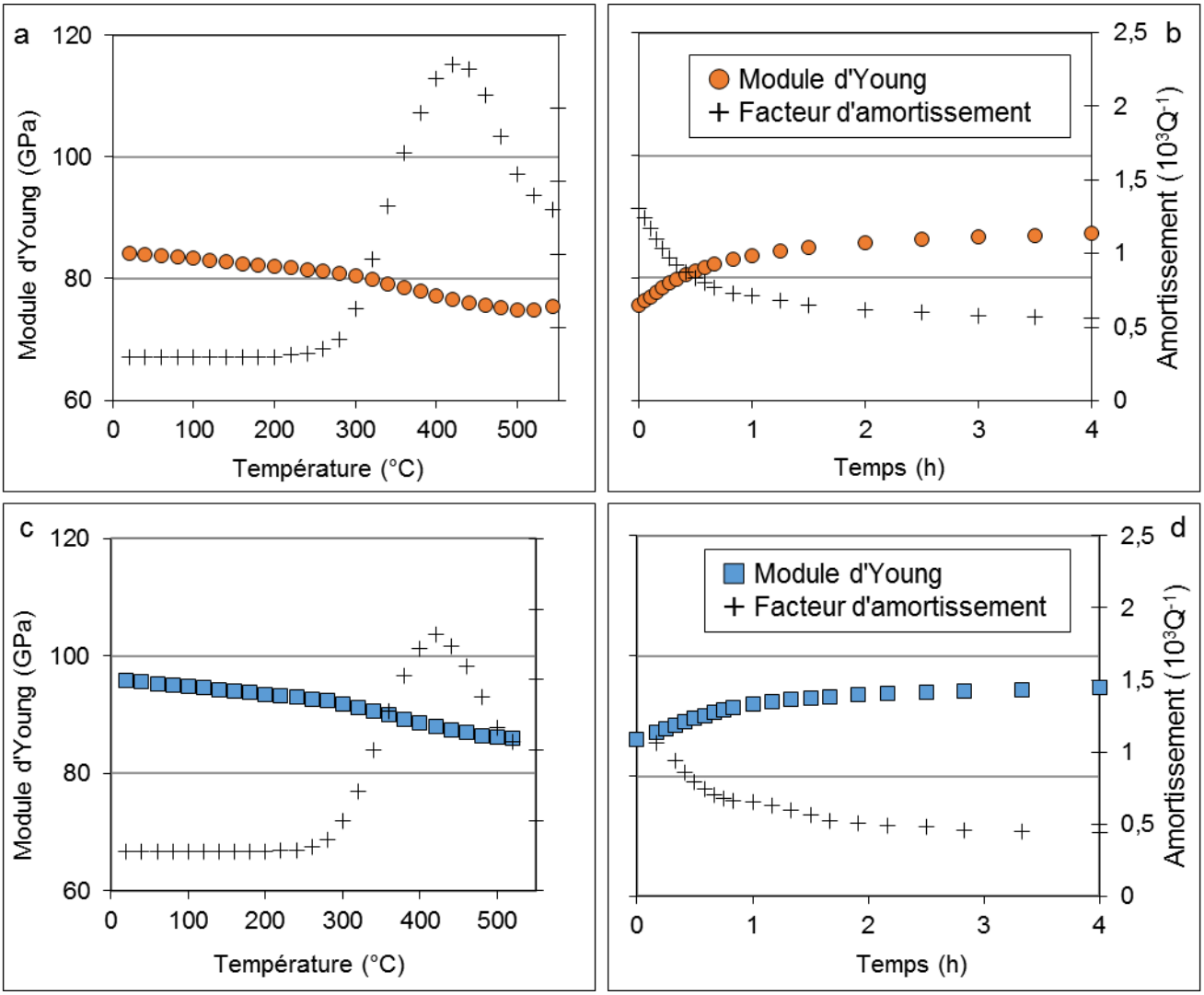


Figure 105 : (a) Module d'Young et facteur d'amortissement au cours du chauffage pour une éprouvette prélevée suivant la direction "L"; (b) module d'Young et facteur d'amortissement en fonction du temps à 545°C; (c) module d'Young et facteur d'amortissement au cours du chauffage pour une éprouvette prélevée suivant la direction "R"; (d) module d'Young et facteur d'amortissement en fonction du temps à 545°C.

Bien que l'augmentation du module d'Young lié à la précipitation secondaire soit équivalente sur les deux éprouvettes utilisées pour le suivi in situ par DRM, celle-ci peut significativement varier en fonction de l'éprouvette considérée. On peut le voir sur la Figure 106, où sont présentées les valeurs de module d'Young mesurées sur les éprouvettes de microstructures MFB. La précipitation secondaire conduit à une augmentation moyenne du module d'Young de 16 GPa pour les éprouvettes prélevées suivant la direction longue (L), avec une importante disparité suivant les éprouvettes. En effet, l'écart type associé à ces mesures est d'environ 6.6 GPa. L'augmentation de module moyen pour les éprouvettes prélevées suivant les directions R et T est de 23 et 26 GPa respectivement. Suivant les directions R et T, l'écart type associé aux mesures de module d'Young est d'environ 0.9 GPa pour les deux directions. La dispersion semble donc significativement plus importante suivant la direction longue que suivant les directions R et T.

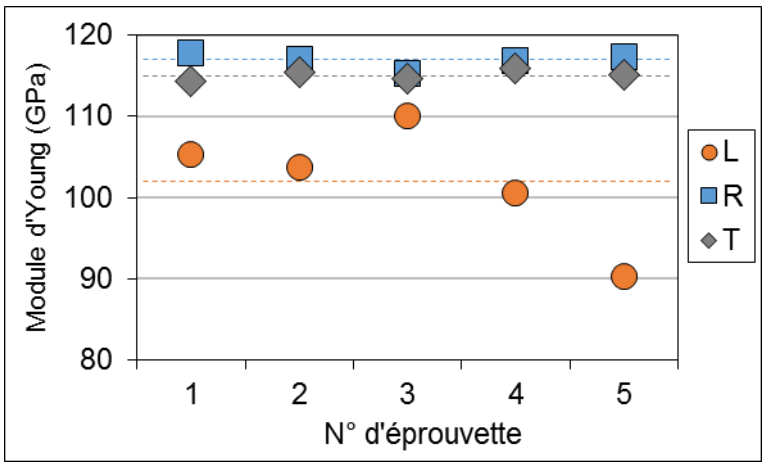


Figure 106 : Module d'Young des éprouvettes de microstructure MFB prélevées suivant les directions L, R et T mesurés par la méthode DRM. Les lignes pointillées représentent la valeur moyenne par direction de prélèvement.

Un bilan des différentes mesures de module d'Young effectuées sur les microstructures forgées est présenté dans le Tableau 17. Le module d'Young moyen évolue de 90 GPa pour les éprouvettes de microstructure MFN à 111 GPa pour les éprouvettes de microstructure MFB. La précipitation de phase α primaire et secondaire a donc un effet rigidifiant important. Comme on peut le voir sur la Figure 107 **[Aeby-gautier, 2011], [Settefrati, 2012]**, où sont comparées les valeurs de module d'Young rapportées de la bibliographie comparées et les nôtres, ce résultat est en accord avec les valeurs issues de la bibliographie présentées dans le chapitre I.

Sur la microstructure nodulaire, en fonction de la direction de prélèvement des éprouvettes, des différences significatives de module d'Young ont pu être mesurées (8% de différence entre les directions L et R). Au sein d'une direction, une certaine dispersion a été mesurée, l'écart type associé aux mesures variant de 0.8 à 2.5 GPa suivant les directions T et L respectivement. Ces résultats semblent pouvoir être expliqués qualitativement par les variations de textures cristallographiques associées à la matrice β. Celle-ci semble donc avoir une influence de premier plan sur les propriétés élastiques globales de ce matériau.

La précipitation des lamelles a pour effet une augmentation de la dispersion associée aux éprouvettes prélevées suivant la direction longue. Cette augmentation pourrait être liées à un mécanisme de sélection des variants lors de de la précipitation des lamelles. La dispersion obtenue pour les éprouvettes prélevées suivant les directions R et T est du même ordre de grandeur avant et après précipitation des lamelles. Les effets de ce mécanisme seraient moins marqués pour des éprouvettes prélevées suivant ces directions.

Tableau 17 : Valeurs moyennes du module d'Young en GPa, mesurées par la méthode DRM, sur les éprouvettes de microstructure forgée nodulaire (MFN) et bimodale (MFB) en fonction de la direction de prélèvement.

	Avant vieillissement (MFN)		Après vieillissement (MFB)		
Direction	E	Ecart type	E	Ecart type	ΔE
L	87,0	2,5	102,0	6,6	15,0
R	93,5	1,8	116,8	0,9	23,3
T	89,0	0,8	115,1	0,9	26,1

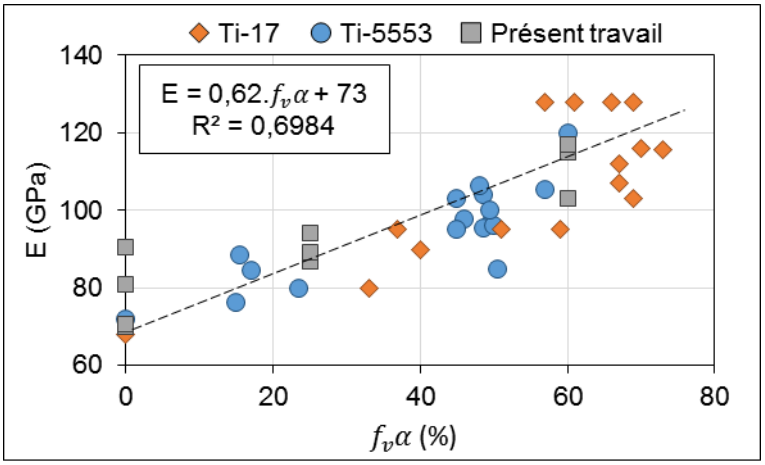


Figure 107 : Module d'Young sur les éprouvettes de microstructure "Trempées" ($f_{v\alpha}$ = 0%), "MFN" ($f_{v\alpha}$ = 25%) et "MFB" ($f_{v\alpha}$ = 60%) mesuré expérimentalement par la méthode DRM. Module d'Young en traction ($\emptyset = 6mm, \dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}s^{-1}$) en fonction de la fraction de phase α. Résultats établis à partir des essais effectués sur du Ti-5553 par Settefrati **[Settefrati, 2012]** *et sur du Ti-17 par Aeby-Gautier et al.* **[Aeby-gautier, 2011]**. *Résultats publiés par Martin* **[Martin, 2012]**.

III.3.c. Modélisation de la déformation élastique de l'alliage Ti-5553 : Rôle de la phase β.

Dans la partie précédente, les microstructures réalisées en laboratoire avec différents taux de phase α ont été caractérisées, ce qui a permis de mettre en évidence une relation entre module d'Young et texture cristallographique de la matrice β. Il a été montré que le comportement de la phase β peut être modélisé avec succès en utilisant les données cristallographiques de la phase β et l'hypothèse de Voigt-Reuss-Hill associée aux coefficients du tenseur d'élasticité donnés par Kim et al. **[Kim, 2002]**. Dans la suite, nous allons prendre en compte la précipitation de la phase α afin de modéliser le comportement élastique à l'échelle d'une éprouvette de DRM.

De manière similaire à la procédure présentée en partie III.2.b, le module d'Young des éprouvettes MFN a été estimé en utilisant l'hypothèse de Voigt-Reuss-Hill et en considérant que l'éprouvette n'est constituée que de phase β. Dans un premier temps, la présence de phase α est donc négligée.

La comparaison des valeurs de module d'Young expérimentales et modélisées sur les éprouvettes de microstructure forgée nodulaire (MFN) est présentée sur la Figure 108. Les estimations à partir des bornes de Voigt et Reuss sont inférieures aux valeurs expérimentales, cela peut être relié à la non prise en compte de la précipitation α, rigidifiante, par notre modèle. On peut remarquer cependant que les variations d'une

éprouvette à l'autre sont qualitativement bien décrites par ce modèle ne prenant en compte que l'anisotropie élastique de la phase β. C'est notamment le cas pour les éprouvettes prélevées suivant la direction L pour lesquelles la dispersion de mesure expérimentale est la plus importante.

Nous avons montré dans la partie précédente que l'hypothèse d'une contribution isotrope de la phase α à l'échelle d'une éprouvette semblait raisonnable. C'est pourquoi les données présentées en Figure 107 ont été utilisées afin de modéliser la contribution de la phase α par le biais d'une régression linéaire. Il est donc possible de corriger les valeurs de notre modèle de la contribution moyenne de la précipitation α. Les valeurs corrigées en utilisant la formule $E_{corrigé} = E_{homogénéisé} + 0.62 \times f_{vα}(\%)$ avec une fraction volumique de 25% sont présentées sur la Figure 108. Elles montrent qu'une correction linéaire de la contribution de la précipitation α permet une bonne approximation du comportement expérimental. En effet, le module d'Young moyen corrigé de la contribution de la précipitation α est de 88 GPa dans la direction L, 90 GPa suivant la direction R et 88 GPa suivant la direction T. Celles-ci sont proches des valeurs moyennes expérimentales qui sont de 87, 94 et 89 GPa respectivement. Après correction, l'erreur moyenne commise par le modèle est de 4.7%. Cette valeur peut être décomposée en fonction de la direction de prélèvement. Celle-ci est de 2.1, 6.7 et 2.9% pour les directions L, R et T respectivement. Ces valeurs sont proches de l'erreur obtenue lors de la modélisation du comportement des éprouvettes de microstructure "Trempée" (3.9%). La prise en compte de la contribution de la phase α avec un comportement isotrope ne semble pas significativement augmenter l'erreur liée à la modélisation.

A ce stade, la principale contribution à la valeur d'erreur calculée, est liée à une relative mauvaise description du module d'Young moyen suivant la direction R. Sur les cartographies EBSD des éprouvettes prélevées dans la direction R (Figure 103), nous avions remarqué la présence d'un grain d'une taille très supérieure aux autres. Ce grain est présent sur le bord des 5 éprouvettes prélevées suivant cette direction (Figure 103). La méthode de mesure de module d'Young par résonance dynamique est basée sur une sollicitation de type flexion, or pour ce type de sollicitation, à l'extérieur des points d'appui, le matériau est moins sollicité près du bord libre. Il est donc possible, que la contribution de ce grain soit surestimée dans notre modèle. En effet, la contribution de chaque grain est prise en compte en fonction de son aire en surface de l'éprouvette uniquement. Nous avons donc estimé le module d'Young des éprouvettes prélevées suivant la direction radiale R en retirant les données de ce grain particulier (Noté "Sans GG" en Figure 108). Le module d'Young moyen obtenu sans la contribution du gros grain est de 93 GPa, ce qui amène l'erreur commise par le modèle dans la direction R à 1.6%. Cet ordre de grandeur, similaire à celui obtenu dans les autres directions, suggère que ce grain singulier était à l'origine de la dispersion. Cela soulève la question du poids de chaque grain sur le comportement élastique de l'éprouvette en fonction de sa position. Pour l'ensemble des éprouvettes, l'erreur moyenne est de 2% après correction de l'influence du grain.

Ces résultats suggèrent que la contribution de la texture cristallographique de la phase β au comportement élastique global est prépondérante. De plus, cela montre que l'hypothèse d'une prise en compte linéaire de la contribution de la précipitation α semble appropriée pour la microstructure MFN.

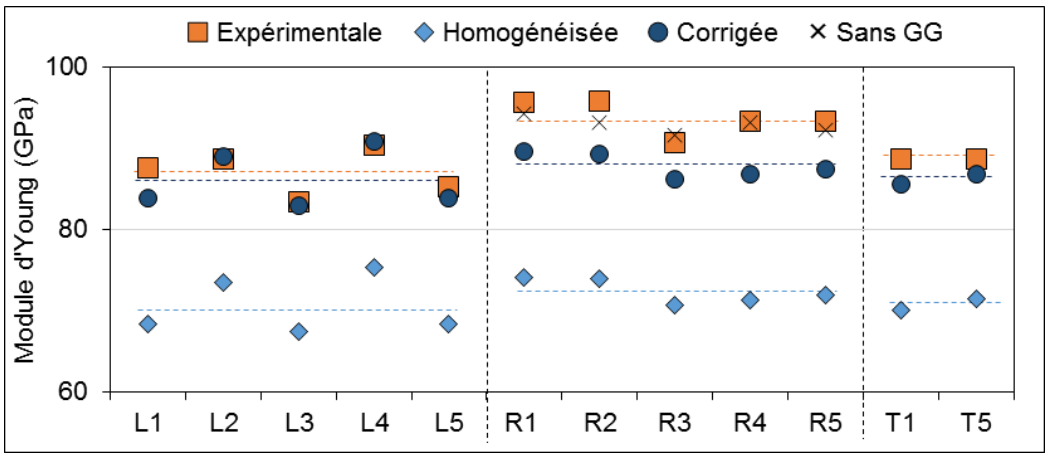


Figure 108 : Comparaison des valeurs de module d'Young expérimentales (carrés) sur une microstructure MFN et des valeurs homogénéisées à partir des données d'orientation cristallographique de la phase β (diamant). Corrigé de 25% de précipitation (rond) et sans prendre en compte le grain singulier (Sans GG) présent sur les éprouvettes prélevés suivant la direction R (croix). Les lignes pointillées représentent les valeurs moyennes par direction de prélèvement.

La modélisation du comportement élastique de la microstructure MFN ayant montré un bon accord avec les données expérimentales, une procédure similaire a été appliquée dans la suite à la microstructure MFB. Le modèle a été appliqué sans prendre en compte les données du grain singulier sur les éprouvettes prélevées suivant la direction R. Sur cette microstructure la fraction volumique de phase α est estimée à 60% **[Duval, 2013]**. La comparaison des valeurs de module d'Young expérimentales, modélisées (100% β) et corrigées de la contribution de la phase α (40% β + 60% α) sur les éprouvettes avec une microstructure forgée bimodale (MFB) est présentée sur la Figure 109.

Expérimentalement, pour les éprouvettes prélevées suivant la direction longue, la dispersion des valeurs de module d'Young est trois fois plus importante pour microstructure MFB que pour la microstructure MFN. De plus, la différence de module d'Young moyen entre les directions R et T est plus importante pour les éprouvettes de microstructure MFN (4.5 GPa) que pour celles de microstructure MFB (1.7 GPa) (Tableau 17). En conséquence, un moins bon accord est obtenu avec les résultats expérimentaux sur une microstructure bimodale (Figure 109). L'erreur commise par le modèle pour l'ensemble des mesures est d'environ 6.3%. Suivant les directions de prélèvement L, R et T les erreurs sont de 8.8, 1.9 et 6.7% respectivement.

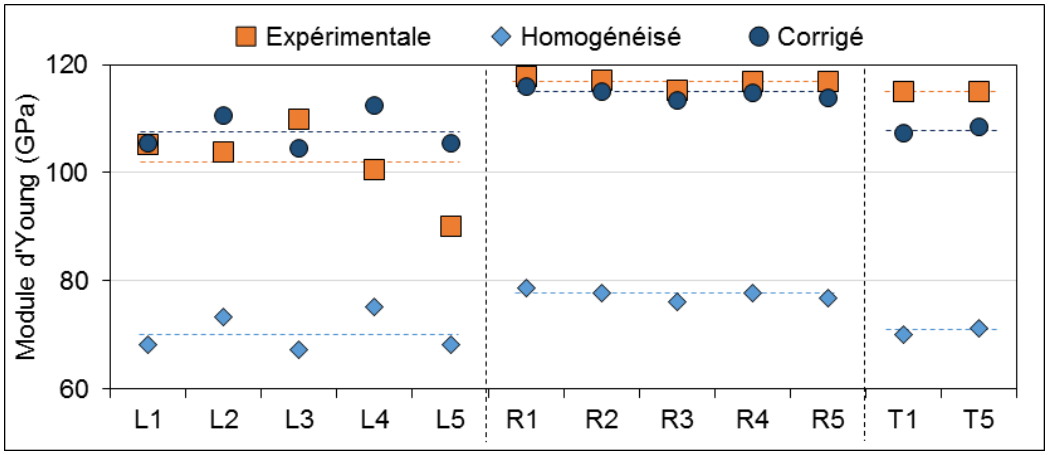


Figure 109 : Comparaison des valeurs de module d'Young expérimentale sur une microstructure bimodale et des valeurs homogénéisées à partir des données d'orientation cristallographique de la phase β et corrigé de la contribution de 60% de phase α. Les lignes pointillées représentent les valeurs moyennes par direction de prélèvement.

La précipitation des nodules est responsable d'une augmentation du module d'Young moyen. Pour une fraction surfacique de 25% sur la microstructure forgée nodulaire, l'augmentation de module d'Young comparée à la valeur moyenne établie pour les microstructures "trempées" est de 17%. Pour une fraction surfacique estimée de 60 % de phase α l'augmentation est en moyenne de 44%.

La démarche numérique d'homogénéisation, basée sur le calcul de la moyenne arithmétique des bornes de Voigt et Reuss, avec une prise en compte de l'anisotropie élastique de la phase β et une contribution isotrope de la phase α, permet de décrire correctement le comportement élastique du Ti-5553, pour un volume de matière considéré suffisamment important.

III.4. Comparaison avec la microstructure industrielle

Nous avons mis en évidence des différences microstructurales notables entre les microstructures forgées et la microstructure industrielle. La fraction de nodules primaires est par exemple plus importante sur les microstructures forgées que pour la microstructure industrielle. Une campagne de mesures des propriétés élastiques de la microstructure industrielle a également été menée dans le but de comparer les propriétés élastiques de la microstructure industrielle avec les données obtenues précédemment, ainsi que de vérifier la validité du modèle de comportement élastique sur ce matériau.

Comme nous l'avons montré au chapitre II, une des particularités liées à la microstructure industrielle est la variation de la direction de fibrage au sein du disque de matière étudié. Afin de quantifier l'effet de l'orientation du fibrage sur les caractéristiques élastiques sur cette microstructure, des échantillons ont été prélevés suivant les 3 directions associées aux repères "géométrique" et "microstructure" décrits dans la partie II.1.a.

III.4.a. Influence de la direction de prélèvement des échantillons.

Les valeurs de module d'Young des éprouvettes prélevées suivant les 3 directions associées au repère "géométrique" sont présentées sur la Figure 110. On constate que le module d'Young moyen est plus faible dans la direction longue (111 GPa) que dans les directions R et T qui ont des modules d'Young moyens similaires avec 116 et 114 GPa respectivement. Le classement des directions en fonction de la rigidité est identique sur les microstructures industrielles et forgées. Ainsi, la direction Rg est la plus rigide alors que la direction Lg est la plus souple. L'écart type associé à ces mesures est de 0.7, 0.5 et 0.6 GPa suivant les directions Lg, Rg et Tg respectivement. Cela correspond à une différence d'environ 2 GPa entre les modules d'Young minimum et maximum. La dispersion de mesure sur la microstructure industrielle est donc plus faible que celle observée sur les microstructures forgées. Cette différence est particulièrement marquée entre les directions L, de la microstructure forgée bimodale, et Lg pour lesquelles les écarts types sont de 6.6 et 0.7 GPa respectivement.

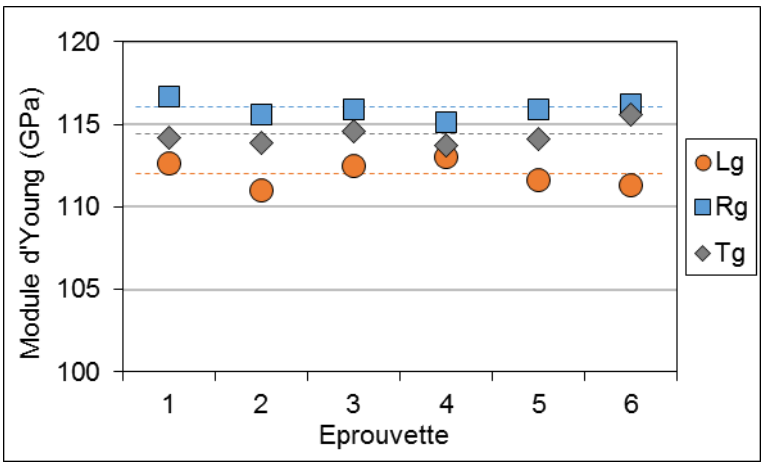


Figure 110 : Module d'Young des éprouvettes avec microstructure industrielle, prélevées suivant les directions "géométriques" mesurés par la méthode DRM. Les lignes pointillées représentent la valeur moyenne par direction de prélèvement.

Dans chaque direction associée au repère de prélèvement géométrique, les éprouvettes ont été prélevées à proximité les unes des autres. Comme nous l'avons montré dans le chapitre II, la texture cristallographique de la phase β varie peu dans la matière industrielle à cette échelle. C'est pourquoi la caractérisation de l'orientation cristallographique de la phase β n'a été effectuée que sur deux éprouvettes par direction. Ces cartographies d'orientation cristallographique et les figures de pôles inverses qui leur sont associées sont présentées sur la Figure 111. À partir des cartographies d'orientation cristallographique, il est également possible d'évaluer l'angle de fibrage projeté sur la surface de chaque éprouvette. Celui-ci est de 16° suivant la direction de prélèvement Lg et de 13° pour les éprouvettes prélevées suivant la direction Rg. Enfin les éprouvettes prélevées suivant la direction Tg ne présentent pas de fibrage marqué.

Suivant la direction Lg, les éprouvettes présentent une orientation préférentielle proche de <001>. Le maximum de la fonction de distribution d'orientation est d'environ 1.5 pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Rg et Tg. Cela indique que la texture cristallographique associée à la phase β est moins marquée que pour les autres éprouvettes. Les éprouvettes prélevées suivant la direction Rg ont une texture <101>. Suivant la direction Tg, la texture cristallographique de la phase β est similaire sur les deux éprouvettes avec une texture <112>. L'indice maximal de texture étant relativement proche quelle que soit la direction de prélèvement et le module d'Young étant significativement plus faible dans la direction <001> que dans les directions <112> et <101>, il est possible que l'orientation cristalline de la phase β soit à l'origine de la plus faible rigidité relevée dans la direction Lg malgré la présence de 60% de phase α. Pour les éprouvettes prélevées dans les directions Lg et Rg, la texture cristallographique associée aux grains β est relativement proche de celle observée sur les microstructures forgées dont le comportement élastique a été décrit en partie III.3.

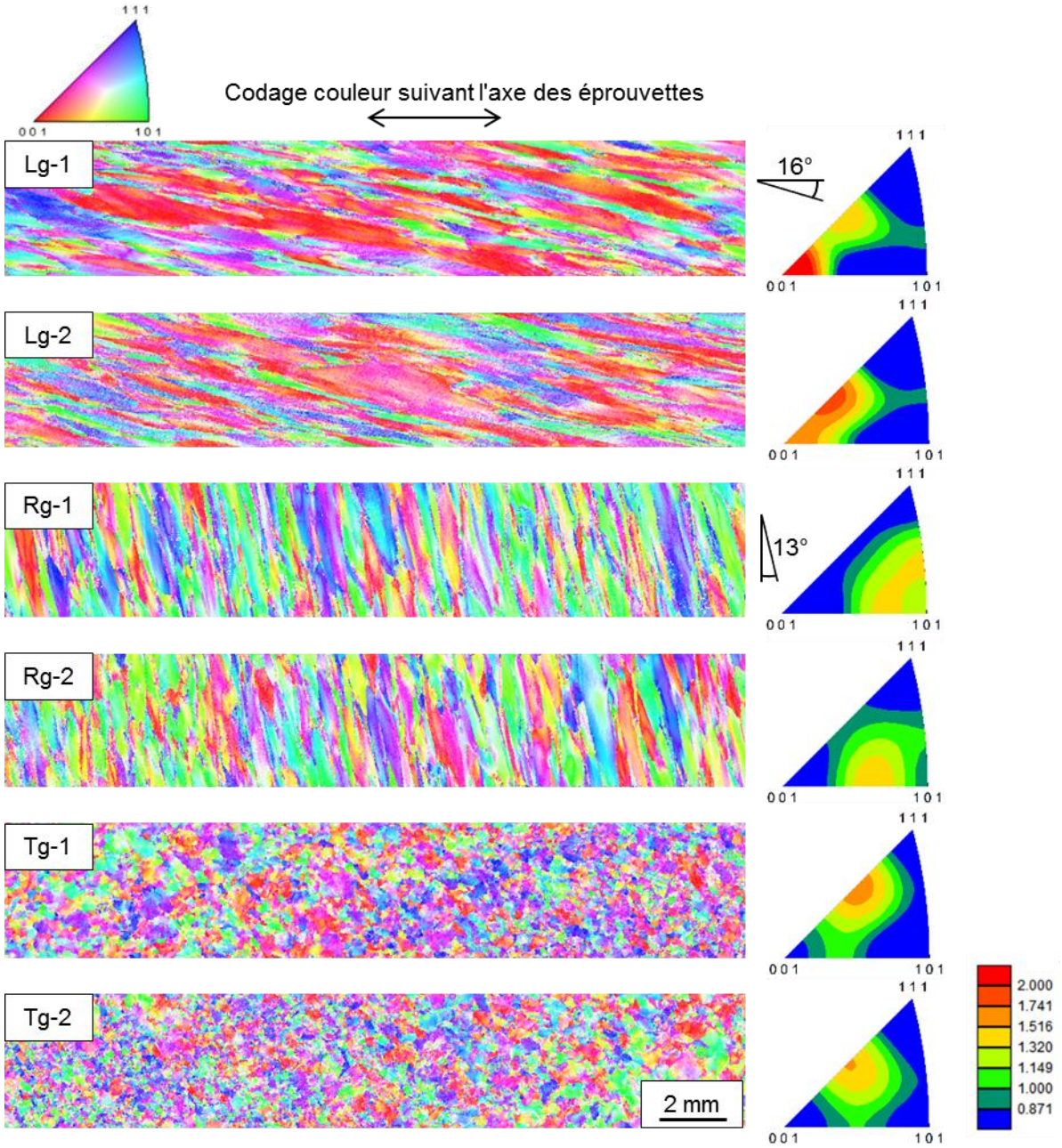


Figure 111 : Cartographie EBSD phase β, pas de 5 µm, et fonctions de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard, d'échantillons prélevées suivant les directions "géométriques".

Après caractérisation en cisaillement (Annexe VI), 15 éprouvettes de mesure de module d'Young ont été prélevées suivant les directions associées au repère "microstructure". Les valeurs de module d'Young obtenues par la méthode DRM sur ces éprouvettes sont présentées sur la Figure 112. Le module d'Young moyen suivant la direction "Lm", est de 112 GPa. Les modules moyens suivant les directions Rm et Tm sont de 115 et 116 GPa respectivement. On retrouve donc le même "classement" des directions en fonction de la rigidité que celui obtenu sur les microstructures forgées. Les valeurs sont très proches de celles mesurées sur les éprouvettes prélevées suivant les directions "géométriques". On constate également que la dispersion est assez faible pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lm et Rm, les écarts types associés aux mesures de module d'Young étant de 0.5 GPa et de 0.6 GPa respectivement. Suivant la direction Tm, l'écart type associé à la série des mesures est de 1.7 GPa.

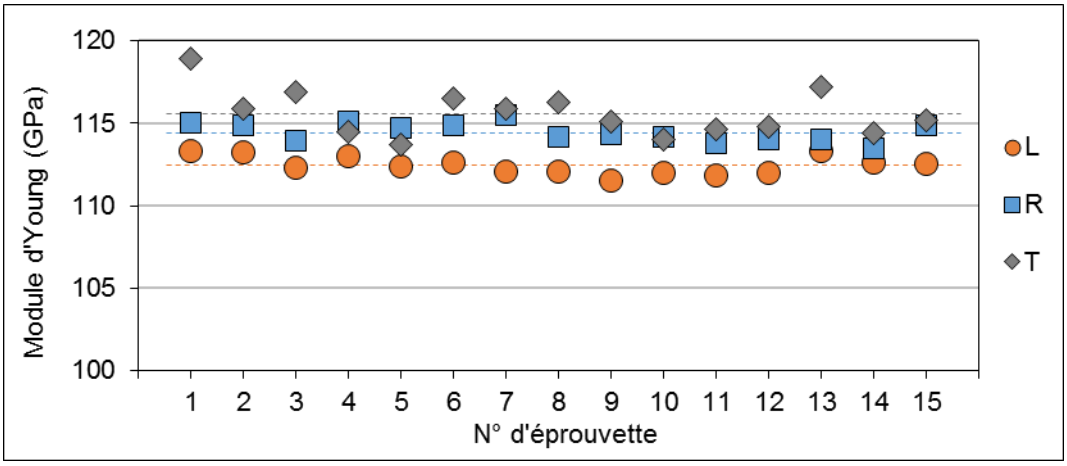


Figure 112 : Module d'Young des éprouvettes de microstructure industrielle prélevées suivant les directions "microstructures" mesurées par la méthode DRM. Les lignes pointillées représentent la valeur moyenne par direction de prélèvement.

Suivant les directions Lm et Rm, nous avons choisi d'effectuer les cartographies EBSD sur les deux éprouvettes dont les zones de prélèvements sont les plus éloignés. Les deux éprouvettes prélevées suivant la direction "Tm" et dont la surface a été cartographiée par la technique EBSD possèdent un module d'Young significativement différent de 114 GPa pour l'éprouvette Tm-10 et de 119 GPa pour l'éprouvette Tm-1. L'ensemble des cartographies associées aux éprouvettes prélevées suivant les directions associées au repère "microstructure" est présenté sur la Figure 113.

Comme on peut le voir sur cette figure, la valeur du maximum de la fonction de distribution d'orientation ne dépasse pas 1.5. La texture cristallographique de la phase β pour des éprouvettes prélevées suivant la direction Lm est donc faible. Celles-ci présentent une orientation préférentielle suivant une direction proche de <102>. Suivant la direction Rm, les éprouvettes cartographiées présentent une texture suivant la direction <001> avec une importante fraction surfacique orientée suivant des directions plus rigides. Les deux éprouvettes caractérisées par la technique EBSD suivant la direction Tm présentent des textures cristallographiques significativement différentes. En effet, le maximum de la fonction de de distribution d'orientation de l'éprouvette "Tm-10" est orienté suivant une direction <001> avec un maximum local suivant la direction <111>. Pour l'éprouvette "Tm-01", le maximum est situé suivant une direction <001>. Or ces directions présentes des rigidités très différentes. Cela pourrait être à l'origine de la dispersion de valeur constatée dans cette direction.

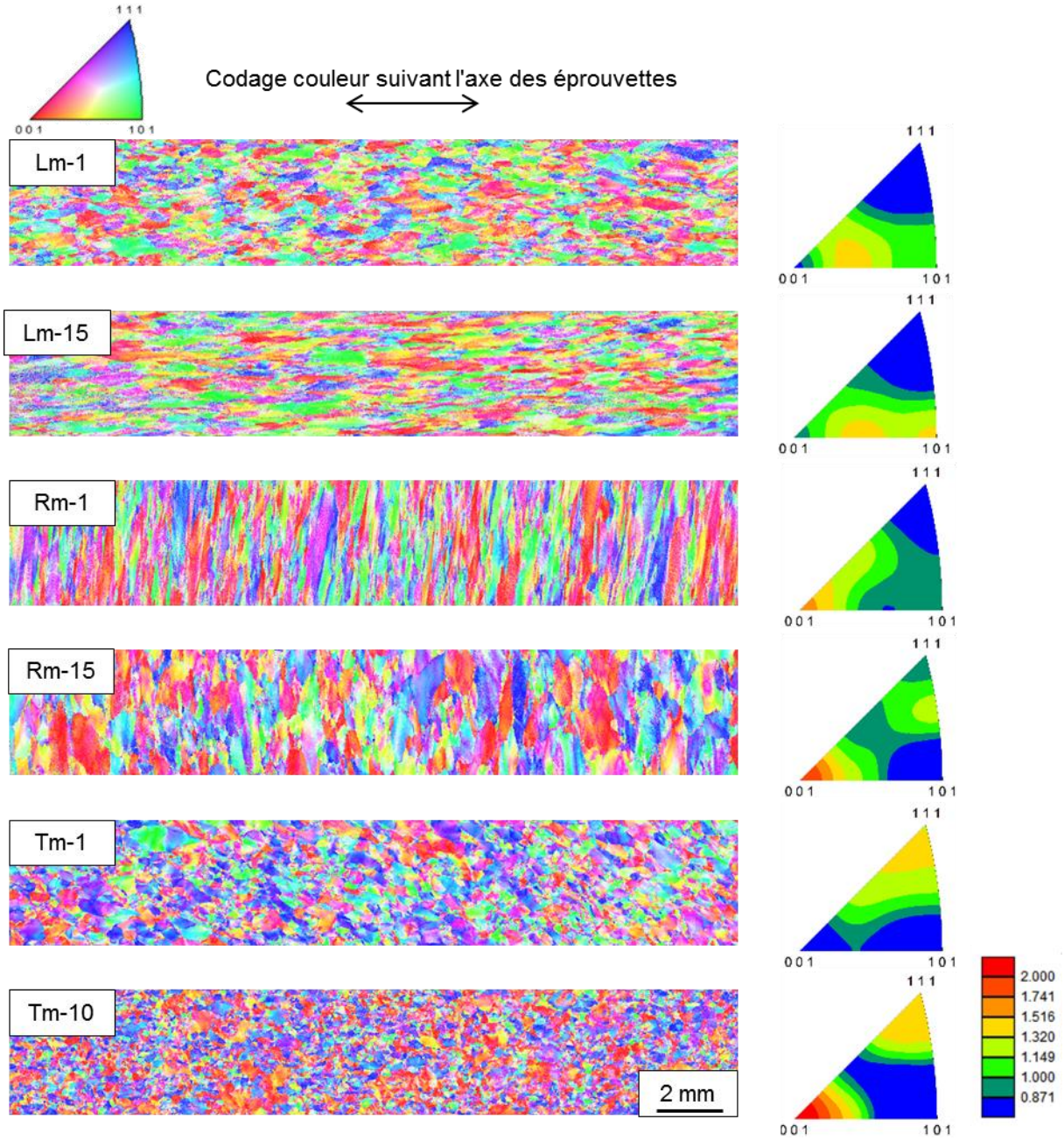


Figure 113 : Cartographies EBSD de la phase β avec un pas de 5 µm, et fonction de distribution d'orientation associée projetée sur le triangle standard, d'échantillons prélevés suivant les directions "microstructure".

Les valeurs de module d'Young moyennes pour les éprouvettes de microstructure "industrielle" sont présentées dans le Tableau 18. Les valeurs de module d'Young des éprouvettes prélevées suivant les directions "géométriques" et "microstructures" avec une microstructure industrielle sont similaires, cela suggère donc qu'une légère rotation de l'angle de fibrage n'a pas d'effet mesurable sur le module d'Young par la procédure utilisée. De plus, les valeurs obtenues sont très proches de celle obtenues sur la microstructure MFB, à l'exception de celles pour les éprouvettes prélevées suivant l'axe du fibrage. L'effet de la précipitation secondaire sur l'anisotropie de propriétés mécaniques semble plus marqué sur la microstructure forgée bimodale que sur la microstructure industrielle. Comme nous l'avons évoqué dans le second chapitre, bien que les microstructures de ces deux alliages soient proches, les processus thermomécaniques qu'elles ont subis ne sont pas identiques. Ce sont ces différences qui conduisent par exemple à la formation des sous-joints observés sur la microstructure industrielle et absents sur la microstructure MFB.

Celles-ci peuvent être à l'origine de la dispersion de mesure expérimentale beaucoup plus faible sur la microstructure industrielle, ceci malgré une morphologie des grains β identiques.

Tableau 18 : Module d'Young moyen calculé à partir des mesures effectuées sur les éprouvettes de microstructure "industrielle" par la méthode DRM.

	Direction géométrique			Direction microstructure		
	Emoy	Ecart type	Nb d'éprouvettes	Emoy	Ecart type	Nb d'éprouvettes
L	112,0	0,7	5	112,4	0,5	15
R	115,9	0,5	5	114,5	0,6	15
T	114,4	0,6	5	115,6	1,4	15

III.4.b. Application du modèle d'homogénéisation numérique.

La démarche d'homogénéisation numérique a été appliquée en utilisant les données d'orientation cristallographique de la phase β sur les éprouvettes de microstructure industrielle. Les valeurs ont ensuite été modifiées pour intégrer la contribution de la précipitation α par la méthode décrite précédemment. La correction des données a été effectuée en considérant deux fractions volumiques de phase α, 48 et 60%. Celles-ci correspondent respectivement à la borne inférieure de la fraction volumique évaluée par analyse d'images et à la fraction estimée pour les microstructures forgées par Duval **[Duval, 2013]**.

L'erreur commise par le modèle est de 7.7% en considérant une fraction volumique de précipitation α de 48% et de 2.3% avec une fraction volumique de 60%. Cette observation suggère que la fraction volumique établie par analyse d'images est inférieure à la fraction volumique réelle. Expérimentalement le module d'Young moyen des éprouvettes prélevées suivant les directions radiales (Rg et Rm) et transverses (Tg et Tm) est environ 3 GPa supérieur au module moyen suivant les directions longues (Lg et Lm). Les valeurs modélisées suivant les directions radiales et transverses sont en moyenne supérieures de 5 GPa par rapport à la valeur suivant les directions longues. Le modèle décrit donc correctement la différence de module d'Young moyen mesurée expérimentalement.

Dans ces conditions, on remarque également que le comportement des éprouvettes prélevées suivant la direction T est bien décrit par notre modèle. Cette direction permet de prendre en compte un maximum de grains β dans l'analyse grâce au fibrage normal à la surface de l'éprouvette. En conséquence, de façon similaire à ce qui a été observé sur les éprouvettes de microstructure MFB, plus le nombre de grains β pris en compte par éprouvette est important, mieux le comportement est décrit par le modèle appliqué.

On notera cependant que la dispersion des valeurs issues de la modélisation est plus importante que celle des valeurs obtenues expérimentalement. En effet, pour rappel, l'écart type associé aux valeurs expérimentales est de 0.8 GPa pour les éprouvettes prélevées suivant les directions longues (Lg et Lm). Cette valeur est de 0.7 GPa pour les éprouvettes prélevées suivant les directions radiales (Rg et Rm) et de 2.1 GPa pour les éprouvettes prélevées suivant les directions transverses (Tg et Tm). À titre de

comparaison, les valeurs d'écart type associées aux modules d'Young homogénéisées sont de 2.3, 3.4 et 2.8 GPa respectivement. Cette observation suggère une contribution sensible de l'anisotropie de la précipitation α aux propriétés élastiques des microstructures industrielles.

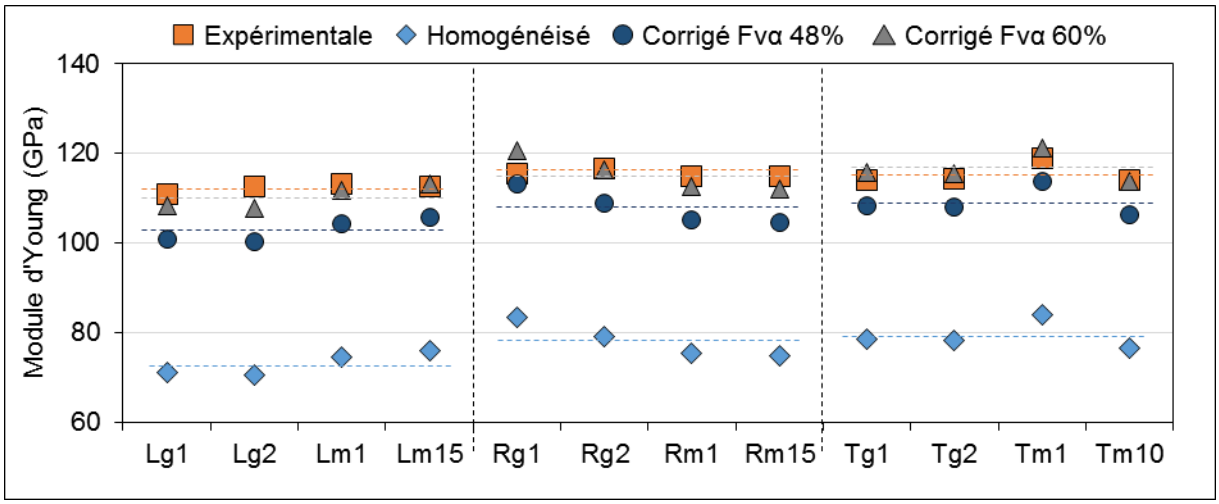


Figure 114 : Comparaison des valeurs de modules d'Young homogénéisées et expérimentales obtenues sur la microstructure industrielle. Les lignes pointillées représentent les valeurs moyennes par direction de prélèvement.

III.4.c. Propriétés élastiques apparentes associées à une microstructure bimodale.

En première approche, lorsque le volume de matière considéré est suffisamment important, un modèle décrivant un comportement élastique anisotrope de la phase β et isotrope de la phase α permet de décrire correctement le comportement du Ti-5553 avec une microstructure bimodale. Il est donc possible de déterminer les propriétés élastiques apparentes associées à cette microstructure par superposition de la contribution de la matrice β et de la précipitation α. Le module d'Young du composite α/β en fonction de l'orientation cristalline du grain β considéré avec une fraction volumique de phase α de 60% est présenté sur la Figure 115. Le module d'Young apparent varie de 94 à 138 GPa. Pour le composite α/β la valeur du module d'Young suivant la direction <101> est de 110 GPa. Cette valeur est généralement relativement proche de la valeur de module théorique pour un polycristal isotrope calculé à partir des équations 11 et 13 (chapitre I). Dans le cas présent, elle est proche des valeurs mesurées expérimentalement par la méthode DRM.

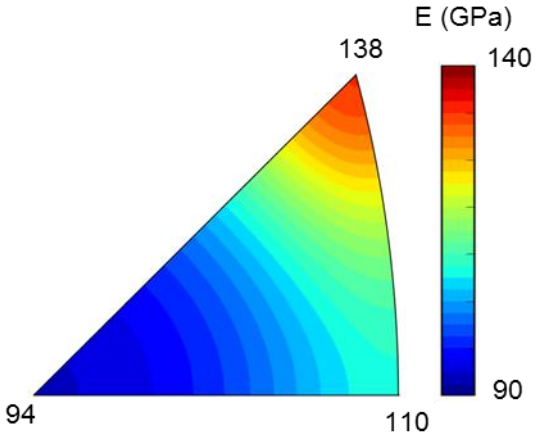


Figure 115 : Courbes d'iso-valeur de module d'Young apparent pour le Ti-5553 de microstructure bimodale établis pour une fraction volumique de phase α de 60%.

Il est à noter que la méthodologie utilisée pour arriver à ces résultats fait sortir du cadre de l'anisotropie cubique. En conséquence, il n'est pas possible de décrire la figure ci-dessus par un tenseur de rigidité d'ordre 4 de symétrie cubique.

Les résultats expérimentaux établis à partir des éprouvettes avec une microstructure "industrielle" sont en bon accord avec les résultats établis pour la microstructure "MFB". Les différences relevées semblent indiquer que la précipitation des lamelles a plus d'influence sur l'anisotropie de propriétés élastiques à l'échelle des échantillons de mesure de module d'Young avec une microstructure MFB qu'avec une microstructure industrielle.

La procédure précédemment établie permet, à partir des données d'orientation cristallographique et morphologique des grains β et de la fraction surfacique de phase α précipitée, de modéliser le comportement élastique du Ti-5553 de microstructure bimodale. Les modélisations effectuées montrent que pour un volume de matière considéré suffisamment important, une contribution "isotrope" de la phase α permet de bien décrire le comportement élastique du Ti-5553. En conséquence, malgré une fraction volumique de phase α importante, l'orientation cristallographique de la matrice β très anisotrope, contrôle le comportement élastique du Ti-5553 à cette échelle.

III.5. Conclusions

Au cours de ce chapitre, nous avons pu vérifier que le Ti-5553 trempé à l'eau depuis le domaine de stabilité de la phase β, peut être considéré comme composé de 100% de phase β, bien que, pour d'autres nuances plus favorables à la formation de précipitation ω, cette hypothèse pourrait ne plus être vérifiée.

Les différentes textures cristallographiques obtenues, ont permis de mettre en évidence le niveau d'anisotropie élastique élevé de la phase β du Ti-5553. Un des jeux de coefficients de la matrice de rigidité issu de la littérature permet de décrire de manière satisfaisante le comportement élastique de l'alliage à partir de l'hypothèse de Voigt-Reuss-Hill. La validité de cette hypothèse dans le cadre d'application a par ailleurs été vérifiée par le biais de modélisation par éléments finis du comportement élastique d'agrégats polycristallins.

Nous avons également montré que la précipitation α avait une influence importante sur les propriétés élastiques de l'alliage. De plus, il est possible de considérer une influence isotrope de la précipitation α pour un volume considéré suffisant. Cela se traduit par une relation linéaire entre le module d'Young et la fraction surfacique de phase α précipitée dont les paramètres ont été établis à l'aide des résultats obtenus au cours de cette étude et de ceux disponibles dans la littérature. Par cette méthodologie, nous avons pu montrer que, quelle que soit la fraction volumique de phase α, le module d'Young est significativement influencé par la texture cristallographique de la phase β. La dispersion résultante est une conséquence de l'importante anisotropie d'origine cristallographique associée à la phase β. Lorsque la fraction de phase α précipitée est faible (≈ 25%), l'influence de la texture cristallographique de la phase β est prépondérante. Lorsque la fraction de phase α est plus importante (≈ 60%), on observe un bon accord à condition que le nombre de grains considérés soit important. Ces observations suggèrent que la sélection des variants α à l'échelle des grains β a une influence significative sur le comportement à l'échelle du grain. Si le volume considéré est plus important, cette influence est moyennée à cause du nombre plus important de grains considérés et la texture cristallographique associée à la phase β devient le paramètre dominant.

CHAPITRE IV. ANISOTROPIE DE PROPRIÉTÉS SOUS SOLLICITATIONS MONOTONES ET CYCLIQUES

Nous avons mis en évidence au chapitre précédent l'importante anisotropie élastique associée à la phase β. Cette anisotropie élastique, d'origine cristallographique, lorsqu'elle est associée à la présence d'une texture cristallographique de la phase β, est source d'une anisotropie de propriétés élastiques à l'échelle d'échantillons de laboratoire et potentiellement de composants industriels. Cependant, des conséquences peuvent apparaître sur d'autres caractéristiques mécaniques que l'élasticité. C'est pourquoi, ce chapitre abordera l'effet de cette anisotropie sur les caractéristiques mécaniques sous sollicitations monotones et cycliques.

Dans un premier temps nous caractériserons les propriétés mécaniques du Ti-5553 avec une microstructure "industrielle" soumise à des sollicitations monotones. En particulier, l'influence de la texture cristallographique et morphologique associée à la phase β sur le comportement mécanique ainsi que les mécanismes d'endommagement seront étudiés.

La durée de vie en fatigue étant un critère essentiel pour les composants industriels, nous caractériserons dans un second temps les propriétés mécaniques de l'alliage sous sollicitations cycliques. L'influence de l'anisotropie d'origine cristallographique sur le comportement en fatigue sera étudiée en détail. En particulier, un éventuel rôle de l'orientation cristallographique de la phase β sur l'amorçage de fissures sera considéré, bien que l'amorçage de fissures opère généralement dans la phase α ou à l'interface α/β. Des essais spécifiques visant la compréhension du comportement sur des microstructures "modèles" permettront d'analyser les résultats de campagne d'essais en durée de vie et de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement impliqués.

IV.1. Étude des propriétés mécaniques sous sollicitations monotones

IV.1.a. Influence de la direction de prélèvement sur les caractéristiques mécaniques sous sollicitations monotones

Une influence des textures morphologique et cristallographique sur l'anisotropie de propriétés mécaniques sous sollicitation monotone a été mise en évidence sur l'alliage Ti-5553 par Duval **[Duval, 2013]** ou Manda et al. **[Manda, 2015]**. En particulier, ces auteurs ont observés une diminution importante de la ductilité pour des éprouvettes prélevées perpendiculairement à l'axe du fibrage.

Afin de quantifier la contribution associée à la matrice β sur les caractéristiques mécaniques de la microstructure industrielle, une éprouvette de traction a été prélevée dans chacune des directions Lg, Rg et Tg. Les orientations cristallographiques de la phase β associées à ces directions de prélèvement ont été décrites dans la partie II.1.a à partir des données obtenues sur les éprouvettes de mesures de module d'Young par la technique DRM. On peut noter que le prélèvement d'éprouvettes axisymétriques suivant les directions Rg et Tg conduit à obtenir des textures morphologiques identiques, avec un fibrage normal à la direction de traction. La comparaison du comportement sur ces deux éprouvettes permettra donc d'isoler la contribution de la texture cristallographique associée à la phase β aux propriétés mécaniques en traction.

Caractéristiques mécaniques

Les essais ont été réalisés suivant le protocole défini au chapitre II. Les courbes contrainte-déformation conventionnelles associées à chacune des éprouvettes sont présentées sur la Figure 116. Les données relatives à ces essais sont synthétisées dans le Tableau 19. Les valeurs de modules d'Young obtenues sont d'environ 111, 111 et 114 GPa pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lg, Rg et Tg respectivement. Celles-ci sont très proches des valeurs mesurées par la technique DRM. La limite d'élasticité définie à 0.2% de plasticité ($Rp_{0.2\%}$) est légèrement plus élevée pour l'éprouvette prélevée suivant la direction Tg (1233 MPa) que pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Rg (1166 MPa) et Lg (1185 MPa). On constate également sur ce tableau que le coefficient d'écrouissage *n* est proche pour les trois éprouvettes (n = 0.07, 0.09 et 0.08 pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lg, Rg et Tg respectivement). La direction de prélèvement ne semble donc pas influencer significativement la capacité d'écrouissage du matériau. On note que ces valeurs relativement faibles sont en bon accord avec les données de la littérature pour les alliages de titane **[Santhosh, 2015], [Manda, 2015]**.

À contrario, la direction de prélèvement semble influencer significativement la ductilité du matériau. En effet, celle-ci est environ deux fois plus faible pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Rg et Tg (6.2% et 7.5% respectivement) par rapport à celle de l'éprouvette prélevée suivant la direction Lg (14.4%). Afin de comparer ces résultats avec ceux rapportés de la bibliographie, il est possible de déterminer un coefficient d'anisotropie de ductilité σ à partir de l'expression proposée par Wu et Koo **[Wu, 1997]**:

$$\sigma = \frac{A(\%)_{RD} - A(\%)_{TD}}{A(\%)_{RD} + A(\%)_{TD}} \quad (19)$$

Ou $A(\%)_{RD}$ représente l'allongement à rupture pour une éprouvette prélevée suivant la direction de fibrage et $A(\%)_{TD}$ l'allongement à rupture dans une direction perpendiculaire à la direction du fibrage. La valeur de l'indice d'anisotropie varie de 0 pour un matériau avec un allongement à rupture identique quelle que soit la direction de prélèvement à 1 lorsque l'allongement à rupture dans une direction transversale est négligeable devant l'allongement à rupture suivant la direction longue.

Dans notre cas, deux indices d'anisotropie de ductilité peuvent être définis : σ_R et σ_T correspondant aux éprouvettes prélevées suivant les directions Rg et Tg respectivement. Les valeurs de σ_R et σ_T sont de 0.32 et 0.40 respectivement. Cette valeur est proche de celle de 0.46 calculée à partir des résultats obtenus par Manda et al. **[Manda, 2015]**. Par ailleurs, les données obtenues par Duval **[Duval, 2013]** avec une procédure similaire à celle utilisée ici, tendent à montrer que la dispersion associée à cet indicateur peut être importante. En effet, celle-ci varie de 0.20 à 0.53 pour différentes micro-éprouvettes prélevées dans la même direction (Partie I.4.a).

De plus, comme nous l'avons précisé en introduction de cette partie, la texture morphologique des grains β est identique pour des éprouvettes prélevées suivant les directions Rg et Tg. Au contraire, nous avons montré dans le chapitre précédent que l'orientation cristallographique des grains β était dépendante de la direction de prélèvement. Cela montre que l'orientation cristallographique de la phase β dans la direction de sollicitation ne semble pas avoir une influence significative sur les caractéristiques mécaniques en traction.

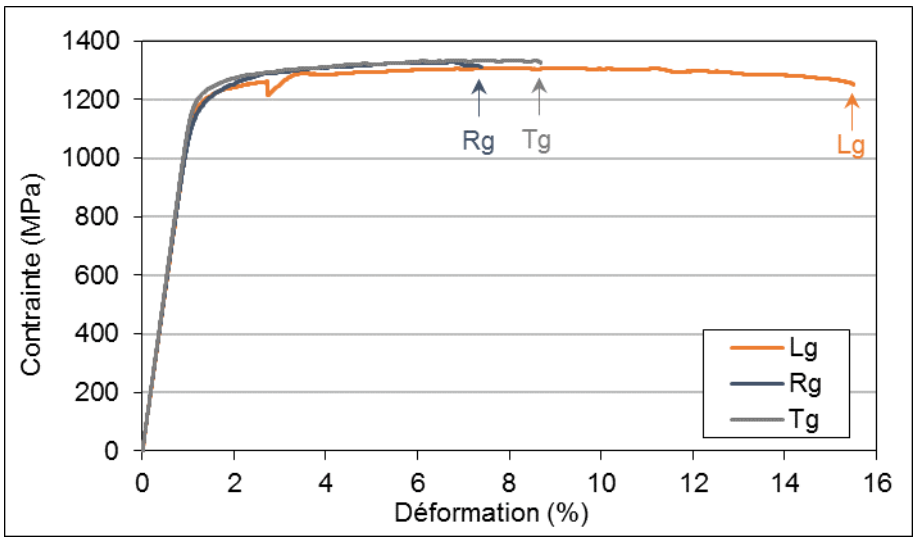


Figure 116: Courbes contrainte-déformation conventionnelles ($\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$) pour les éprouvettes sollicitées en traction.

Tableau 19: Caractéristiques mécaniques d'éprouvettes sollicitées en traction monotone en fonction de la direction de prélèvement.

Direction de prélèvement	Module d'Young (GPa)	$Rp_{0,2\%}$ (MPa)	Rm (MPa)	Coefficient d'écrouissage	A%
Lg	111	1185	1308	0,07	14,4
Rg	111	1166	1329	0,09	6,2
Tg	114	1233	1335	0,08	7,5

Endommagement et rupture

Des micrographies des faciès de rupture ainsi que du fût pour chacune des éprouvettes testées, sont présentées sur la Figure 117. Sur tous les faciès, des éléments de taille équivalente à un ou plusieurs grains β, (délimités en rouge sur les Figure 117.a à c), sont discernables. Ceux-ci sont de forme équiaxe sur le faciès de l'éprouvette prélevée suivant la direction Lg, et de géométrie élancée sur les faciès des éprouvettes prélevées suivant les directions Rg et Tg. Cette observation, associée à l'étude du fibrage présentée au chapitre II, confirme que ces éléments sont bien associés aux grains β. De plus, la présence d'un angle d'une dizaine de degrés entre le plan du faciès de rupture et le plan normal à l'axe de sollicitation, qui correspond à l'angle de fibrage, permet d'étayer cette hypothèse (Figure 117.f et g). On peut donc identifier une influence de la direction de fibrage des grains β sur la topologie du faciès de rupture. Il est donc probable que leur géométrie ait une influence sur la rupture de l'éprouvette. Ceci est en adéquation avec les mécanismes de rupture décrits par Lutjering **[Lutjering, 2007]**. Selon cet auteur la densité élevée de joints de grains pour un prélèvement perpendiculaire à la direction de fibrage favorise l'amorçage et la propagation de fissures. Cette hypothèse permet d'expliquer la ductilité plus faible constatée pour les éprouvettes prélevées dans les directions transverses (Rg ou Tg).

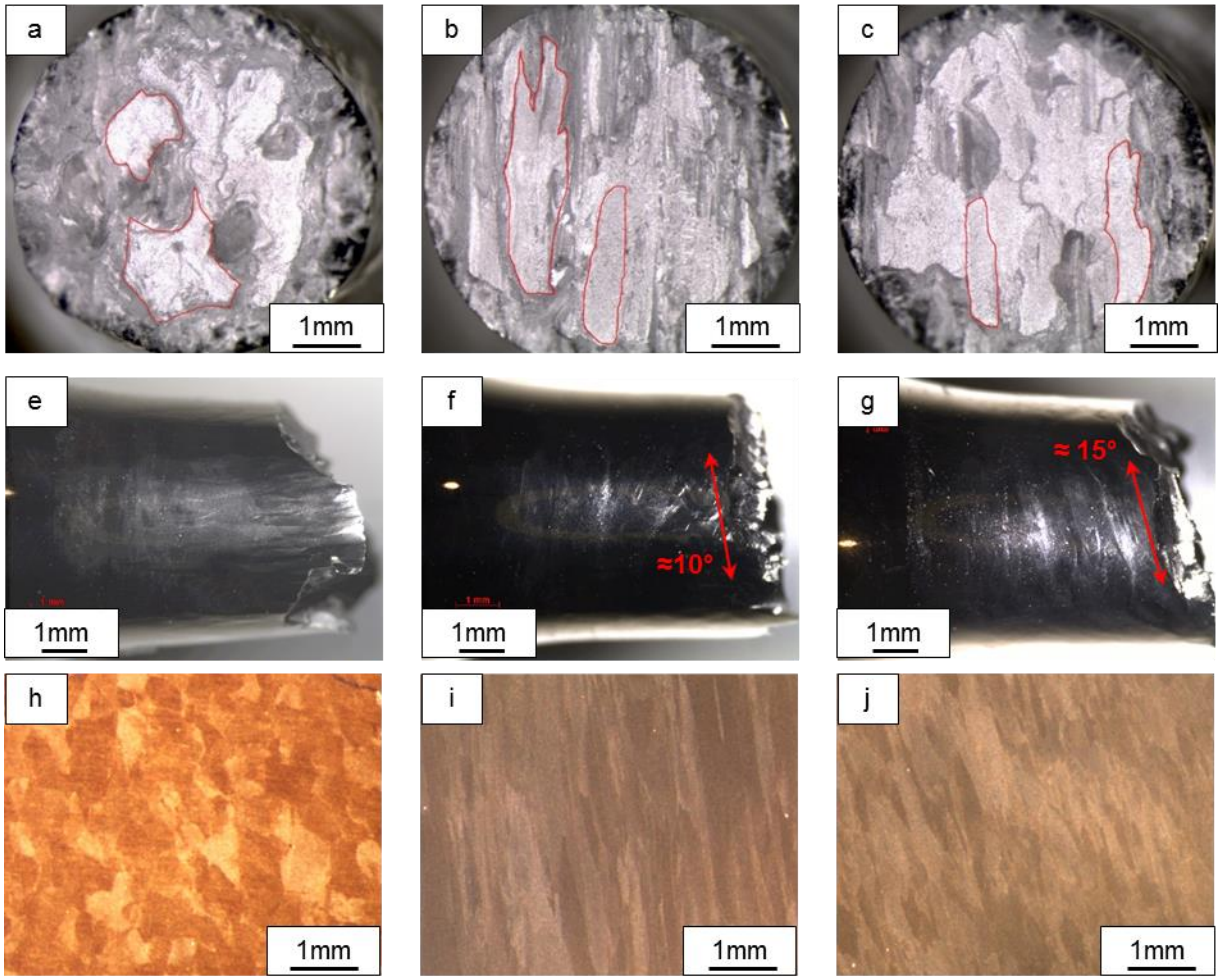


Figure 117 : Micrographies du faciès de rupture et du fût des éprouvettes sollicitées en traction et prélevées suivant les directions : (a et e) Lg; (b et f) Rg; (c et g) Tg. (h à j) Micrographies à même échelle de la microstructure "industrielle" issues de l'étude présentée dans le chapitre II : direction de fibrage proche de celle observée sur les faciès de rupture.

Afin d'étudier la microstructure à proximité de la zone de rupture et en particulier l'orientation cristallographique de la matrice β, les faciès des éprouvettes prélevées suivant les directions Lg, Rg et Tg (Figure 118.a et e) ont été polis dans le plan perpendiculaire à la direction de traction (Figure 118.b et f). Des cartographies EBSD de l'orientation cristalline de la phase β ont ensuite été effectuées sur ces faciès (Figure 118.c et g). Il est à noter que la partie du facies non atteinte par le polissage apparait en blanc sur ces images. La cartographie EBSD associée à l'éprouvette prélevée suivant la direction Lg n'est pas présentée car l'écrouissage au niveau de la zone de rupture ne permettait pas une diffraction suffisante. Ceci est probablement lié à l'allongement à rupture élevée obtenue pour cette éprouvette.

Les fonctions de distribution d'orientation (FDO) projetées sur une figure de pôles inverse pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Rg et Tg sont présentées en Figure 118.d et h respectivement. Comme on peut le voir, la texture cristallographique associée à la phase β est très proche pour les deux éprouvettes. A proximité de la zone de rupture, on observe que les directions <102> et <101> sont très présentes. Cela signifie qu'elles sont alignées avec la direction de sollicitation. Cette observation pourrait suggérer que ces orientations sont plus favorables à l'amorçage et/ou à la propagation de fissures.

On constate également une absence de grains dont les directions <001> sont alignées avec l'axe de sollicitation. Or, Duval a montré au cours d'un essai in-situ sous MEB sur micro-éprouvette, que les grains orientés suivant une direction <001> semblent être ceux qui cumulent le plus de déformation plastique. Ce résultat semble en contradiction avec nos observations EBSD établis sur faciès polis. Cependant les cartographies EBSD correspondent à une microstructure légèrement décalée par rapport à la surface de rupture du fait du polissage d'une part. D'autre part, les observations réalisées par Duval permettaient de voir précisément la zone de rupture alors que dans les analyses pratiquées ici c'est la microstructure intragranulaire au voisinage de la rupture qui est révélée. Ces analyses pourraient être non adaptées à l'analyse d'un mode de rupture intergranulaire β. Il n'y a donc peut-être pas contradiction entre ces différentes analyses. Cependant il est clair que plus de données seraient nécessaires pour conclure formellement sur un rôle de la phase β sur la rupture en traction.

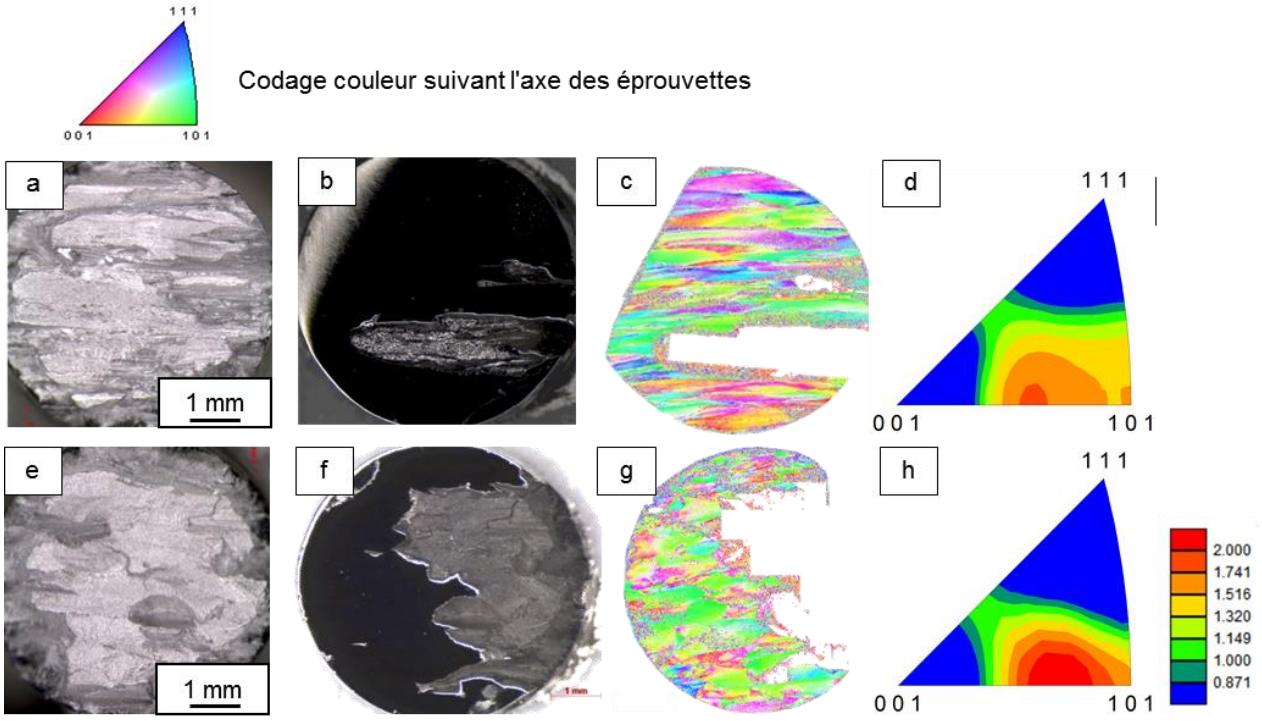


Figure 118 : Micrographies des faciès de rupture des éprouvettes prélevées suivant les directions (a) Rg; (e) Tg. Micrographies après polissage (b) Rg; (f) Tg. Cartographie EBSD phase β pas de 5 µm (c) Rg; (g) Tg. Fonction de distribution d'orientation projetée sur une figure de pole inverse (d) Rg; (h) Tg.

Des essais complémentaires de traction monotone sur micro-éprouvettes ont donc été effectués. Les dimensions de la partie utile de ces éprouvettes (10x2 mm) permettent une caractérisation de l'orientation cristallographique de la phase β sur toute la partie utile de l'éprouvette par la technique EBSD, ainsi qu'une caractérisation du champ de déformation par corrélation d'image de mouchetis. Les résultats sont développés dans la partie suivante.

IV.1.b. Étude de la déformation d'une microstructure bimodale au cours d'un essai sous sollicitation monotone.

Deux micro-éprouvettes ont été prélevées suivant chacune des directions Lm, Rm et Tm. Les cartographies d'orientations cristallographiques de la phase β tronquées à la dimension de la zone analysée par corrélation d'images ainsi que la FDO projetée sur une figure de pôles inverse sont présentées pour chacune des éprouvettes sur la Figure 119.

L'orientation cristallographique de la phase β est proche de celle décrite sur les éprouvettes précédemment caractérisées. Pour les deux éprouvettes prélevées suivant la direction "Lm", l'analyse des figures de pôles inverses montre que la FDO présente un maximum pour les orientations de faible module d'Young. Les éprouvettes prélevées dans la direction "Rm" présentent une texture cristallographique relativement différente. La fonction de densité d'orientation présente un maximum suivant la direction <111> pour l'éprouvette "µRm1" tandis que le maximum est situé dans la direction <001> pour l'éprouvette " µRm2". Enfin, pour les éprouvettes prélevées dans la direction "Tm", le maximum de la fonction de densité d'orientation est situé pour une direction proche de <112>. La différence de textures cristallographiques pour les éprouvettes prélevées suivant une même direction est plus importante que pour les éprouvettes DRM car le volume considéré est plus faible. En moyenne, une soixantaine de grains sont caractérisées sur chaque cartographie. Un seul grain à l'orientation singulière aurait donc plus de poids sur la texture à l'échelle de l'éprouvette.

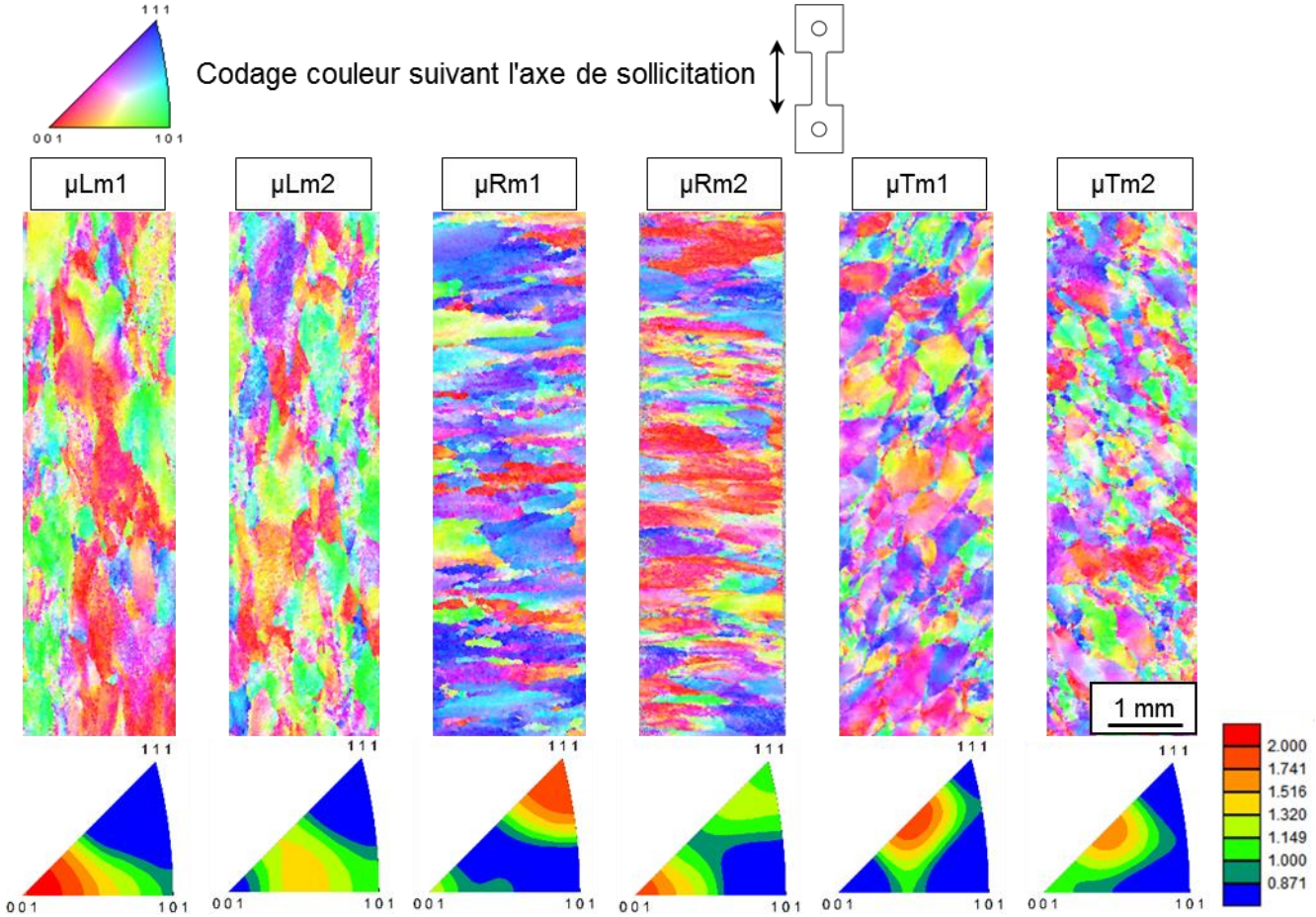


Figure 119 : Cartographie EBSD de la phase β avec un pas de 3 µm, et fonction de distribution d'orientation projetée sur le triangle standard des micro-éprouvettes.

Les essais de traction ont été menés suivant le protocole décrit dans le chapitre II. Afin de déterminer l'allongement uniforme, les essais ont été stoppés juste avant l'apparition de la striction. Les courbes contrainte-déformation pour les micro-éprouvettes ainsi que pour les éprouvettes axisymétriques sont présentées et superposées sur la Figure 120. Sur cette figure, les flèches noires indiquent le début de la striction sur chaque micro-éprouvette. La déformation a été calculée à partir du déplacement du vérin corrigé à partir des résultats obtenus par mesure extensométrique sur l'éprouvette "µTm1". Plusieurs cycles de charge-décharge ont été effectués afin d'évaluer la dispersion de mesure de déformation. En conséquence, celle-ci n'a donc pas été sollicitée jusqu'à l'apparition de la striction.

Le protocole d'essai sur les micro-éprouvettes ne permet pas d'obtenir les caractéristiques mécaniques des essais (E et $Rp_{0.2\%}$) avec une précision équivalente à celle obtenue sur les éprouvettes macroscopiques. Néanmoins, les courbes présentées sur la Figure 120 permettent d'établir qualitativement la bonne corrélation de comportement sous sollicitation monotone entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles quelle que soit la direction de prélèvement. On peut cependant remarquer une différence de niveau de contrainte dans le régime de déformation plastique. Pour les micro-éprouvettes la contrainte est située aux alentours de 1200 MPa tandis que sur les éprouvettes conventionnelles celle-ci atteint plus de 1300 MPa. Cette différence pourrait avoir plusieurs origines : relaxation des contraintes lors des arrêts de la machine d'essai durant les phases d'acquisition d'images du mouchetis sur les micro-éprouvettes; comportement différent associé à des agrégats à faible nombre de grains sur micro-

éprouvettes favorisant des états de contrainte plus relaxant du fait de fort ratio surface/cœur.

L'allongement uniforme ($A_{striction}$%) pour chaque micro-éprouvette est présenté dans le Tableau 20. Sur les micro-éprouvettes, la direction de prélèvement influence significativement l'allongement à charge maximale qui est environ deux fois plus faible pour des éprouvettes prélevées suivant les directions radiale Rm et transverse Tm par rapport à aux éprouvettes prélevées suivant la direction longue Lm. La ductilité plus faible observée suivant les directions R et T semble liée au fait que la striction apparait beaucoup plus tôt dans ces directions, en plus des effets liés à la propagation de fissure décrit dans le chapitre I et observés sur les faciès de rupture.

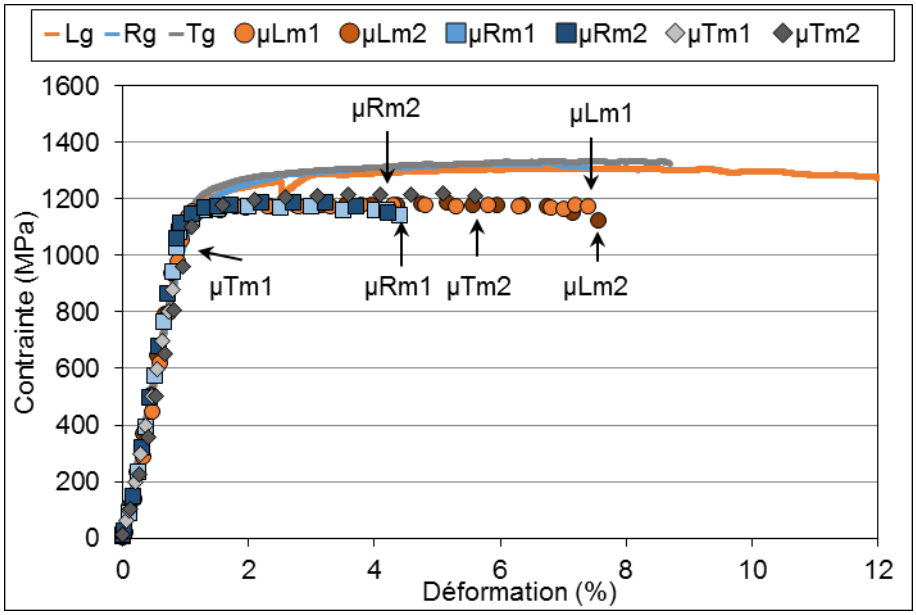


Figure 120 : Symboles : Courbes contrainte-déformation des micro-éprouvettes de microstructure industrielle; Lignes : Courbes contrainte-déformation des éprouvettes "conventionnelles" $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}, T_{amb}$.

Tableau 20 : Allongement uniforme pour les micro-éprouvettes de Ti-5553 prélevées suivant différentes directions.

Eprouvette	µLm-01	µLm-02	µRm-01	µRm-02	µTm-01	µTm-02
$A\%_{striction}$	6,3	6,5	3,5	3,2	-	4,5

L'analyse par DIC du champ de déformation au cours d'essai permet d'identifier les éléments microstructuraux associés à l'apparition de la striction. La cartographie EBSD de la phase β de la région d'intérêt d'une éprouvette prélevée suivant la direction Lm est présentée sur la Figure 121.a. Un exemple de champ de déformation, mesuré par corrélation d'image pour une déformation totale de 3.8%, est présenté sur la Figure 121.b. Sur celle-ci, on peut remarquer que la déformation est localisée sur une partie de la surface pour laquelle la déformation locale dépasse les 10%. Celle-ci correspond à la zone d'apparition de la striction pour une déformation totale de 7.4% (Figure 121.c). La corrélation entre cette zone de localisation de la déformation et la cartographie EBSD n'est pas flagrante. Cependant, la déformation semble concentrée au niveau d'un grain orienté suivant une direction proche de <101> ou <102>, direction a priori très déformable.

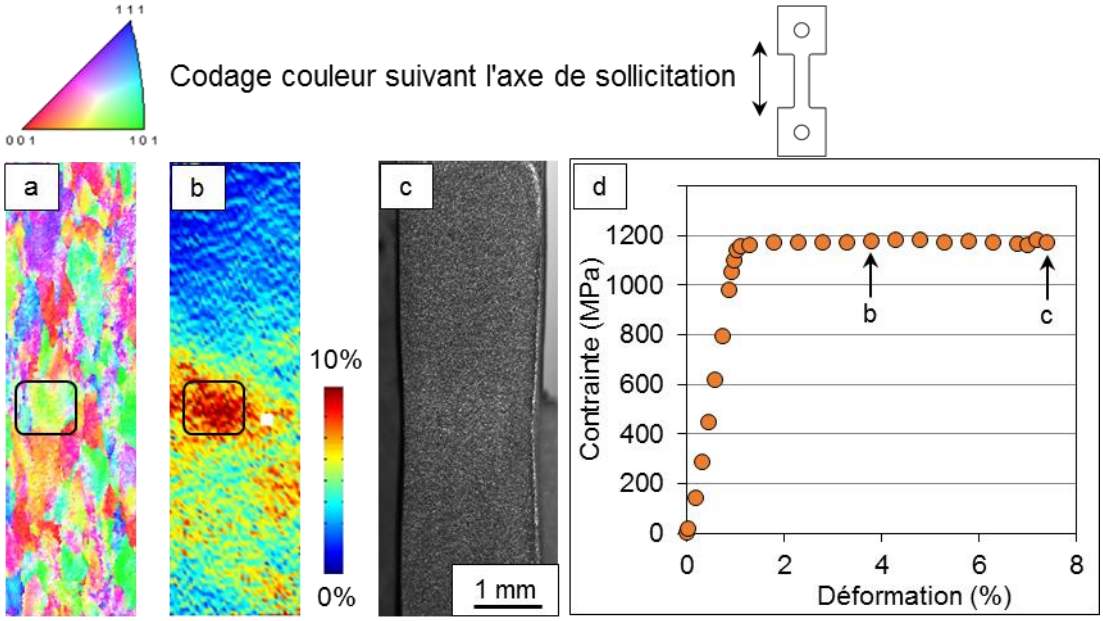


Figure 121 : (a) Cartographie EBSD de la phase β avec un pas de 3 µm de la région d'intérêt d'une éprouvette prélevées suivant la direction Lm; (b) Champs de déformation calculée par corrélation d'image pour une déformation totale moyenne de ε_t = 3.8%; (c) Photographie de l'éprouvette lors de l'apparition de la striction : ε_t = 7.4%; (d) Courbe contrainte-déformation associée à la micro-éprouvette.

Pour chaque éprouvette testée, une ou plusieurs zones de localisation de la déformation apparaissent. Afin de mieux anticiper l'influence des grains situés dans le volume de l'éprouvette sur la localisation de la déformation, une cartographie EBSD a été réalisée sur les deux faces d'une éprouvette prélevée suivant la direction "Rm" (Figure 122.a et b). Comme on peut le voir sur la Figure 122.c, plusieurs zones de concentration de la déformation apparaissent. Bien qu'une corrélation avec les données d'orientation cristallographique soit délicate, on peut remarquer que la morphologie des zones de localisation de la déformation semble être liée à la morphologie des grains β. Cela laisse supposer que ces zones sont limitées à un ou plusieurs grains β contigus. Ici encore, la présence d'un grain orienté suivant une direction <101> semble coïncider avec l'apparition d'une zone de localisation de la déformation.

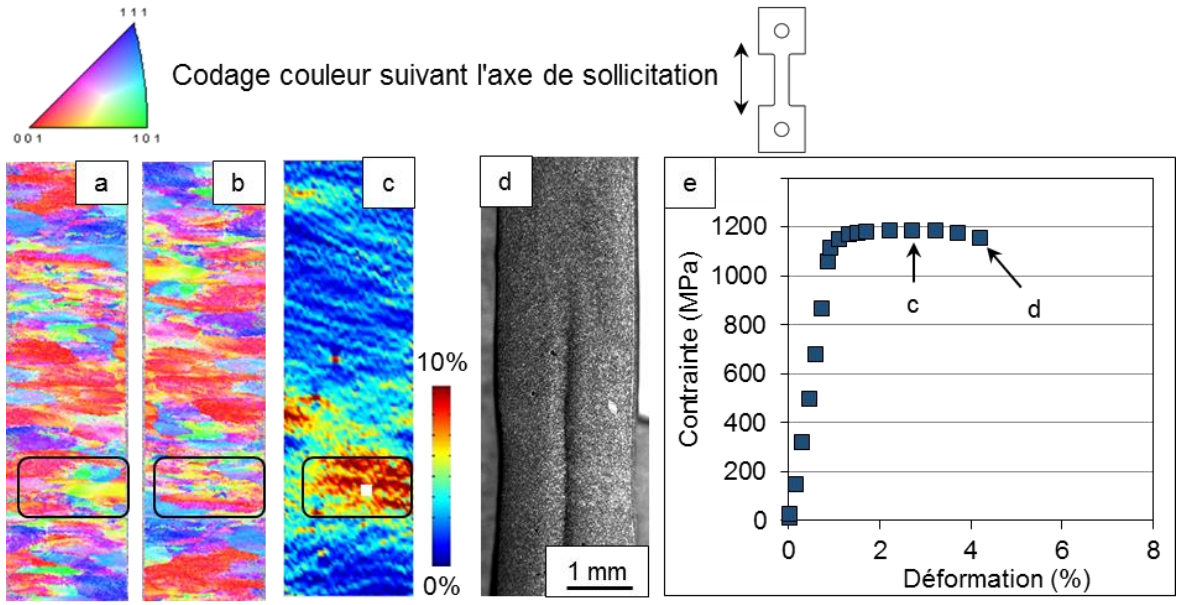


Figure 122 : (a) Cartographie EBSD de la phase β avec un pas de 3 µm de la région d'intérêt sur la face avant d'une éprouvette prélevées suivant la direction Rm; (b) Cartographie EBSD sur la face arrière de l'éprouvette; (c) Champs de déformation pour ε_t = 2.7%; (d) Photographie de l'éprouvette lors de l'apparition de la striction : ε_t = 4.2%; (e) Courbe contrainte-déformation associée à la micro-éprouvette.

L'analyse du champ de déformation sur une éprouvette prélevée suivant la direction "Tm", confirme les observations effectuées sur les éprouvettes prélevées suivant les autres directions. La déformation est également localisée à quelques grains β contigus (Figure 123). Cependant, contrairement aux observations effectuées sur les éprouvettes prélevées suivant les directions "Lm" et "Rm", sur cette éprouvette, la déformation semble localisée dans des grains β dont l'axe <112> est colinéaire avec l'axe de traction. Il est intéressant de remarquer que l'orientation cristallographique des grains β associés à la présence de zones de localisation de la déformation est proche de celle des grains β constatée sur les faciès de rupture des éprouvettes conventionnelles.

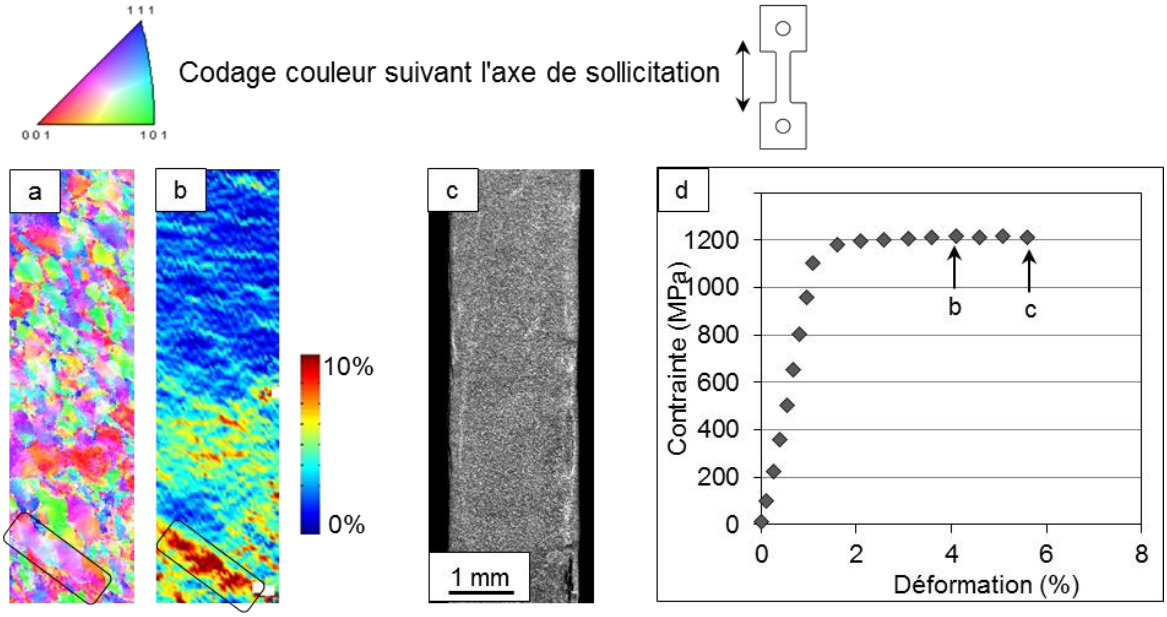


Figure 123 : (a) Cartographie EBSD de la phase β avec un pas de 3 µm de la région d'intérêt d'une éprouvette prélevées suivant la direction "Tm"; (b) Champs de déformation calculée par correlation d'image pour une déformation totale moyenne de ε_t = 4.1%; (c) Photographie de l'éprouvette lors de l'apparition de la striction : ε_t = 5.6%, la zone de striction est détectable par l'endommagement du mouchetis observable en bas à droite; (d) Courbe contrainte déformation associés à la micro éprouvette.

Les travaux de Duval **[Duval, 2013]** et Manda et al. **[Manda, 2015]** ont montré que la présence de textures morphologique et cristallographique peuvent conduire à une anisotropie de propriétés en traction monotone. Cependant, il est observé que la résistance à la traction est peu sensible à la direction de prélèvement. En conséquence, l'influence des textures morphologique et cristallographique semble limitée sur ces propriétés. Au contraire, une anisotropie importante a été observée sur la ductilité. En effet, la ductilité d'éprouvettes prélevées perpendiculairement à l'axe de fibrage, est environ deux fois plus faible que celles d'éprouvettes prélevées suivant l'axe du fibrage.

Ce comportement a été expliqué sur les alliages β métastable par un effet délétère de la densité de joints grains β qui facilite la propagation des fissures **[Lutjering, 2007]**. Les investigations réalisées sur les faciès de rupture des éprouvettes macroscopiques tendent à confirmer cette hypothèse car le relief observé sur les faciès semble lié à l'orientation des grains β. D'autre part, les analyses EBSD effectuées sur les faciès de rupture, laissent supposer une possible corrélation entre la texture cristallographique locale de la phase β et la localisation de la rupture. C'est pourquoi des essais de compréhension sur micro-éprouvettes ont été mis en place.

Les investigations réalisées sur les micro-éprouvettes, montrent qu'une rupture favorisée par la densité de joint de grains β n'est probablement pas la seule raison de l'abattement de ductilité observé sur des éprouvettes prélevées perpendiculairement à la direction de fibrage. Cet abattement de ductilité est également lié à la concentration de la déformation dans quelques grains β. L'analyse effectuée à partir de l'indice d'anisotropie laisse supposer que la contribution de la localisation de la déformation à l'abattement de ductilité peut être importante. À partir des essais réalisés, il est difficile d'établir un lien formel entre les zones de localisation de la déformation et l'orientation cristallographiques des grains β. Néanmoins les grains β possédant des orientations cristallographiques proches de la direction <101> semblent plus favorables à l'apparition de ce type de zones. En particulier, ce constat semble en contradiction avec l'accommodation de la déformation plastique qui est généralement associée à du glissement dans les nodules primaires **[Luquiau, 1997], [Qin, 2013]** préférentiellement observé dans les grains orientés <001> **[Duval, 2013]**.

L'anisotropie de ductilité observée sur le Ti-5553 semble être le résultat de l'association de deux mécanismes : la concentration de déformation à quelques grains β, et la facilité de propagation de fissure par augmentation de la densité de joint de grains. Cependant, il est possible que le phénomène de localisation intervienne pour des niveaux de déformations totales plus faibles qu'utilisés lors de l'étude en traction monotone. La durée de vie en fatigue pourrait ainsi être significativement influencée par une déformation localisée à certains éléments microstructuraux. C'est pourquoi, la partie suivante visera à étudier le lien entre comportement en fatigue et microstructure avec une attention particulière portée sur l'influence de l'orientation cristallographique de la matrice β.

IV.2. Propriétés mécaniques sous sollicitations cycliques

Afin d'étudier l'influence des textures morphologique et cristallographique sur les propriétés sous sollicitation cyclique, plusieurs campagnes d'essais ont été réalisées. La première est destinée à déterminer l'influence de la direction de prélèvement sur le comportement du matériau sous sollicitations cycliques. La seconde campagne a pour but de déterminer des éventuelles configurations néfastes pour la durée de vie à l'échelle du grain β.

IV.2.a. Comportement mécanique sous sollicitations cycliques

Les campagnes de caractérisation du comportement cyclique ont été effectuées suivant le protocole décrit dans le chapitre II. Les niveaux de sollicitation choisis, ±0.8 et ±1% de déformation totale, correspondent à un niveau de contrainte moyen pour le premier cycle de 77 et 92% de la limite d'élasticité respectivement. La demi-amplitude de contrainte ($\sigma = (\sigma_{max} - \sigma_{min})/2$) en fonction du nombre de cycles pour les éprouvettes sollicitées à ±0.8% est présentée sur la Figure 124. On peut observer sur ces courbes que la direction de prélèvement à un impact sur le niveau de contrainte. En effet, les contraintes maximales pour le premier cycle sont de 872, 890 et 902 MPa pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lm, Rm et Tm respectivement. Cet écart peut être lié à la différence de texture cristallographique de la phase β qui induit un module d'Young plus faible dans la direction longue. Celui-ci a été estimé lors de la charge et de la décharge du premier cycle sur les trois éprouvettes. Il est de 108 GPa pour l'éprouvettes prélevée suivant la direction Lm, 111 GPa pour l'éprouvette prélevée suivant la direction Rm, et 113 GPa pour l'éprouvette prélevée suivant la direction Tm. Une estimation du niveau de contrainte en considérant un régime purement élastique conduit à des valeurs de 864, 888 et 904 MPa pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lm, Rm et Tm respectivement. Cette observation semble confirmer notre hypothèse.

Hormis la différence de demi-amplitude de contrainte, le comportement est identique quelle que soit la direction de prélèvement des éprouvettes. Un durcissement relativement faible est observé durant les premiers cycles. Celui-ci est inférieur à 5 MPa et est suivi d'un adoucissement. En quelques dizaines de cycles, la valeur de la demi-amplitude de contrainte se stabilise. Il est intéressant de noter qu'elle atteint une valeur similaire à celle mesurée au premier cycle. Rapportée à la limite d'élasticité, 0.8% de déformation totale imposée équivaut à atteindre en moyenne 77% de la limite d'élasticité moyennée pour les trois directions au premier cycle, les observations effectuées par Huang et al. **[Huang, 2011]** et les nôtres concordent. En conclusion, pour un niveau de déformation totale de ±0.8%, que l'on qualifiera de modéré, la direction de prélèvement n'influence pas significativement le comportement mécanique sous sollicitation cyclique.

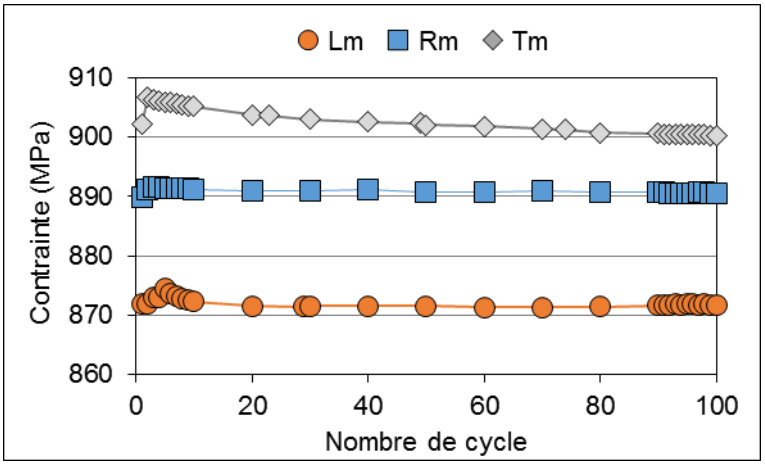


Figure 124 : Demi-amplitude de contrainte sur 100 cycles pour des essais pilotés en déformation totale imposée à ± 0.8%, $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-4}s^{-1}$.

La demi-amplitude de contrainte pour les 200 premiers cycles des éprouvettes sollicitées à ±1%, est présentée sur la Figure 125. L'adoucissement cyclique observé correspond au comportement rapporté dans la littérature **[Luquiau, 1997], [Huang, 2011]**. Différents paramètres estimés à partir de ces essais sont synthétisés dans le Tableau 21. Dans celui-ci, Δσ représente la différence entre la contrainte au 1er et au 200e cycle, ε_p représente la déformation plastique au 1er cycle et $\Delta\varepsilon_p$ la déformation plastique cumulée entre le premier et dernier cycle.

Comme constaté d'après les essais en déformation totale imposée à ±0.8%, la direction de prélèvement à une influence sur le niveau de contrainte. Les modules d'Young mesurés pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lg, Rm et Tm sont de 111, 114 et 112 GPa respectivement. La valeur de contrainte en considérant un régime purement élastique est de 1110, 1140 et 1120 MPa pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lg, Rm et Tm respectivement. Les différences de module d'Young semblent également être en partie à l'origine de la différence de niveau de contrainte observée. Néanmoins, les niveaux de contrainte constatés expérimentalement ne correspondent pas à ces valeurs, ce qui suggère que l'hypothèse d'un comportement purement élastique ne semble pas applicable.

On remarque également que la direction de prélèvement semble avoir un effet sur l'adoucissement cyclique. En effet, celui-ci est légèrement plus prononcé pour l'éprouvette prélevée suivant la direction longue (Δσ = 64 MPa) que pour les éprouvettes prélevées suivant les directions radiales et transverses (Δσ = 44 et 49 MPa respectivement).

Les valeurs de ε_p pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lg, Rm et Tm sont de 0.053, 0.056 et 0.062% respectivement. Ce paramètre ne semble pas influencé par la direction de prélèvement. Par ailleurs, la déformation plastique cumulée sur les 200 premiers cycles est plus importante pour l'éprouvette prélevée suivant la direction "Lg" (0.091%) que pour les éprouvettes prélevées suivant les directions "Rm" et "Tm" (0.088% et 0.069% respectivement). On remarque néanmoins que les différences mesurées sont relativement faibles.

Les différentes études rapportées dans le premier chapitre s'accordent sur le rôle majeur joué par l'activation des mécanismes de glissement aux seins des nodules sur l'adoucissement cyclique observée sur les alliages de titane **[Beranger, 1993], [Feaugas, 1997], [Luquiau, 1997], [Huang, 2011]**. Or, l'importante anisotropie de la phase β, mise en évidence au chapitre précédent, semble influencer le champ de déformation à l'échelle

des grains β et favoriser ou inhiber l'activation des mécanismes de glissement au sein des nodules. En effet, les grains les moins rigides sont rapportés comme étant les plus favorables à l'activation du glissement **[Duval, 2013]**. Les différences relevées sur le comportement mécanique pour une déformation totale imposée à ±1.0% pourraient donc être liée à la différence d'orientation cristallographique des grains β au sein de chaque éprouvette.

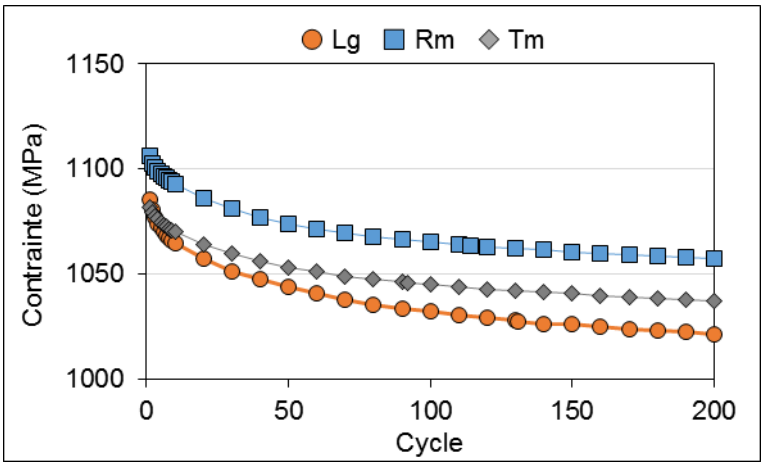


Figure 125 : Demi-amplitude de contrainte sur 200 cycles pour des essais pilotés en déformation totale imposée à ± 1%, $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-4}s^{-1}$.

Tableau 21 : E, Δσ, ε_p et $\Delta\varepsilon_p$ des éprouvettes sollicitées en fatigue en déformation totale imposée à ± 1%.

Direction	E (GPa)	Δσ (MPa)	ε_p cycle 1 (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)
L	111	64	0,053	0,091
R	114	49	0,056	0,088
T	112	44	0,062	0,069

Influence de l'orientation cristallographique de la phase β sur le comportement en fatigue

Afin de mieux comprendre le rôle de l'orientation cristalline de la matrice β sur le comportement sous sollicitation cyclique, un essai de fatigue interrompu sur une éprouvette à section carrée a été mené. Cette géométrie permettra notamment une prise en compte de l'orientation cristallographique en utilisant la technique EBSD sur chacune des faces. Cet essai a été piloté en déformation totale imposé à ± 0.7% selon les conditions décrites dans le chapitre II. Il a été stoppé au bout de 20 000 cycles suite à la propagation de plusieurs fissures détectées post mortem en microscopie électronique à balayage. Les mécanismes d'endommagement et d'amorçage des fissures seront discutés dans la partie IV.2.b.

Le rôle de l'orientation cristallographique de la matrice β sur l'activation des mécanismes de glissement au sein de la précipitation primaire α sera analysé via des investigations en microscopie électronique à balayage effectuées après cyclage sur différentes zones de l'éprouvette. Ces zones sont présentées sur la Figure 126. Celles-ci ont été choisies pour être représentatives des directions cristallographiques principales de la phase β (<001>, <101>, <112> et <111>). Sur cette éprouvette, on notera que les grains

dont une direction <111> est proche de l'axe de sollicitation présentent un domaine d'orientation cristallographique plus important que les autres. C'est pourquoi, nous n'avons pas identifié une orientation moyenne pour les grains numérotés 1 et 3 sur la Figure 126.

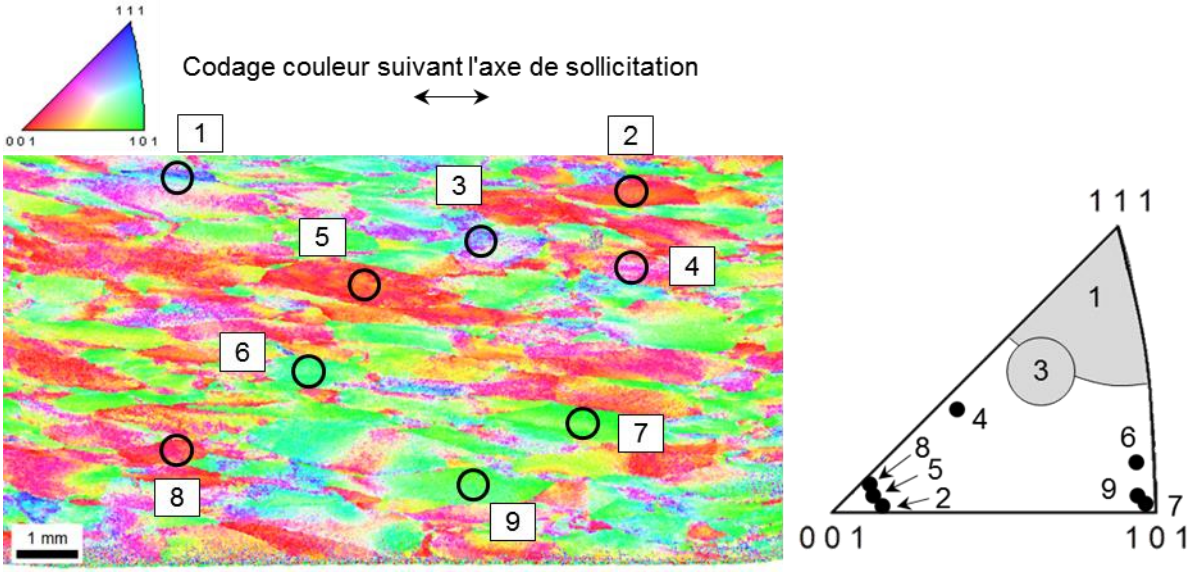


Figure 126 : Localisation des grains observés en microscopie électronique à balayage et projection de leurs orientations sur le triangle standard.

Un exemple de micrographie MEB, prise après sollicitation dans chacun des grains décrit ci-dessus est présenté sur la Figure 127. Le faible relief associé aux bandes de glissement conduit à acquérir les images à des grossissements importants. Cela limite le nombre de nodules pour lesquels les bandes de glissement sont détectables par image. Néanmoins, il est possible d'estimer un ordre de grandeur de la fraction de nodules présentant des traces de glissement, les résultats sont présentés dans le Tableau 22. Les bandes de glissement étant parfois difficiles à distinguer sur les micrographies, celles-ci ont été surlignées en orange.

On constate des différences importantes d'une zone à l'autre. Au sein des grains β orientés suivant une direction de faible module d'Young, numérotés 2, 5 et 8, de nombreuses traces de glissement sont observées. On remarque également que, plusieurs systèmes de glissement sont activés occasionnellement au sein d'un même nodule (Figure 127.8). On peut également remarquer que la fraction de nodules α présentant des traces de glissement varie d'un grain β à l'autre. En effet, dans le grain n°2, environ 90% des nodules analysés présentent des traces de glissement tandis que dans les grains n°5 et 8 environ 40% des nodules analysés en présentent. L'orientation cristallographique de la phase β ne semble donc pas être le seul paramètre influençant la déformation plastique au sein des grains β. Ces observations peuvent être liées à l'influence des grains β voisins sur le champ de contrainte et/ou à la précipitation de la phase α régie par les relations d'orientations de Burgers et la sélection de variants.

Des traces de glissement sont également observables dans les grains n°4, 6, 7 et 9, pour lesquels la matrice β présente un module d'Young plus élevé que les grains n°2, 5 et 8. Cependant, les fractions de nodules présentant des traces de glissement (environ 10, 50, 20 et 10% pour les grains n°4, 6, 7 et 9 respectivement) sont en moyenne inférieures à celles calculées pour les grains n°2, 5 et 8. Aucune trace n'a été observée dans les nodules

du grain n°3. Dans le grain n°1, dont l'orientation cristallographique de la matrice β est proche des directions les plus rigides, des traces de glissement ont été observées dans un seul nodule.

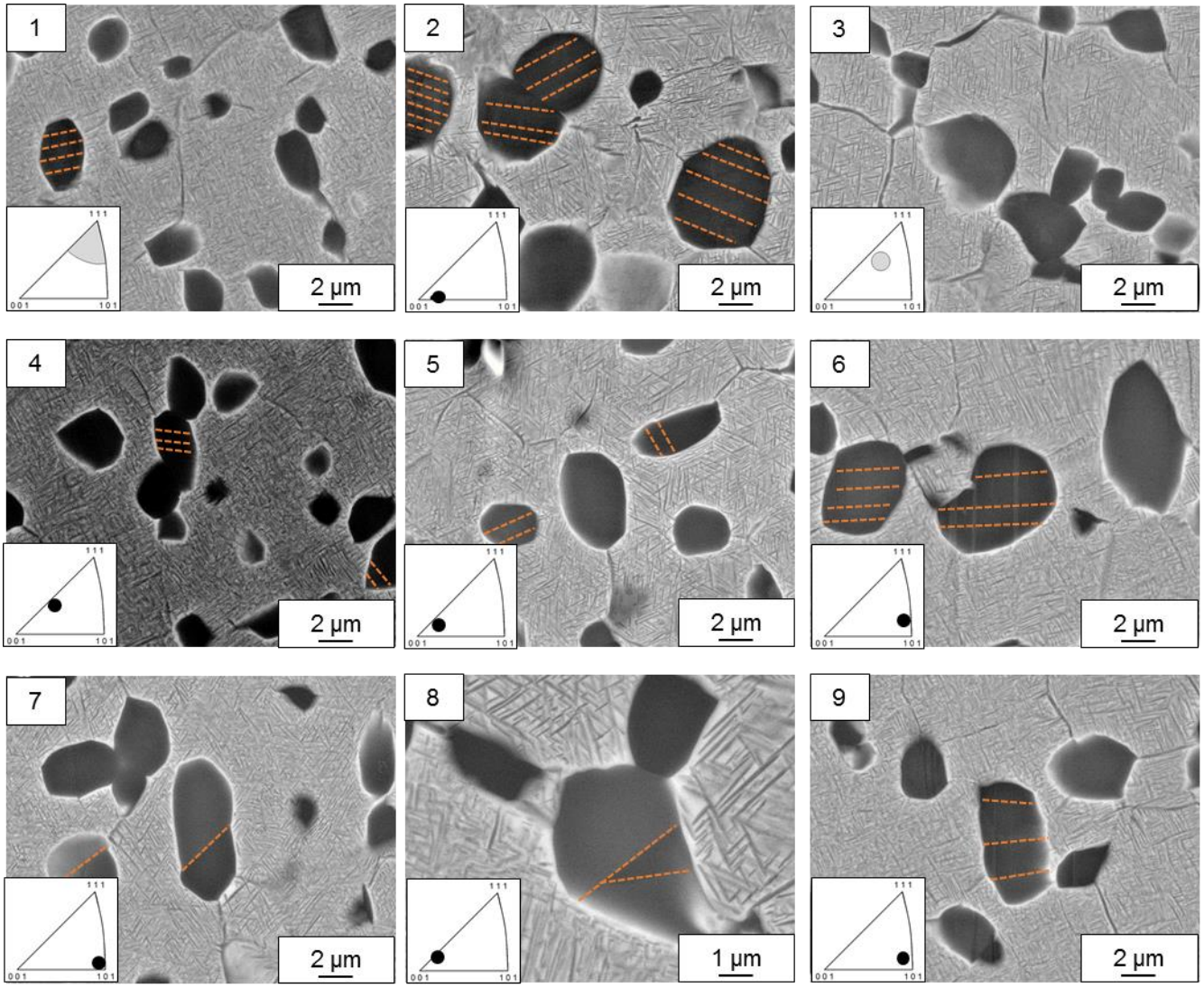


Figure 127 : Micrographies MEB après interruption d'un essai de fatigue sur l'éprouvette de section carrée; le numéro sur chaque image renvoie au numéro de grain sur la Figure 126. L'orientation cristallographique de la matrice β est projetée sur une figure de pôles inverse pour chaque image.

Tableau 22 : Caractérisations des zones d'intérêts de la

Figure 127.

Grains β	Orientation cristallographique moyenne	Rigidité	Fraction de nodules présentant des traces de glissement
1	<111>	Elevé	≈ 0%
2	<001>	Bas	≈ 90%
3	<112>	Intermédiaire	≈ 0%
4	<112>	Intermédiaire	≈ 10%
5	<001>	Bas	≈ 40%
6	<101>	Intermédiaire	≈ 50%
7	<101>	Intermédiaire	≈ 20%
8	<001>	Bas	≈ 40%
9	<101>	Intermédiaire	≈ 10%

Ces observations, bien que très qualitatives, concordent avec celles effectuées par Duval **[Duval, 2013]** sur des micro-éprouvettes de traction du même matériau. Les grains de faible module d'Young présentent des marques d'une plasticité importante au sein des nodules tandis que les nodules des grains de fort module d'Young présentent très peu de traces de glissement. Ces marques de plasticité seraient liées à une déformation locale à l'échelle du grain β plus importante. À partir de ces observations, il est possible d'établir qualitativement une zone d'orientation cristallographique de la matrice β favorable à l'activation du glissement dans les nodules lors de sollicitation de fatigue. Celle-ci est présentée en bleu sur la Figure 128.

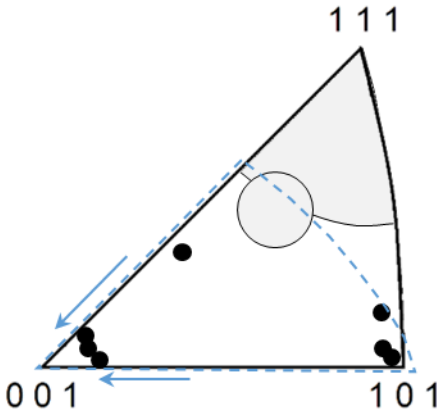


Figure 128 : Orientation des grains β étudiés après essai de fatigue interrompu. En bleu, représentation qualitative des orientations de la matrice β favorable à l'activation du glissement dans les nodules, plus l'orientation est proche de la direction <001> plus l'activation du glissement est favorisé.

Les résultats rapportés de la littérature montrent que l'amorçage de fissures en fatigue se produit sur des bandes de glissement au sein des nodules. Or, il ne semble pas

y avoir de corrélation entre la fraction de nodule présentant des traces de glissements et l'amorçage de fissures. En effet, d'après Duval **[Duval, 2013]** l'amorçage de fissure semblait avoir lieu dans des grains orientés suivant une direction <101>. Il semblerait donc que l'activation précoce de la plasticité ne soit pas le seul critère pour l'amorçage de fissure en fatigue. Ce point sera étudié en détails dans la partie suivante.

IV.2.b. Endommagement et propagation de fissure.

Caractérisation des fissures secondaires en lien avec l'orientation cristallographique de la matrice β

Afin de faire le lien entre les bandes de glissement apparues et la formation de fissure, nous allons à nouveau exploiter l'essai effectué sur l'éprouvette à section carrée et interrompu après 20 000 cycles suite à la détection de plusieurs fissures. Après observation de la surface de l'éprouvette au MEB, il s'avère que ces fissures sont millimétriques. Celles-ci semblent avoir amorcé à partir des arrêtes de l'éprouvette à cause de la concentration de contrainte générée dans cette zone. Une micrographie de fissure typique est présentée sur la Figure 129. On peut également observer la présence d'une fissure secondaire dans cette zone. Des observations complémentaires ont révélé la présence de plusieurs fissures de ce type à la surface de l'éprouvette. Contrairement à la fissure principale, celles-ci n'ont pas amorcé sur une arrête.

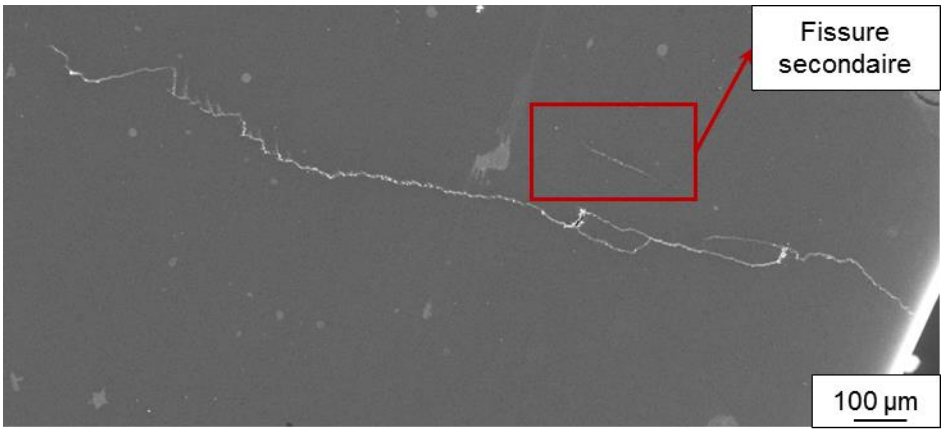


Figure 129 : Micrographie MEB d'une fissure amorcée sur une arrête avec présence d'une fissure secondaire.

Sur la face de l'éprouvette présentée sur la Figure 129, des fissures secondaires ont été observées dans six grains β. Parmi ces fissures secondaires, différents stades de développement (de quelques micromètres à plusieurs centaines de micromètres) ont pu être observés (Figure 130). Le nodule d'amorçage pourra être déterminé sur les fissures de moins de 20µm. D'autre part, on dénombre 9 fissures secondaires dans le même grain β présentées en Figure 130 (indiquées par des flèches rouges). Cette observation laisse supposer que ce grain se trouve dans des conditions particulièrement favorables à l'amorçage de fissure et/ou que leur propagation peut être favorisée par coalescence de micro-fissures.

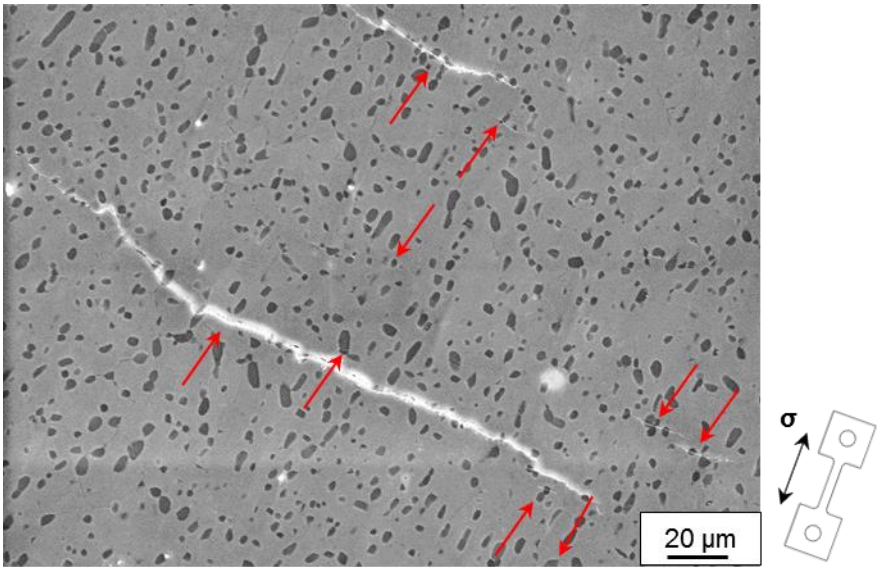


Figure 130 : Micrographie MEB d'un grain β contenant de multiples fissures secondaires.

L'orientation cristallographique moyenne des six grains β dans lesquels des fissures secondaires ont été observées est projetée sur une figure de pôle inverse en Figure 131. Le nombre de fissures secondaires observées dans chacun des 6 grains β est indiqué sur le Tableau 23. L'analyse de ces données montre que le nombre de fissures semble bien plus important dans les grains β dont une direction <101> est proche de l'axe de sollicitation comme les grains notés "d" et "e" sur la Figure 131. Cependant, bien que ces grains aient une orientation cristallographique similaire, le nombre de fissures secondaires observée dans chacun d'eux est différent. De plus, dans le grain noté "f", dont l'orientation cristallographique est proche de celle des grains "d" et "e", seule une fissure a été observée. L'orientation cristallographique de la matrice ne semble donc pas être le seul paramètre contrôlant la multi-fissuration observée à cette échelle.

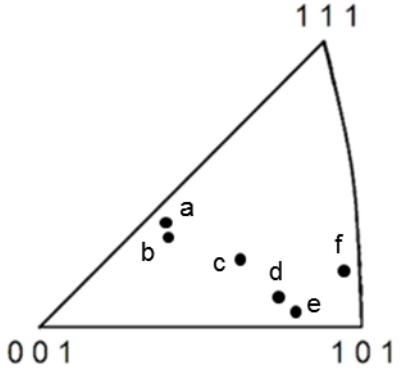


Figure 131 : Orientation cristallographique des grains β contenant une ou plusieurs fissures secondaires.

Tableau 23 : Nombre de fissures secondaires observées dans les grains β dont l'orientation cristallographique est présentée en Figure 131.

Grains β	a	b	c	d	e	f
Nombre de fissures	1	1	2	15	5	1

Parmi les 25 fissures secondaires analysées, la zone d'amorçage n'a pu être identifiée avec certitude que pour 10 d'entre-elles. Celles-ci mesurent en moyenne moins

de 20 µm et semblent amorcées soit sur des bandes de glissement au sein des nodules (Figure 132.a) soit à l'interface nodule matrice (Figure 132.b). Parmi ces 10 fissures secondaires, une seule semble avoir pour origine l'interface nodule matrice et une seule a pour origine un cluster de nodule. Les clusters de nodules primaires ne semblent donc pas être une configuration particulièrement délétère pour l'amorçage de fissure en fatigue. Ces observations sont en contradiction avec les observations rapportées dans la littérature pour un alliage Ti-10-2-3 par Ravi Chandran et al. **[Ravi Chandran, 2005], [Ravi Chandran, 2010]** mais en accord avec celles rapportées par Duval **[Duval, 2011]** pour du Ti-5553. Les observations rapportées par Duval ont été faites pour un matériau et avec un protocole identique à celui employé au cours de ce travail de thèse alors que celles de Ravi Chandran et al. ont été obtenues pour un matériau (du Ti-10-2-3 avec une microstructure bimodale nodulaire, $Fv_{\alpha p}$ = 10%) et un protocole d'essai (F = 30 Hz et R = 0.1) différents. Tous ces paramètres peuvent contribuer aux différences susmentionnées.

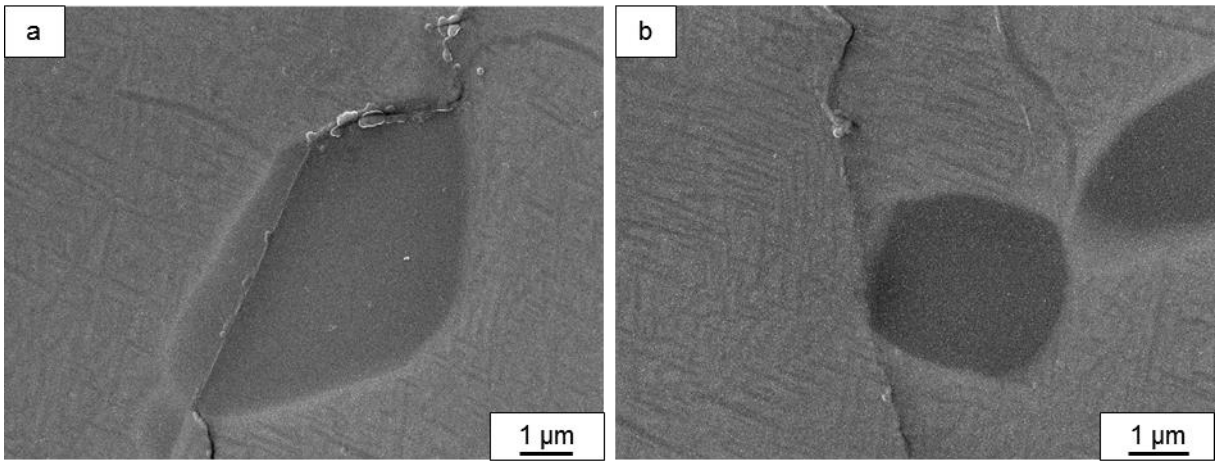


Figure 132 : Micrographies MEB de fissures secondaires; (a) amorcée sur une bandes de glissement au sein d'un nodule; (b) amorcée à l'interface nodule matrice ou dans la matrice (Axe de sollicitation verticale).

Caractérisation de l'orientation cristallographique des nodules α en lien avec l'amorçage de fissure secondaire

À partir des données EBSD, l'orientation cristallographique des nodules d'amorçage a pu être identifiée. En utilisant la trace de glissement observée en surface et cette orientation cristallographique les systèmes de glissement activés dans les nodules ont pu être déterminés. Un exemple détaillé de cartographie EBSD obtenues sur une zone d'amorçage de fissures secondaires avec analyse de l'orientation cristallographique des nodules est présenté sur la Figure 133. Sur celle-ci, on distingue deux fissures, surlignées en rouge. La première (la fissure passant par les nodules a, b et c) se propage à travers plusieurs nodules, le nodule d'amorçage ne peut donc pas être identifié avec certitude. La seconde en bas de cette figure a amorcée sur le nodule noté "d".

L'orientation cristallographique des nodules associés à l'amorçage ou la propagation de ces deux fissures est projetée sur le triangle standard associé à la phase α. Sur ce triangle, les domaines de facteurs de Schmid élevés (µ>0.45) associés aux systèmes de glissement basal, prismatique et pyramidal sont tracés en orange, bleu et gris respectivement. On remarque que le nodule noté "a" est favorablement orienté pour du glissement basal et présente des traces de glissement en accord avec l'activation de ce système. Au contraire, les nodules notés "b", "c" et "d" sont favorablement orientés pour

du glissement prismatique. Ces nodules présentent des traces de glissement en accord avec l'activation de ce système.

Le constat que les trois nodules "a", "b" et "c" associés à la propagation de la fissure en haut de la Figure 133 présentent des traces de glissement, suggère soit que la propagation est facilitée par la présence de bandes de glissement dans les nodules, soit qu'une propagation par coalescence de microfissures a lieu, les deux mécanismes pouvant coexister. On peut remarquer sur cette figure, comme nous l'avions remarqué sur la Figure 130, que les fissures secondaires sont parfois très proches les unes des autres, ce qui semble étayer l'hypothèse d'une propagation par coalescence de microfissures. On constate également sur la cartographie d'orientation cristallographique la présence de nodules voisins formant deux "groupes" présentant une orientation cristallographique commune délimités en bleu et violet. Cela laisse penser que ce type de configuration peut jouer un rôle dans l'amorçage de fissures. Enfin, d'après ces données, tous les systèmes de glissement liés à l'amorçage ou la propagation de fissures sont associés à un fort facteur de Schmid.

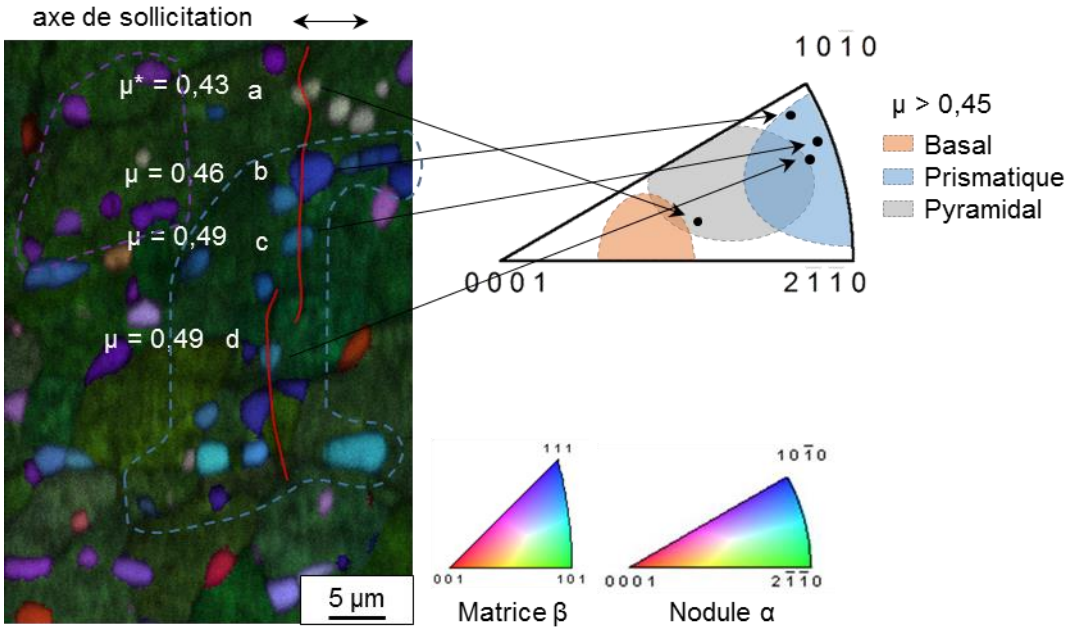


Figure 133 : Cartographie EBSD des phases α et β avec un pas de 0.1 µm, d'une zone contenant des fissures secondaires surlignées en rouge; Projection de l'orientation des nodules traversés par une fissure secondaire sur une figure de pôle inverse de la phase hexagonale, sur laquelle sont tracés les domaines d'orientations favorables à l'activation de systèmes de glissement de la phase α. µ : Facteur de Schmid associé à un système de glissement prismatique. µ : Facteur de Schmid associé à un système de glissement basal.*

Des analyses complémentaires sur les zones où le nodule d'amorçage a pu être déterminé avec certitude ont permis de caractériser l'orientation cristallographique de la matrice ainsi que celles des nodules. Ces orientations cristallographiques projetées sur des figures de pôle inverses sont présentées sur la Figure 134. Comme on peut le voir sur celle-ci, quelle que soit l'orientation de la matrice β, tous les nodules pour lesquels une fissure secondaire courte est amorcée sont orientés suivant une direction relativement proche de <1010>. En conséquence, ces nodules sont favorablement orientés pour activer un système de glissement prismatique.

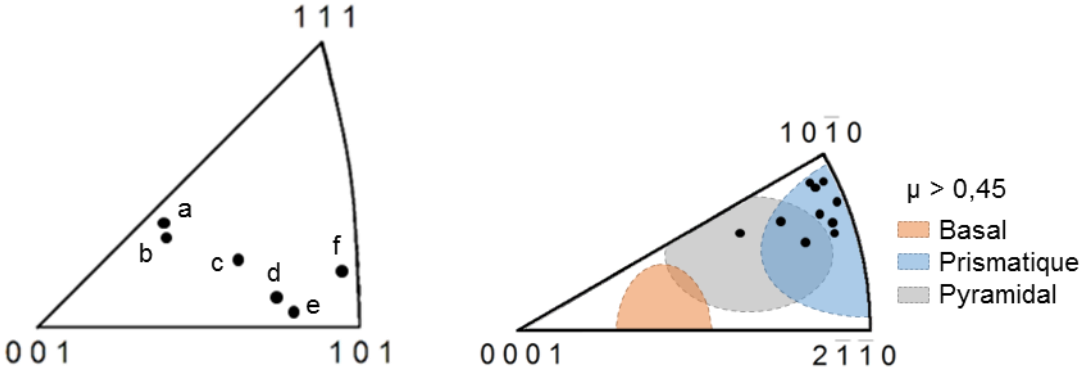


Figure 134 : (a) Orientation cristallographique des grains β où des fissures ont été observées (b) Orientation cristallographique des nodules primaire α d'amorçage des fissures secondaires.

Dans toutes les configurations étudiées, les fissures secondaires se sont amorcées sur des bandes de glissement associées à un système de glissement prismatique. Ces observations sont en accord avec celles effectuées par Duval **[Duval, 2013]**. Dans les alliages α + β, il est généralement admis que le système de glissement le plus critique pour l'amorçage de fissure est le système basal **[Bridier, 2008]**. Bien que pour les alliages β métastable comme le Ti-5553, le système de glissement dominant soit le système basal **[Duval, 2013]**, aucune fissure ne semble s'amorcer à partir d'une bande de glissement associée à ce système. Néanmoins, nous avions remarqué sur la Figure 133 le passage d'une fissure par une bande de glissement associée à un système de glissement basal. Cela montre que les bandes de glissement, quel que soit le système activé, peuvent contribuer à la propagation des fissures de fatigue.

Le processus d'amorçage de fissure à partir d'une bande de glissement devrait conduire à observer de nombreuses fissures confinées aux nodules, en particulier pour les orientations cristallographiques de la matrice β conduisant à un faible module d'Young. Or, aucune fissure n'a été observée sans ambiguïté au sein de ces grains. Ce constat peut être lié à la difficulté de différencier les fissures courtes des bandes de glissement. Un exemple est présenté sur la Figure 135. Sur celle-ci, il est impossible de statuer entre bande de glissement et fissure amorcée au sein de cette bande. À minima cette observation montre qu'il est possible de développer de la plasticité au sein de bandes de glissement sans que celle-ci démarrent systématiquement à partir de l'interface nodule/matrice.

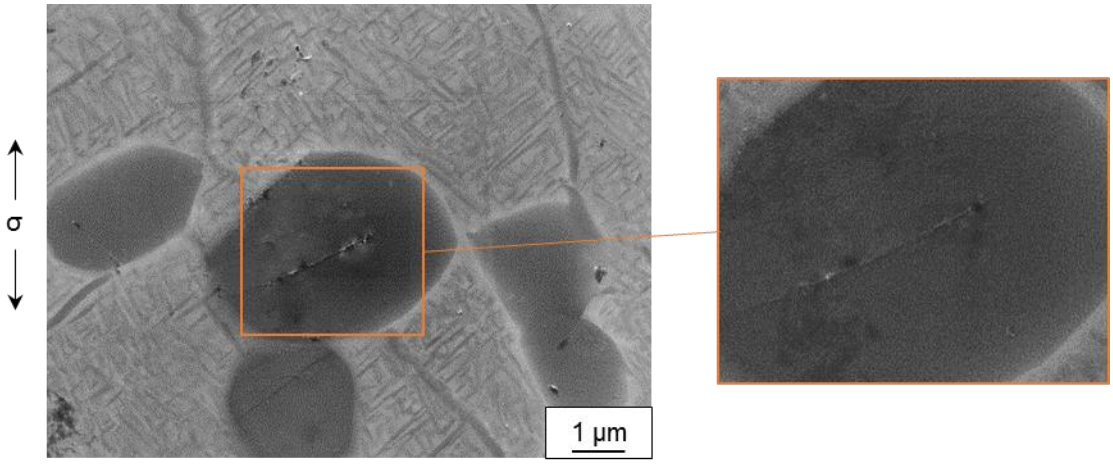


Figure 135 : Micrographie MEB, Activité de glissement au cœur d'un nodule α_p.

Malgré ces difficultés, ces observations ont montré que l'amorçage de fissures en fatigue semble liée à la fois à l'orientation de la matrice β et à celle des nodules α. Cependant, bien que les directions $<101>_{\beta}$ semblent les plus favorables à l'amorçage de fissures secondaires, il est nécessaire de déterminer si les fissures qui conduiront à la ruine du matériau se comportent de la même manière. C'est pourquoi des campagnes d'essais de fatigue en durée de vie ont été menées.

IV.2.c. Lien entre orientation cristallographique de la matrice β et amorçage de la fissure fatale.

Caractérisation des durée de vie en fonction de la direction de prélèvement

Le protocole d'essai utilisé pour l'étude de la durée de vie a été décrit dans le chapitre II. Deux types de sollicitation ont été explorés. Ainsi, les essais ont été réalisés en déformation totale imposée à ±0.7% et en contrainte imposée avec niveau de contrainte choisi pour atteindre un niveau de déformation équivalent à ±0.55% de déformation totale au premier cycle. Ces conditions, adaptées au domaine explicatif, ont également été choisies pour comparaison aux durées de vie obtenues par Duval **[Duval, 2013]**. Les essais réalisés pour une sollicitation en déformation totale imposée ont été réalisés uniquement sur des éprouvettes prélevées suivant les directions "géométriques". Afin de quantifier l'influence de la rotation du fibrage, les essais pilotés en contrainte imposée ont été réalisés sur des éprouvettes prélevées suivant les repères "géométrique" et "microstructure".

L'évolution de la demi-amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les éprouvettes sollicitées à ±0.7% de déformation totale est présentée sur la Figure 136. Comme on peut le voir la contrainte est stable durant toute la durée de vie, ce qui concorde avec les observations effectuées sur les éprouvettes cyclées à 0.8% dont les résultats ont été présentés dans la partie IV.2.a. L'évolution de la contrainte dans les derniers stades des essais est présentée plus en détail sur la partie droite de la Figure 136. La chute plus ou moins brutale de la contrainte est associée à la propagation rapide de la fissure fatale. Le contrôle de l'essai dans cette phase est faussé du fait de la variation rapide et non contrôlée de la section portante de l'éprouvette. Il est cependant très clair que de façon attendue cette phase de l'essai ne représente qu'une part très minime de la durée de vie totale.

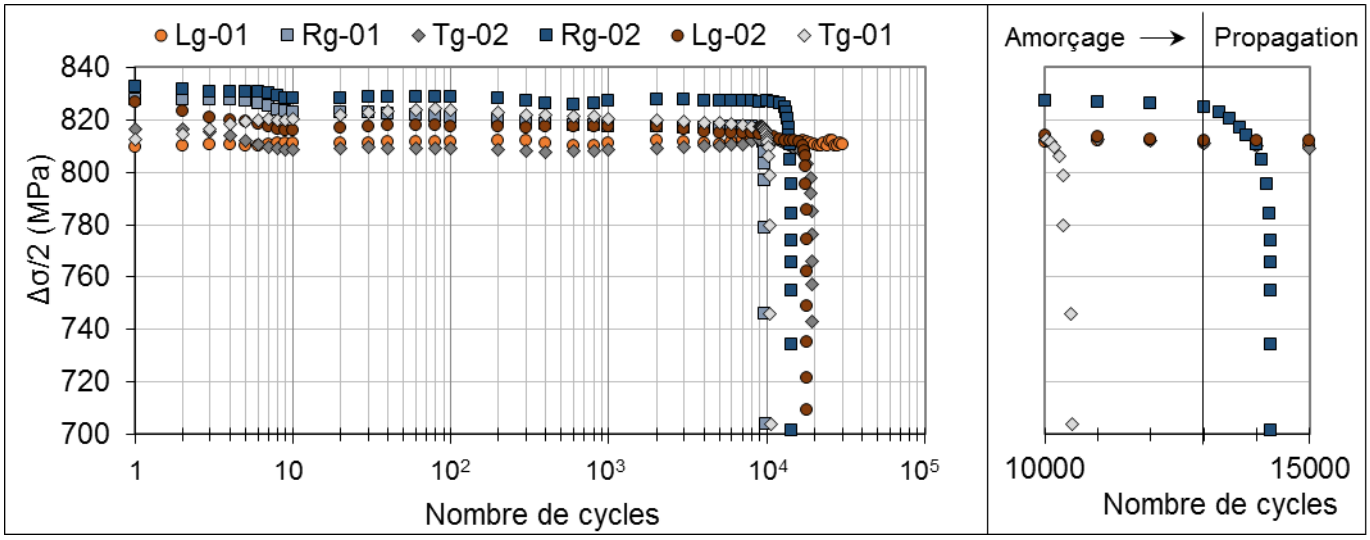


Figure 136 : Évolution de la demi-amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour des éprouvettes sollicitées à $\varepsilon_T = \pm 0.7\%$, $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-2}s^{-1}, f = 0.357\ Hz$.

Les durées de vie pour les essais pilotés en déformation totale imposée et en contrainte imposée sont présentées sur la Figure 137. Comme on peut le voir, il ne semble pas y avoir de corrélation entre la direction de prélèvement et la durée de vie en fatigue quel que soit le niveau de chargement. Les valeurs de durée de vie rapportées de la littérature ont été ajoutées à ce graphique **[Huang, 2011], [Duval, 2013]**. On constate un bon accord avec les valeurs obtenues au cours du présent travail. Une très grande dispersion de durée de vie apparait notamment pour les faibles niveaux de durée de sollicitation, résultats similaire à ce que d'autre auteurs ont relevé pour cette classe d'alliages **[Jha, 2003], [Jha, 2003], [Ravi Chandran, 2005], [Santhosh, 2014], [Santhosh, 2015]**.

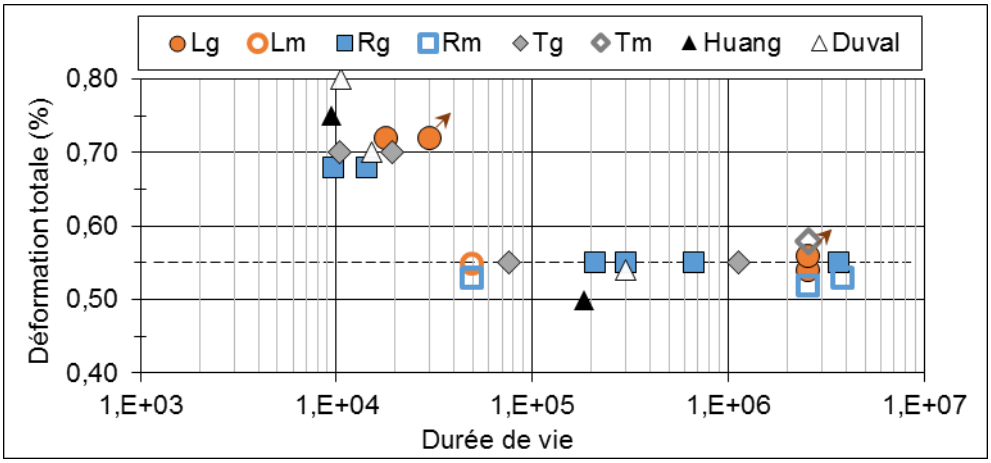


Figure 137 : Durée de vie en fatigue des essais réalisés en déformation totale imposée à ±0.7% ($\dot{\varepsilon} = 1.10^{-2}s^{-1}, f = 0.357\ Hz$) et en contrainte imposé équivalent à une déformation totale de ±0.55% ($\dot{\varepsilon} = 1.10^{-2}s^{-1}, f = 0.455\ Hz$). À noter que pour chacun des deux niveaux de déformation explorés, certains points de durée de vie ont été décalés de manière à éviter les superpositions de points qui pénaliseraient la bonne lecture du graphique. Huang : **[Huang, 2011]***; Duval :* **[Duval, 2013]**.

Analyse des mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures

Le critère d'arrêt des essais choisi (chute de charge de 20%) n'a pas conduit à une rupture complète de 3 éprouvettes. Les fûts de celles-ci ont été caractérisés en microscopie électronique à balayage. Un exemple de micrographie est présenté sur la Figure 138.a. Les irrégularités liées à la propagation de fissure, observables sur cette figure, ont une taille caractéristique proche de celle des grains β (Figure 138.b). De plus, on remarque la présence de fissures secondaires (Figure 138.c).

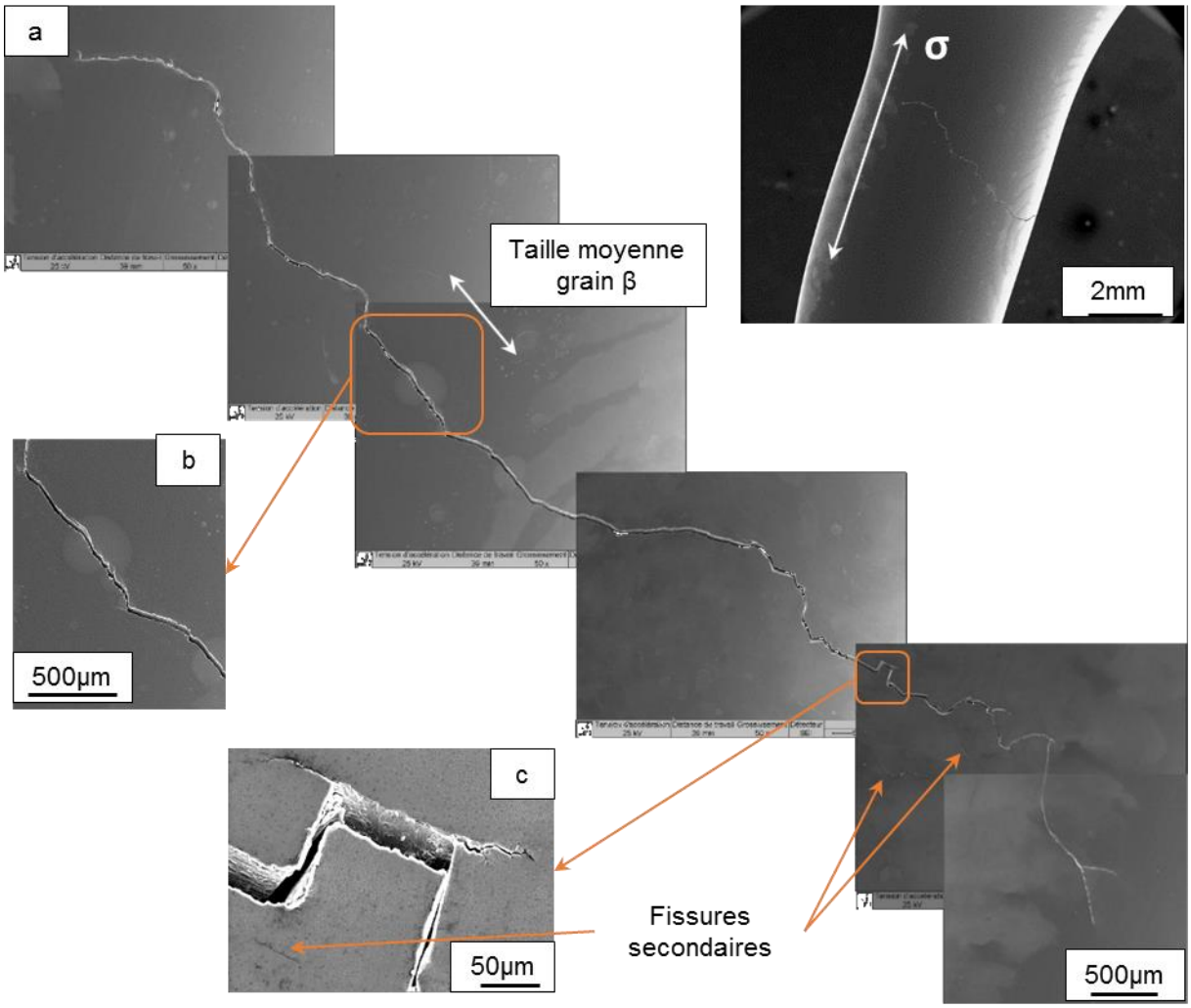


Figure 138 : Micrographie du fût d'une éprouvette prélevée suivant la direction Lg, sollicitée en fatigue en déformation totale imposée à ±0.7%.

Un exemple de faciès pour chaque direction de prélèvement est présenté sur la Figure 139. Trois zones distinctes sont à chaque fois observées : Une zone d'amorçage et de propagation de fissure courte, soulignée en rouge; une zone de propagation de fissure longue sur laquelle le relief observé laisse supposer une influence du fibrage sur la propagation de la fissure fatale; une troisième zone correspond à la rupture finale, caractérisée par une surface à environ 45° de l'axe de sollicitation et délimitée sur la Figure 139.a par des pointillés sur le bord gauche du faciès.

Sur certains faciès, des fissures secondaires sont observables. Un exemple est proposé sur la Figure 139.c. Déterminer précisément l'origine de ces fissures est généralement délicat, celles-ci ne seront donc pas analysées.

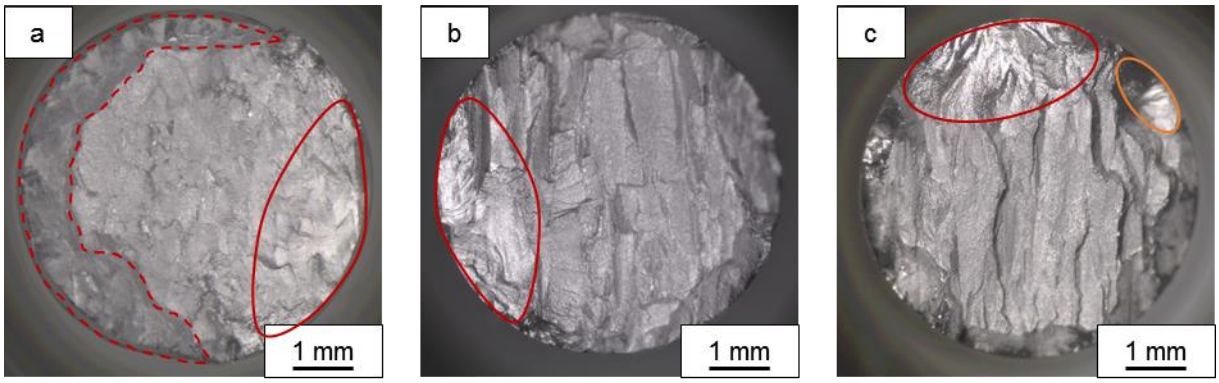


Figure 139 : Faciès de rupture d'éprouvettes sollicitées en fatigue; (a) Sens Lg, (b) Sens Rg, (c) Sens Tg.

Des observations en microscopie électronique à balayage ont été effectuées sur chacun des faciès de rupture. Un exemple représentatif est présenté sur la Figure 140. On peut identifier deux joints de grains β délimités par des flèches orange (Figure 140). À proximité de la zone d'amorçage, le relief fait apparaître des éléments dont la taille caractéristique de quelques µm correspond à celle des nodules primaires (Figure 140.b). Ceux-ci sont soulignés en orange sur la Figure 140.d.

La zone d'amorçage est entourée en rouge sur la Figure 140.d. Il est difficile de localiser précisément le lieu d'amorçage (surfacique ou subsurfacique) ainsi que les causes. Néanmoins, on remarque que la zone d'amorçage ne comporte pas de facette de quasi-clivage. Ce type de facette est caractéristique de l'amorçage de fissure associé au glissement suivant le plan basal pour les alliages α/β **[Bridier, 2008]**.

Enfin, dans la zone de propagation de fissure longue, la rupture est ductile. Celle-ci est caractérisée par la présence de cupules comme on peut le voir sur la Figure 140.c. Ces observations sont en accord avec les observations rapportées de la littérature **[Huang, 2011], [Duval, 2013]**.

Il est important de préciser ici que les faciès de rupture des éprouvettes sollicitées en déformation totale ou en contrainte imposée ne présentent pas de différences significatives. De même, le relief associé à la zone d'amorçage et de propagation des fissures courtes est similaire pour toutes les éprouvettes analysées. La direction de prélèvement ne semble donc pas avoir une influence significative sur l'amorçage de fissure en fatigue.

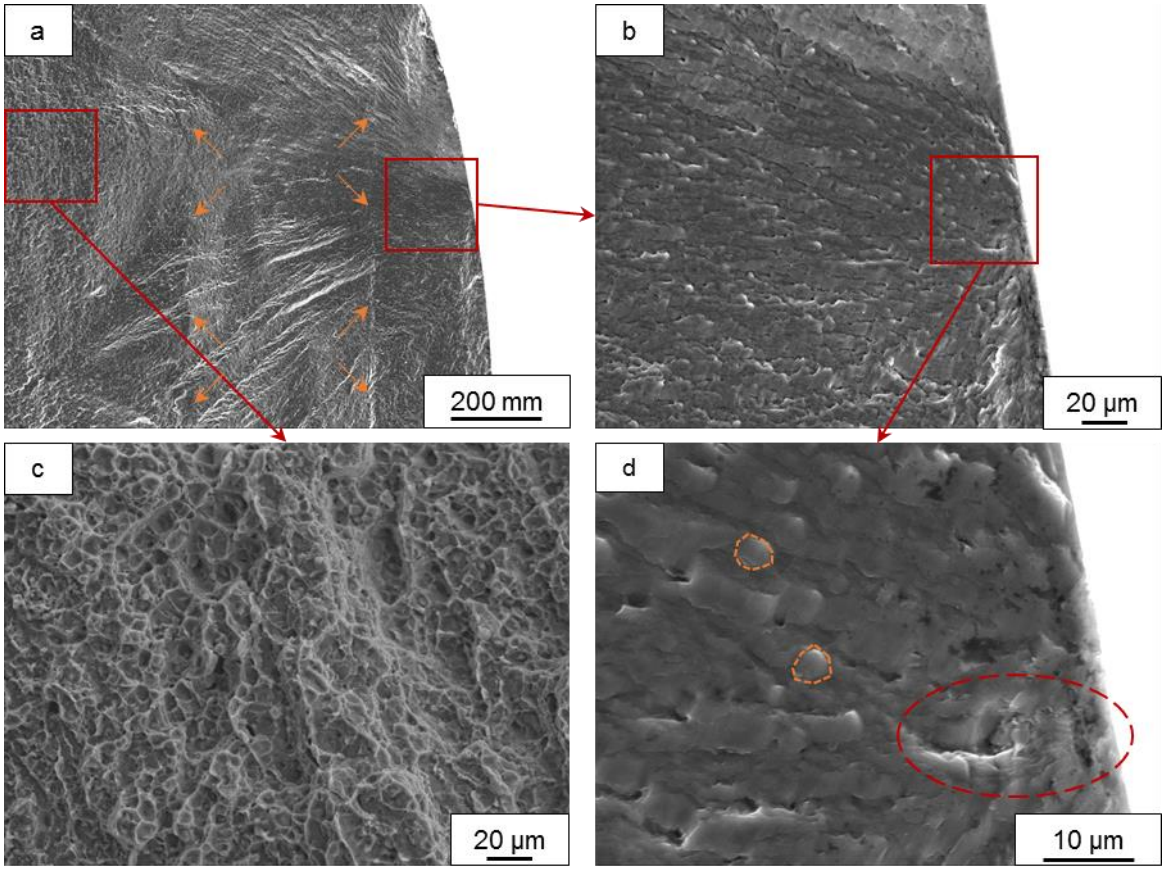


Figure 140 : (a) Faciès de rupture d'une éprouvette sollicitée en fatigue; (b) zoom sur la zone d'amorçage ; (c) zoom sur la zone de propagation de fissure longue avec présence de cupules; (d) Détail du site d'amorçage.

Analyse de l'orientation cristallographique des grains β contenant la zone d'amorçage de la fissure fatale

Comme nous l'avons décrit dans le chapitre II, pour chaque éprouvette sollicitée en fatigue, nous avons déterminé l'orientation cristallographique du grain β contenant la zone d'amorçage de la fissure fatale. Malgré la difficulté à identifier le nodule d'amorçage, le grain β peut être caractérisé avec certitude. Celui-ci a été atteint par polissage successif, puis son orientation a été caractérisée par la technique EBSD. Les orientations cristallographiques des grains β ainsi identifiés sont projetées sur le triangle standard de la phase cubique (Figure 141). Comme on peut le voir, les orientations cristallographiques de la phase β favorables à l'amorçage de fissures fatales et de fissures secondaires sont similaires. On constate en particulier qu'aucun grain β orienté proche de <001> ou de <111> n'est concerné.

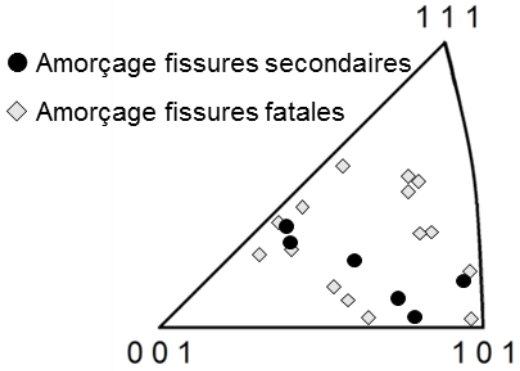


Figure 141 : Orientation cristallographique des grains β contenant la zone d'amorçage de fissures fatales ou des fissures secondaires.

Sur la Figure 142.a, les données d'orientation cristallographique des grains β contenant la zone d'amorçage sont présentées en fonction de la direction de prélèvement des éprouvettes. Les symboles sont associés à la direction de prélèvement, et les nuances de couleur correspondent à différentes éprouvettes. Deux symboles de couleur identique correspondent aux deux parties d'une même éprouvette rompue. On constate que les orientations cristallographiques mesurées sur deux demi-éprouvettes sont relativement proches (9° degrés au maximum). Cette différence s'explique par la variation de l'orientation cristallographique de la matrice β au sein d'un grain mise en en évidence au chapitre II. Cela confirme les observations effectuées sur l'essai interrompu : les premiers stades d'endommagement semblent plutôt intragranulaires. À partir de ces résultats, aucune tendance entre l'orientation cristallographique du grain β contenant la zone d'amorçage de la fissure fatale et la direction de prélèvement des éprouvettes ne semble se dégager.

Par ailleurs, les orientations cristallographiques sont présentées en fonction de la fraction de durée de vie sur la durée de vie maximum sur la Figure 142.b. Les éprouvettes sollicitées en déformation totale imposée à ±0.7% sont indiquées par des flèches noires sur cette figure. Aucune tendance entre l'orientation cristallographique du grain β contenant la zone d'amorçage de la fissure fatale et la durée de vie ne semble se dégager à la vue de cette figure.

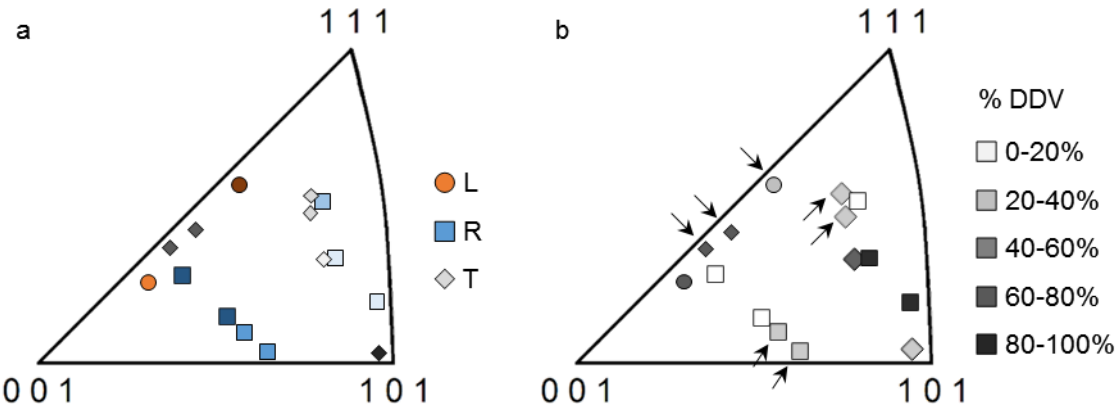


Figure 142 : Orientation des grains β contenant la zone d'amorçage de fissures fatales en fatigue : (a) en fonction de la direction de prélèvement des éprouvettes; deux symboles identiques correspondent à l'orientation caractérisée sur les deux demi éprouvettes après rupture; (b) en fonction de la fraction de durée de vie sur la durée de vie maximale : les flèches noires indiquent les éprouvettes sollicitées à ±0.7% de déformation totale.

Malgré une tendance à présenter une fraction de nodules déformés plastiquement importante (jusqu'à 90%), les grains β de faible module d'Young (avec une orientation cristallographique proche de <001>) ne correspondent pas aux grains d'amorçage de fissures en fatigue. L'anisotropie de propriétés élastiques d'origine cristallographique de la matrice β n'est donc potentiellement pas la seule cause d'amorçage des fissures en fatigue.

Il est intéressant de noter que l'orientation cristallographique des grains β correspondant à l'amorçage de fissures fatales que nous avons analysés est en bonne adéquation avec la distribution d'orientation identifiée sur un faciès de rupture en fatigue par Herbig **[Herbig, 2011]**. Cet auteur a travaillé sur une éprouvette de l'alliage VST55531 mis en solution à une température supérieure au transus β, puis refroidie à l'air ambiant. La microstructure résultant de ce traitement thermique est une microstructure contenant des grains β équiaxes d'environ 100 µm de diamètre, ainsi qu'une précipitation α lamellaire. L'auteur remarque que les orientations proches de <112>, <123> et <110> sont les plus favorables à la propagation de fissure. Une orientation proche de la direction <101> étant la plus favorable.

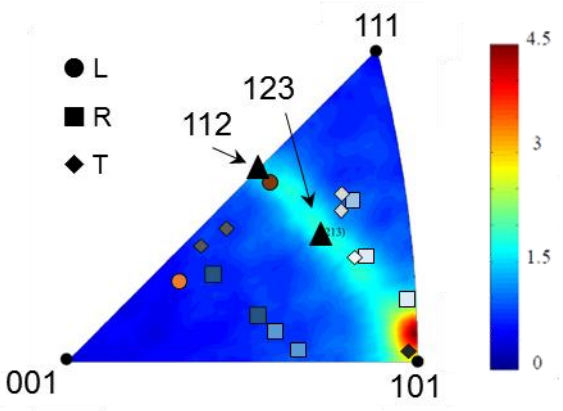


Figure 143 : (Fond) Densité de distribution des pôles cristallographiques sur un faciès de rupture pour l'alliage VST55531 projetée suivant l'axe de sollicitation **[Herbig, 2011]***; (Symboles) Orientation des grains β contenant la zone d'amorçage de fissure fatale en fatigue.*

Selon Herbig **[Herbig, 2011]**, la propagation des fissures suivant ces orientations serait favorisée par l'activation du glissement au sein de la matrice β. Afin d'étudier le lien entre l'orientation cristallographique de la phase β et l'activation des systèmes de glissement pour la phase β du Ti-5553, nous avons procédé à des essais de traction sur des micro-éprouvettes avec une microstructure "Trempée". Celle-ci possède une fraction volumique de phase β proche de 100%. Les réultats établis permettront de discuter les mécanismes d'endommagement observés sur la microstructure "industrielle".

IV.2.d. Effet de l'orientation cristallographique de la phase β sur l'activation des mécanismes de glissement

Caractérisation de la microstructure

Six micro-éprouvettes ont été prélevées dans le bloc de matière ayant subi le traitement thermique TTH 2, détaillé dans la partie II.1.c. Celui-ci conduit à une taille de grain β moyenne de 600 µm. Sur chacune des micro-éprouvettes, l'orientation

cristallographique des grains β a été caractérisée sur toute la partie utile par la technique EBSD. Les résultats sont présentés sur la Figure 144.

Le nombre de grains par éprouvette étant relativement faible (environ 60 par éprouvette), le calcul de la fonction de distribution d'orientation n'est pas pertinent. Pour chaque éprouvette, l'orientation des grains β a été projetée sur une figure de pole inverse, ce qui représente mieux la texture cristallographique de chacune d'elles. Sur cette représentation, la taille d'un point est proportionnelle à la surface du grain associé. Les éprouvettes ne contiennent que quelques grains orientés suivant la direction <101>. On constate également que l'éprouvette "β T6" contient relativement plus de grains orientés suivant des directions plus rigides.

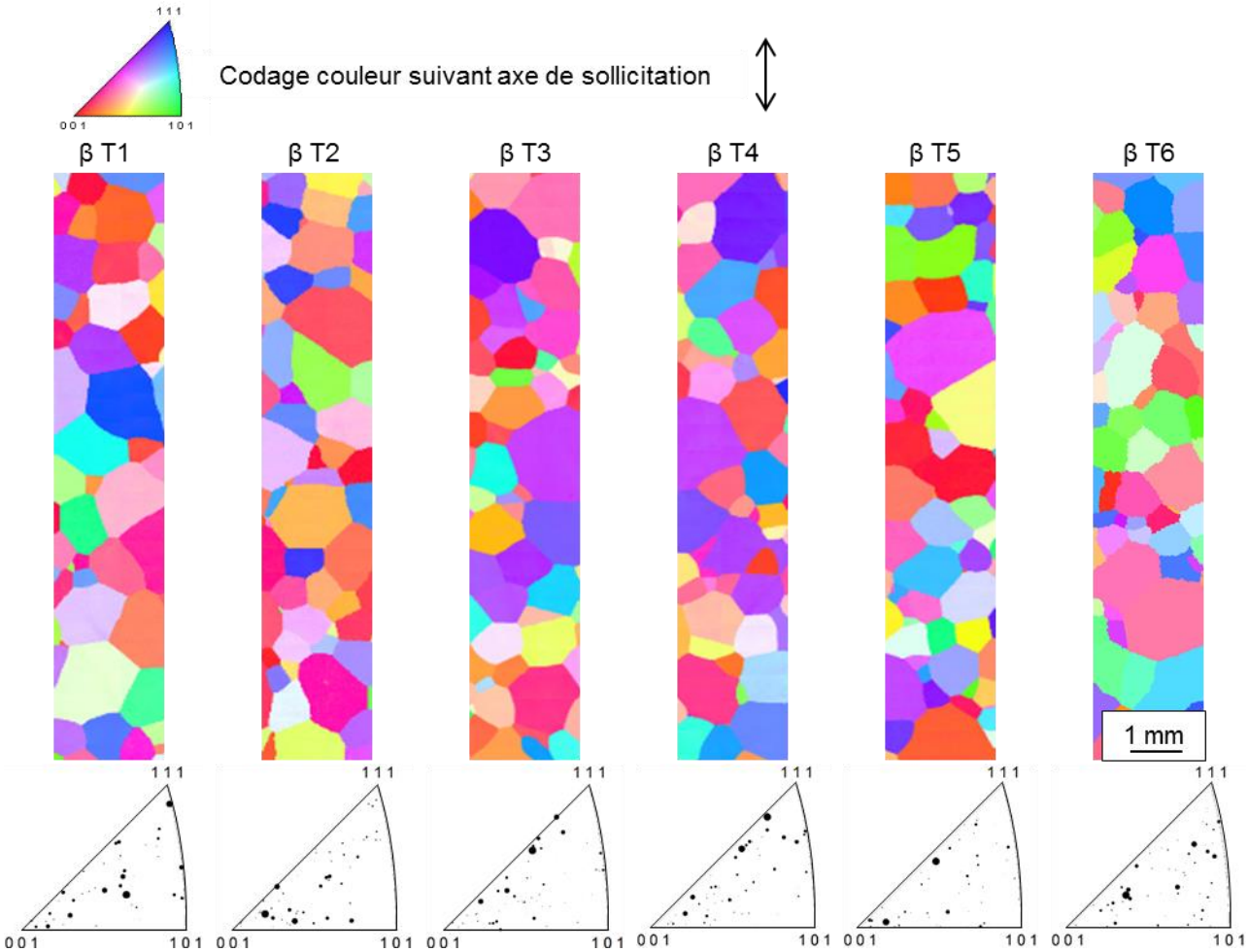


Figure 144 : Cartographie EBSD avec un pas de 7 µm des micro-éprouvettes de traction de microstructure "trempée" et projection de l'orientation des grains suivant la direction de chargement mécanique sur le triangle standard de la phase cubique.

Caractérisation du comportement mécanique

Un mouchetis identique à celui utilisé pour les micro-éprouvettes de Ti-5553 de microstructure industrielle a été appliqué sur les 5 premières éprouvettes. La sixième éprouvette a été polie miroir afin de pouvoir suivre la formation et la multiplication des bandes de glissement au cours de l'essai de traction.

Le protocole d'essais est identique à celui utilisé sur les éprouvettes de microstructure industrielle. Les courbes contrainte-déformation associées à chaque éprouvette sont présentées sur la Figure 145. Les différentes caractéristiques associées à

ces essais sont résumées dans le Tableau 24. Sur celui-ci, on peut voir que le module d'Young varie de 66 à 75 GPa, valeurs en bon accord avec celles établies par la technique DRM. La résistance à la traction varie quant à elle de 600 à 700 MPa. Ces valeurs sont sensiblement inférieures à celle de 800 MPa obtenue sur des éprouvettes macroscopiques (Ø=6mm) par Settefrati **[Settefrati, 2012]**. De plus, selon cet auteur, la ductilité associée à une microstructure "trempée" est importante (A%>25%). Or, est constatée ici une ductilité très faible, associé à une rupture brutale lors des essais. La cause de cette différence sera discutée plus loin dans le manuscrit.

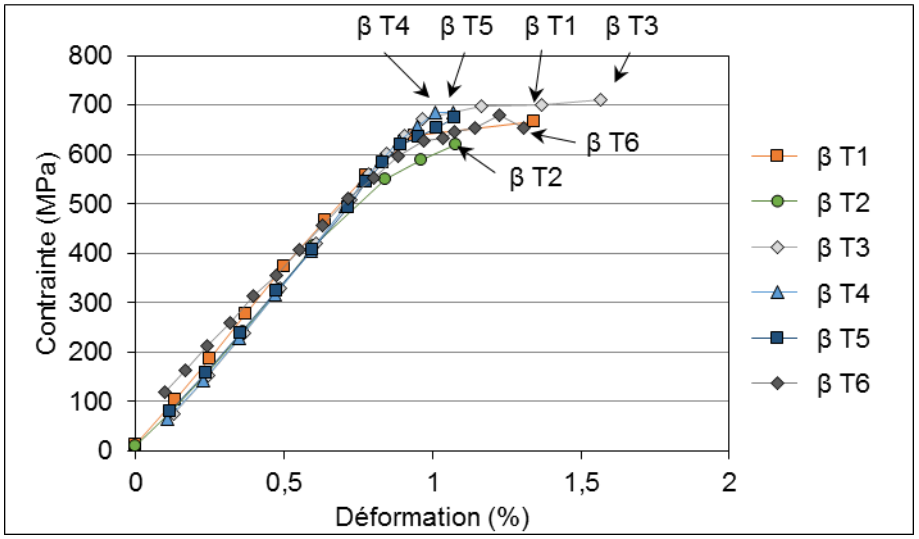


Figure 145 : Courbes contrainte-déformation pour les micro-éprouvettes de traction avec une microstructure "Trempée".

Tableau 24 : Caractéristiques mécaniques en traction des micro-éprouvettes avec une microstructure "Trempée".

	E (GPa)	Rm (MPa)	A%
β T1	71	668	≈ 0,3%
β T2	66	621	≈ 0%
β T3	74	711	≈ 0,7%
β T4	75	685	≈ 0%
β T5	69	675	≈ 0%
β T6	68	680	≈ 0,3%

La Figure 146 présente une des faces de l'éprouvette β T6 à différentes étapes de l'essai de traction. Les premières bandes de glissement visibles sont marquées en rouge sur la Figure 146.b. Celles-ci apparaissent entre 314 et 356 MPa de contrainte macroscopique, soit environ 50% de la résistance à la traction. Sur la dernière photographie prise avant la rupture, des traces de glissement sont observables sur 4 grains, ce qui met en évidence une déformation hétérogène (Figure 146.c). Sur cette micrographie, on peut également remarquer la présence de la fissure qui a conduit à la rupture de l'éprouvette dans le carrée rouge situé en haut à droite.

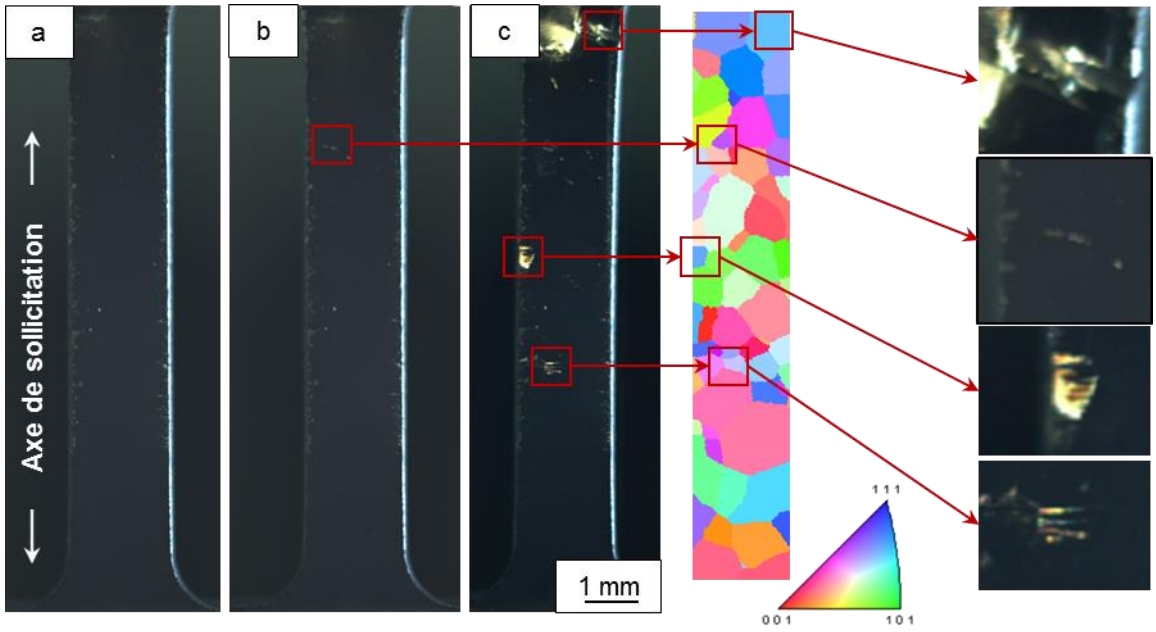


Figure 146 : Micrographie d'une face de l'éprouvette β T6; (a) avant sollicitation; (b) à σ = 356 MPa (apparition de la première bande de glissement visible); (c) à σ = 655 MPa, apparition d'une fissure. Cartographie EBSD de la phase β avec un pas de 7 µm, codage couleur suivant l'axe de sollicitation.

Des micrographies optiques post mortem réalisées sur cette éprouvette ont révélé la présence d'un nombre de bandes de glissement plus important que celles visibles au cours de l'essai. En effet, la procédure appliquée n'a pas permis de détecter la formation de bandes de glissement dans certains grains comme on peut le voir en comparant les Figure 146 et Figure 147. Dans environ 60% des cas, le glissement semble confiné dans un grain. Dans plusieurs cas il est clairement visible que la plasticité est initiée à proximité des joints de grains. Un exemple est souligné sur le grain marqué par une flèche à droite de la Figure 147. La présence de bandes de glissement émergeant du joint de grains suggère une incompatibilité de déformation entre ces deux grains à l'origine de la déformation plastique locale. Il est important de noter ici qu'aucune trace d'une autre forme d'accommodation de la déformation plastique telle que le maclage ou la transformation martensitique sous contrainte n'a été observée.

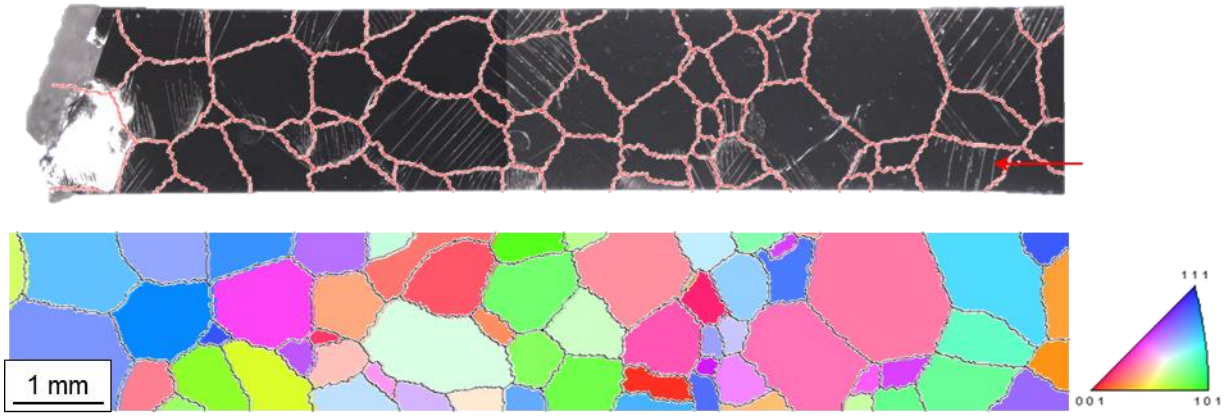


Figure 147 : (a) Micrographie optique post mortem de la partie utile de l'éprouvette β T6 avec joint de grain en rouge; (b) Cartographie EBSD de la phase β correspondante avec un pas de 7 µm.

Des micrographies obtenues en microscopie électronique à balayage sont présentées sur la Figure 148. La Figure 148.a montre que plusieurs systèmes de

glissement peuvent être activés simultanément au sein d'un même grain β. Ce type d'observation a également été effectué par Castany et al. **[Castany, 2012]** sur du Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-0.4Si. L'activation de plusieurs systèmes de glissement a été constatée au sein d'environ 20% des grains. De plus, lorsque plusieurs systèmes de glissement sont activés, l'un des systèmes semble activé par transmission depuis un grain voisin. Un exemple représentatif est présenté sur la Figure 148.b sur laquelle on peut voir deux systèmes de glissement, notés 1 et 2, activés dans le grain a. Pour le second système (souligné par des lignes pointillées) les bandes de glissement observées ont pour origine le joint de grains et sont toutes en correspondances de bandes de glissement observées sur le grain b. Cela suggère une transmission du glissement du grain b au grain a.

La rupture des micro-éprouvettes a lieu à un faible niveau de déformation plastique macroscopique. Dans 5 cas sur 6, la rupture de l'éprouvette est amorcée par une décohésion le long d'une bande de glissement. Ceci est illustré en Figure 148.c. On notera que les plans de rupture observés sont différents des plans de clivage classiquement constatés dans les matériaux cubiques centrés. En effet, les plans {001} sont généralement considérés comme plans de clivage alors que le glissement se fait sur les plans {110}, {112} et {123}. La trace des plans {001} pour le grain où s'est amorcée la fissure est indiquée sur la Figure 148.c.

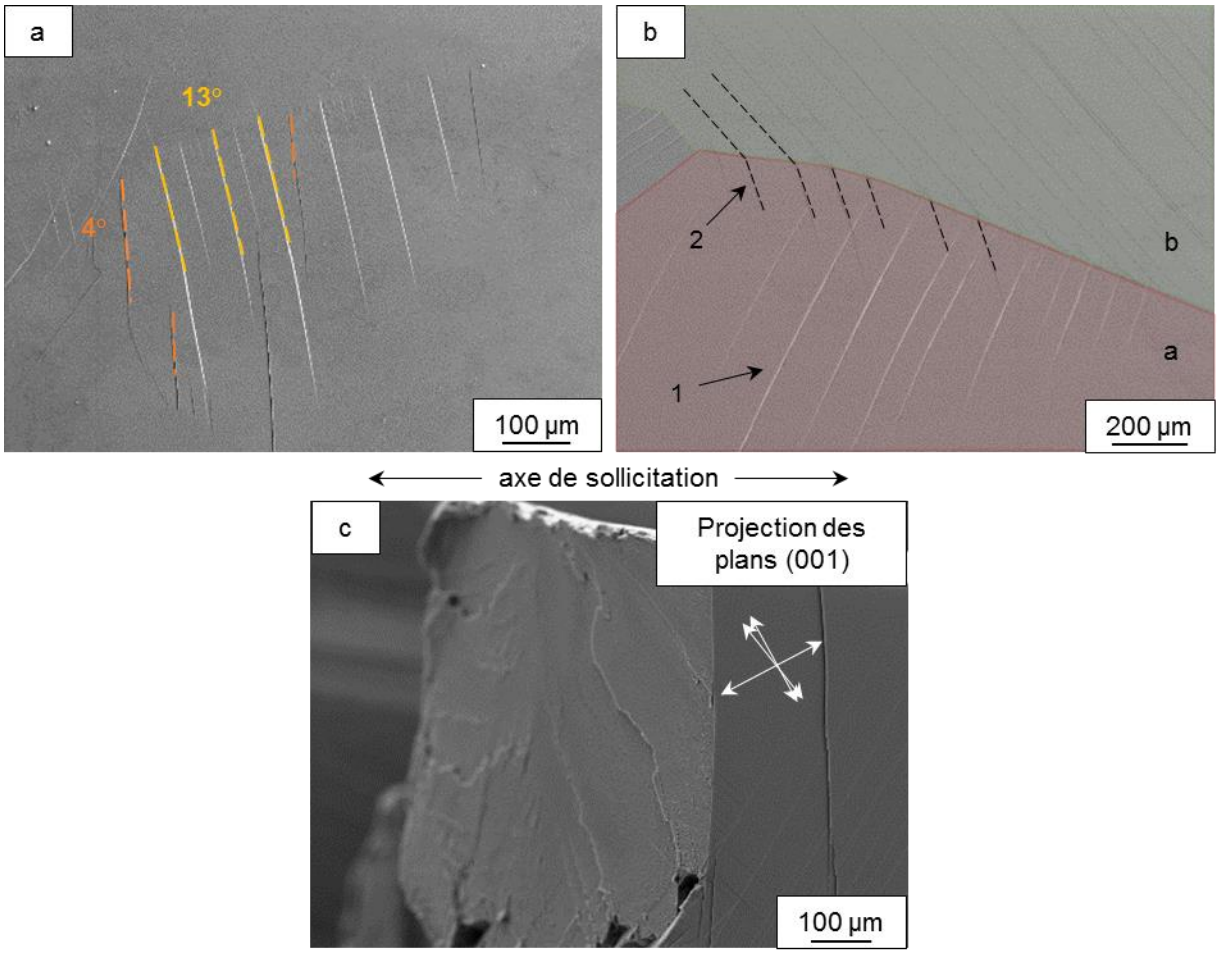


Figure 148 : Micrographie MEB post mortem de l'éprouvette β T6 : (a) Grain avec deux systèmes de glissement activés; (b) Exemple de transmission du glissement à travers un joint de grains; (c) Rupture le long d'une bande de glissement, les flèches blanches indiquent les traces des plans (001) de la phase CC.

Étude de l'activation du glissement en fonction de l'orientation cristallographique des grains β

Sur les 6 micro-éprouvettes testées, les traces de glissement ont été étudiées afin de décrire l'activation de la plasticité dans la phase β. Pour cette étude, nous n'avons pas pris en compte le glissement transmis. Par exemple les grains d et e sur la Figure 149.b ne seront pas considérés. 65 systèmes de glissement ont été analysés sur les 58 grains pris en compte dans cette étude.

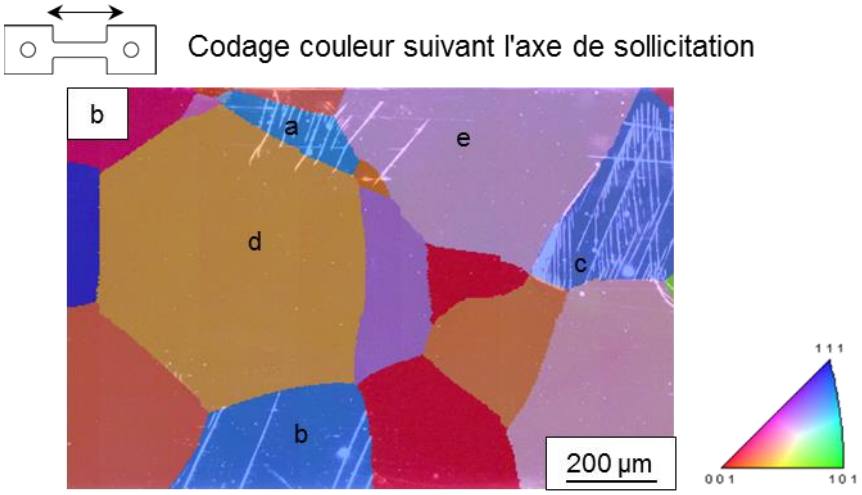


Figure 149 : Superposition de la micrographie après déformation avec la cartographie EBSD (Pas de 7 µm).

L'orientation cristallographique des grains β étudiés est présentée sur la Figure 150.a. Il semble y avoir une corrélation entre l'orientation cristallographique et l'activation du glissement dans les grains β. Une orientation cristallographique proche des directions <001> ou <111> semble conduire à une activation difficile du glissement. À titre de comparaison, l'orientation cristallographique de l'ensemble des grains β pour les 6 micro-éprouvettes testées est présentée sur la Figure 150.b. Comme on peut le voir en comparant ces deux figures, les orientations cristallographiques favorables à l'activation du glissement sont différentes des orientations cristallographiques les plus présentes au sein des micro-éprouvettes. Par conséquent, la tendance observée n'est pas liée à un effet de texture des micro-éprouvettes.

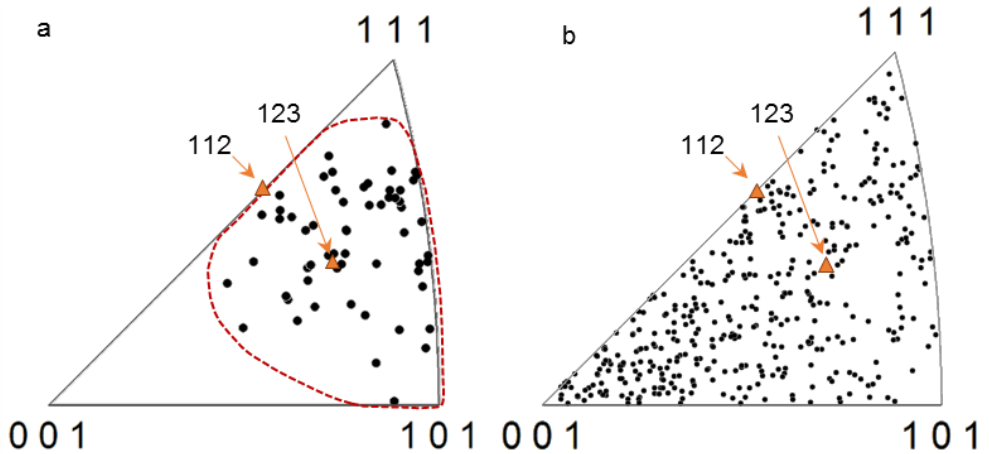


Figure 150 (a) Orientation cristallographique des grains présentant des traces de glissement projetée sur le triangle standard de la phase cubique centrée. (b) Orientation cristallographique de l'ensemble des grains β des 6 micros-éprouvettes testées.

L'analyse post mortem des micro-éprouvettes a également permis de caractériser certaines configurations pour lesquelles des traces de glissement semblent émerger d'un joint de grains. Ceci suggère qu'une partie des traces de glissement observées est liée à des incompatibilités de déformation et/ou à des états et niveaux de contraintes locales élevés du fait de ces incompatibilités. Un exemple est présenté sur la Figure 151.a. Sur celle-ci, on observe que l'activité plastique dans le grain B est localisée à proximité du joint avec le grain A qui ne présente aucune trace de glissement. Afin de limiter les erreurs d'interprétation, nous nous sommes limités aux configurations pour lesquelles les grains ne sont pas situés sur le bord de l'éprouvette et pour lesquelles un des deux grains présente des traces de glissement. L'orientation des grains dans cette configuration a été reportée sur une figure de pôle inverse sur laquelle sont également présentées les isocourbes de valeur du module d'Young (Figure 151.b).

Pour chaque configuration étudiée, les systèmes de glissement sont activés dans le grain le plus rigide. Ce constat invite à considérer des états locaux de contraintes qui dépendent notamment de l'anisotropie élastique.

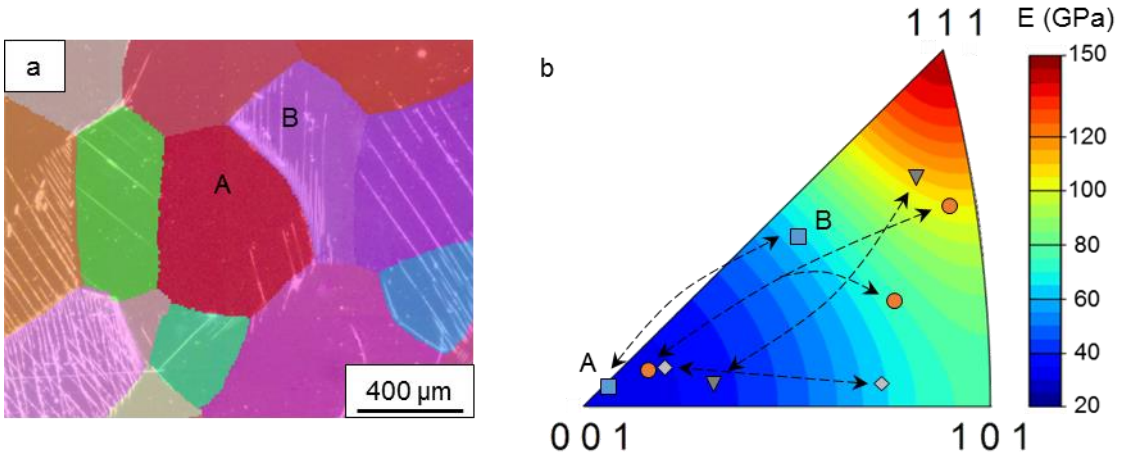


Figure 151 : (a) Micrographie post mortem d'une micro-éprouvette de traction superposée avec la cartographie EBSD de la phase β avec un pas de 7 µm; (b) Projection sur une figure de pôle inverse des isocourbes de valeur de module d'Young calculées à partir des coefficients de la matrice d'élasticité établis par Kim et al. **[Kim, 2002]**, *et de l'orientation des grains β pour lesquels une forte activité plastique a été observée dans un grain à proximité du joint.*

Comme nous l'avons montré dans le chapitre I, il est possible de déterminer la nature du système de glissement activé dans chaque grain par une analyse des traces de glissement **[Villechaise, 2002]**. À partir de l'orientation cristallographique des grains β, il est possible de calculer la trace théorique correspondant à tous les systèmes de glissement possibles. Celle-ci est ensuite comparée avec la ou les traces observées expérimentalement sur les micro-éprouvettes afin de déterminer le système de glissement effectivement activé.

Le nombre important de systèmes de glissement potentiels pour les structures cristallines cubiques centrées complexifie l'analyse par cette méthode. En effet, le nombre élevé de systèmes de glissement possibles (48) conduit à créer des traces en surface très proches les unes des autres avec une différence angulaire parfois inférieure au degré. Or, la précision de mesure liée à l'acquisition de l'orientation cristallographique et à l'estimation de l'angle laissé par la trace de glissement ne permet pas de différencier des traces avec une différence angulaire de cet ordre. Après analyse de l'ensemble des bandes de glissement, nous avons arbitrairement fixé à ± 5° l'intervalle angulaire de tolérance

pour discriminer différents systèmes de glissement. Malgré un grand nombre d'indétermination, certaines tendances peuvent être dégagées.

Avec ce critère, sur 65 systèmes de glissement analysés, les traces observées ne peuvent pas correspondre à du glissement suivant la famille de plan {110} dans plus de 80% des cas. Cela signifie que les systèmes {112}<111> et {123}<111> sont nécessairement impliqués dans la déformation plastique de la phase β. Le système de glissement activé a pu être identifié avec certitude dans 4 cas. Celui-ci est toujours associé à un système {112}<111> ou {123}<111> avec un facteur de Schmid supérieur à 0.4. Cependant, le nombre de configurations clairement identifiées est trop faible pour tirer des conclusions statistiques. De plus, ils existent des configurations pour lesquelles tous les systèmes de glissement potentiels sont associés à un facteur de Schmid compris entre 0.2 et 0.4. Conformément aux résultats rapportés de la littérature, un facteur de Schmid élevé ne semble pas être un paramètre suffisant pour identifier un système de glissement.

Analyse des mécanismes d'endommagement

Les grains où s'est amorcée la fissure fatale ont pu être identifiés avec certitude pour 4 éprouvettes. L'orientation cristallographique de ces grains est reportée sur une figure de pôles inverse en Figure 152.a. Le domaine d'orientation cristallographique favorable à l'activation du glissement extrait des données de la Figure 150.a y est également reporté. On remarque que les grains associés à l'amorçage de fissure par quasi clivage sont des grains qui possèdent un module d'Young élevé et qui semblent favorablement orientés pour activer du glissement. Un module d'Young élevé conduit localement à une contrainte normale élevée ce qui facilite l'ouverture des fissures en mode I. Néanmoins, les grains où se sont amorcées les fissures ne possèdent pas les modules d'Young les plus élevés parmi les grains ayant activé du glissement. Cela signifie qu'un module d'Young élevé n'est pas suffisant pour expliquer l'amorçage de fissure dans ces grains particuliers.

C'est pourquoi nous avons également projeté l'orientation cristallographique de ces grains sur une figure de pôles inverse sur laquelle ont été reportées les courbes d'isovaleurs de facteur de Schmid associées aux différents systèmes de glissement de la phase β (Figure 152.b). Comme on peut le voir sur cette figure, il semble que la corrélation entre amorçage de fissure et niveau de facteur de Schmid ne soit pas évidente. Les points reportés correspondent en effet à des valeurs moyennes de facteur de Schmid. La comparaison de ces deux figures, effet du module d'Young et du facteur de Schmid, pour ce petit nombre de points correspondant à des fissures fatales tend à montrer que les conditions les plus favorables à l'amorçage pourraient correspondre à un fort niveau combiné de ces deux grandeurs sans atteindre les valeurs maximales. De tels systèmes pourraient correspondre aux traces de glissement observées expérimentalement.

D'après la bibliographie le comportement observé est très ductile pour des éprouvettes "macroscopiques" avec microstructure "100% β" **[Settefrati, 2012]**. Or, pour les micro-éprouvettes que nous avons testées, nous observons une rupture pseudo-fragile. Cette différence de ductilité avec les données de la littérature pourrait être liée à un effet d'échelle la taille moyenne des grains β étant proche de la section des micro-éprouvettes. Une rupture immédiate de l'éprouvette après décohésion le long d'une bande de glissement longue et traversante pourrait être le mécanisme responsable de cette chute drastique de ductilité apparente.

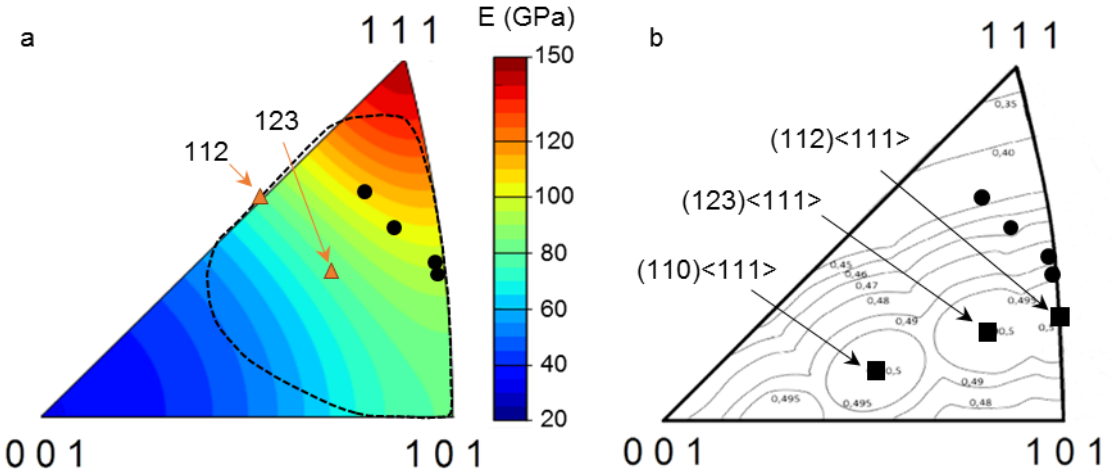


Figure 152 : (a) Orientions cristallographiques des grains β avec des facettes de quasi-clivage projetées sur une figure de pôle inverse avec courbes d'iso-valeurs de module d'Young; (b) avec courbes d'iso-valeurs de Facteur de Schmid associées au système de glissement de la phase cubique centrée.

Les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissure en traction observés sur les microstructures trempées, ne correspondent pas aux mécanismes opérant dans les éprouvettes de microstructure industrielle notamment. En effet, comme nous l'avons montré précédemment, avec une microstructure bimodale, les fissures de fatigue apparaissent dans la précipitation primaire à partir des bandes de glissement. Toutefois, les mécanismes de déformation de la phase β ont pu être étudiés et vont permettre de discuter dans la partie suivante du lien entre l'orientation cristallographique de la matrice β et l'amorçage et la propagation des fissures en fatigue.

IV.3. Discussion

Les observations effectuées au cours de ce travail de thèse ont permis de mettre en évidence que les caractéristiques mécaniques associées à la matrice β jouent un rôle essentiel sur les mécanismes d'endommagement en fatigue de l'alliage Ti-5553. Il est bien établi à partir des observations effectuées au cours du présent travail et issues de la littérature, que les premiers stades d'endommagement sont liés à l'activation des mécanismes de glissement dans les nodules α. Les éléments bibliographiques laissent penser que les orientations des grains β les plus favorables à l'amorçage de fissures en fatigue sont les orientations <001>. Celles-ci conduisent à activer du glissement dans une fraction plus importante de nodules. De plus, le système majoritairement activé est le système basal, le plus souvent présenté comme plus critique pour la durée de vie en fatigue.

Cependant, avec nos conditions d'essais, les fissures fatales semblent s'amorcer au sein des grains dont l'orientation cristallographique est éloignée des pôles <001> et <111>. De plus, celles-ci ont été observées sur des bandes de glissement associées à un système prismatique.

Afin de mieux comprendre comment sont établis les contours du domaine d'orientation cristallographique de la matrice β contenant les fissures fatales, nous discuterons dans un premier temps les mécanismes pouvant jouer un rôle sur l'activation du glissement dans les nodules. Dans un second temps, nous discuterons le rôle de la matrice β dans l'amorçage et la propagation de fissure.

Activation du glissement dans le Ti-5553 sollicité en fatigue

Nous avons montré que l'anisotropie élastique associée à la phase β, était plus importante que celle associée à la phase α. Localement, l'influence de cette anisotropie élastique de la phase β sur le champ de déformation sous sollicitation monotone a été mis en évidence par Duval **[Duval, 2013]**. Le faible module d'Young de certains grains β conduit localement à une déformation plus importante, ce qui semble favoriser l'activation précoce du glissement dans les nodules α. Nous avons montré que ces résultats sont transposables pour des sollicitations cycliques. Cependant, une forte dispersion de la fraction de nodules présentant des traces de glissement a été constatée. Celle-ci peut avoir plusieurs causes : premièrement, étant donné la forte anisotropie élastique associée à la matrice, l'influence des grains voisins a une contribution significative sur le champ de déformation **[Schick, 2000]** et par extension sur l'activation des mécanismes de glissement. Une forte interaction élastique entre grains β a notamment été mise en évidence sur les micro-éprouvettes de microstructure "Trempée". Les redistributions de contraintes de grain β à grain β ont toute les raisons d'opérer sur des microstructures bimodales et jouer un rôle sur l'activation de la déformation plastique dans les nodules.

D'autre part, nous avons mis en évidence que la fraction de précipitation α a une contribution significative aux propriétés élastiques d'une microstructure bimodale. De plus, au sein d'un grain β, nous avons constaté une importante hétérogénéité de la répartition spatiale des différents variants cristallographiques (en partie II.1.a), ainsi qu'une tendance des nodules à former des "groupes" possédant une orientation cristallographique commune. Ce type de configuration pourrait être à l'origine d'hétérogénéités du champ de déformation.

Enfin, une hypothèse supplémentaire qui pourrait expliquer les hétérogénéités du champ de déformation est liée à la précipitation des lamelles. La précipitation en vannerie observée sur la microstructure "industrielle" limite localement le nombre de variants cristallographiques, ce qui pourrait influencer localement le champ de déformation **[Appolaire, 2005], [Da Costa Teixeira, 2008]**.

Le développement nécessaire de bandes de glissement comme précurseur de l'endommagement semble être la raison pour laquelle aucune fissure n'a été observée dans les grains β dont l'orientation cristallographique est proche d'un pôle <111>. Du fait de leur haut module, ces grains se déforment en effet uniquement élastiquement. Déterminer les causes de l'absence de fissures pour des grains β dont l'orientation cristallographique est proche d'un pôle <001> est plus difficile, plusieurs mécanismes peuvent contribuer à limiter l'amorçage et la propagation de fissures. Ceux-ci seront détaillés dans la partie suivante.

Amorçage et propagation de fissures dans le Ti-5553 sollicité en fatigue

Nous commencerons par l'analyse d'une différence notable entre nos observations et les éléments rapportés de la littérature : dans nos conditions, les fissures s'amorcent principalement à partir de bandes de glissement "prismatiques". Sur ce point, les observations de Duval **[Duval, 2013]**, bien que plus limitées, concordent avec les nôtres. Afin de mieux comprendre cette tendance, il est intéressant de considérer les relations d'orientations cristallographiques entre les phases α et β. En effet, les orientations cristallographiques des grains β où des fissures ont été observées (Figure 153.a) limitent

la présence de nodules α favorablement orientés pour activer un système de glissement basal (Figure 153.b). Ce constat concorde avec les résultats d'analyse d'orientation cristallographique des nodules présentés au chapitre II et rappelés ici (Figure 153.c et d). Néanmoins, nous avons également montré que des grains β d'orientation cristallographique proche de <001> contiennent des nodules favorablement orientés pour activer du glissement sur un système basal (Figure 153.e et f). De plus, nous avons observés dans ce chapitre la présence de bandes de glissement "basales" associées à l'amorçage et/ou la propagation de fissures. Cela laisse penser que la matrice β joue un rôle plus important sur l'amorçage de fissures que celui de la distribution de variants cristallographiques pour les nodules α.

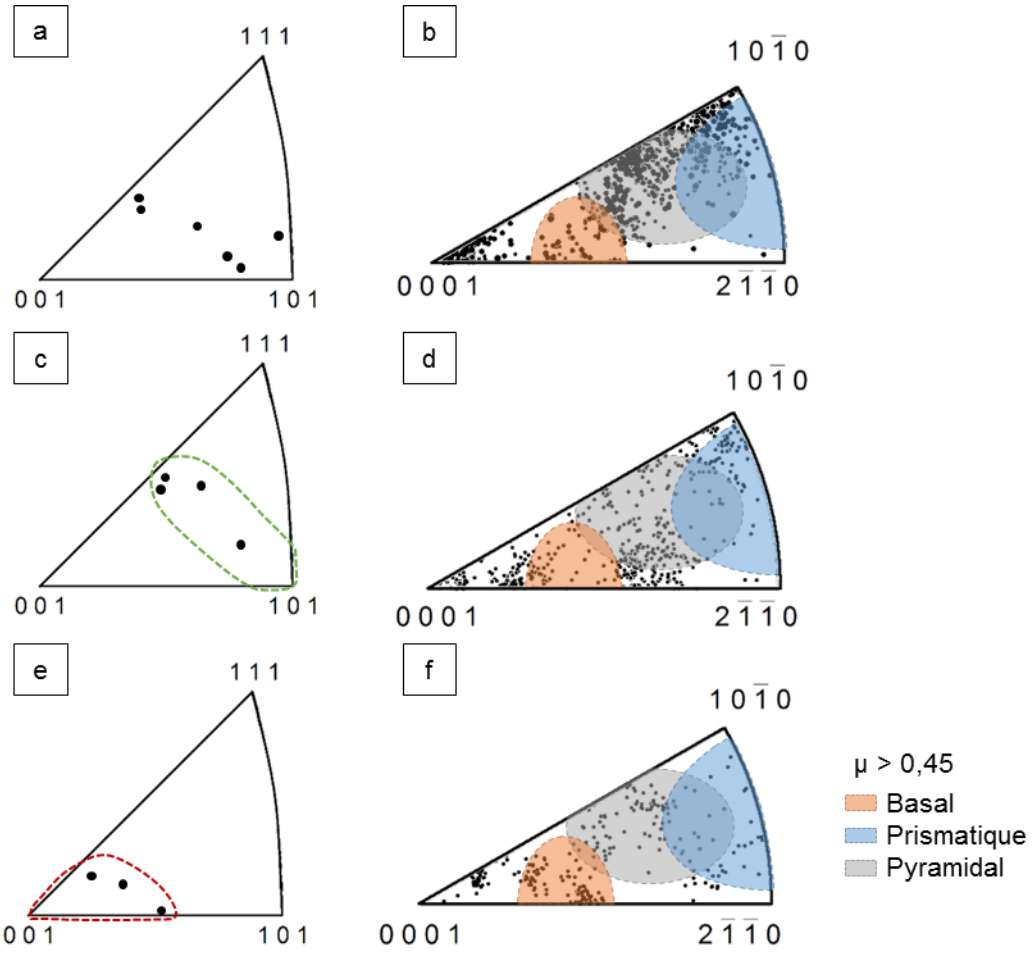


Figure 153 : (a) Orientation cristallographique des grains β contenant la zone d'amorçage d'une ou plusieurs fissures secondaires; (b) orientation cristallographique des nodules primaires α dans la zone d'amorçage des fissures secondaires; (c) orientation cristallographique de la phase β analysée au chapitre II; (d) orientation cristallographique des nodules primaires pour les orientations de la matrice β de la figure (c); (e) orientation cristallographique de la phase β analysée au chapitre II; (f) orientation cristallographique des nodules primaires pour les orientations de la matrice β de la figure (e).

La contrainte normale ou contrainte dans la direction de traction pourrait jouer un rôle important pour la propagation de fissure. Plus les grains β présentent une rigidité importante, plus la contrainte normale est élevée en moyenne. Cela pourrait favoriser l'ouverture en mode I et la propagation de la fissure à la matrice. Le domaine d'orientation β favorable à l'amorçage et à la propagation de fissure pourrait donc résulter d'un compromis entre les orientations favorisant l'activation de glissement dans les nodules

(Figure 154.a) et celles conduisant à un module d'Young plus élevé et donc à une contrainte normale plus importante (Figure 154.b).

Les résultats présentés sur la Figure 154.c semblent contredire cette hypothèse, les grains β contenant des fissures étant plutôt orientés suivant des directions de bas module d'Young. La contrainte normale "macroscopique" ne semble donc pas avoir une influence de premier ordre sur la propagation de fissure. Néanmoins, le champ de contrainte peut être influencé localement par la microstructure et/ou par les interactions élastiques entre grains β comme nous l'avons décrit dans la partie précédente. Cela peut également favoriser ou limiter la propagation de fissures à la matrice β.

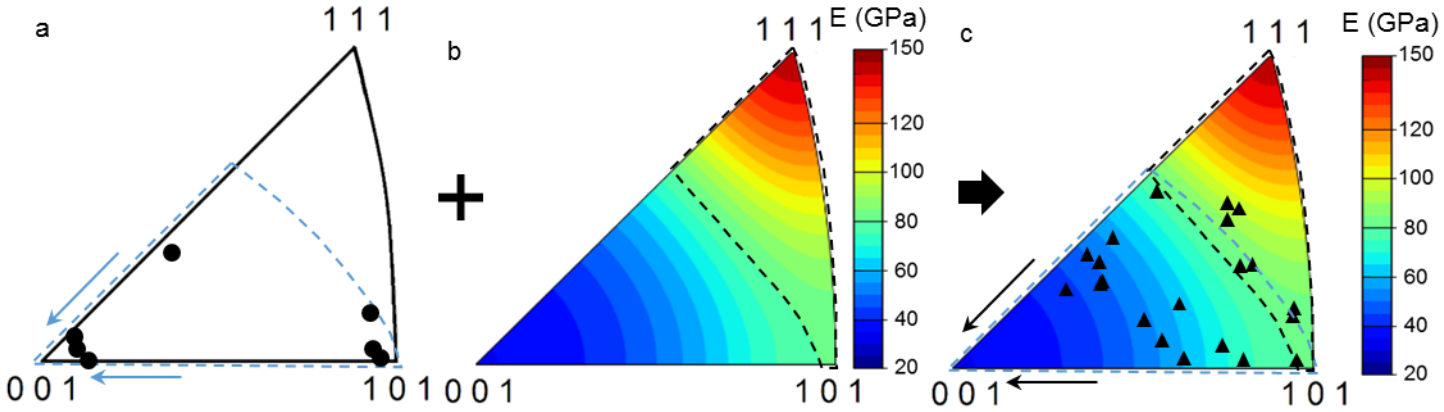


Figure 154 : (a) Orientations de la matrice β pour lesquelles des traces de glissement ont été observées après sollicitation cyclique et domaine d'orientations cristallographiques de la matrice β, favorables à l'activation des mécanismes de glissement dans les nodules primaires α; (b) Iso courbes de module d'Young projetées sur une figure de pôles inverse calculée à partir des constantes d'élasticité établies par Kim et al. ***[Kim, 2002]*** *et domaine d'orientations cristallographiques conduisant à un module d'Young supérieur à 80 GPa; (c) Orientations cristallographiques des grains β contenant une ou plusieurs fissures.*

Une autre hypothèse est que la propagation des fissures nécessite l'activation d'un système de glissement dans la matrice. L'observation de bandes de glissement dans la matrice a été rapportée dans la bibliographie en traction **[Duval, 2013]**. Expérimentalement, nous n'avons cependant pas observé de bandes de glissement dans la matrice β en fatigue, et à notre connaissance aucune observation n'a été rapportée dans la littérature. Cependant, l'activation d'un système de glissement dans la matrice β ou la transmission depuis un nodule peut être localisée au niveau de la zone de déplétion **[Duval, 2013], [Escale, 2012]**. Cela pourrait favoriser la propagation de fissures à la matrice sans nécessiter la présence de bandes de glissement d'une taille plus importante.

La superposition du domaine d'orientation cristallographique de la matrice β favorable à l'activation des systèmes de glissement au sein des nodules (Figure 155.a) et pour une matrice β trempée (Figure 155.b) est présentée sur la Figure 155.c. Sur celle-ci on peut voir qu'il y a une bonne correspondance entre la zone de recoupement et les orientations cristallographiques favorables à l'amorçage de fissure en fatigue. Cela laisse penser que l'activation du glissement dans la matrice β est nécessaire pour permettre la propagation des fissures. Le domaine d'orientation β favorable à l'amorçage de fissures pourrait donc être, en partie, le résultat du compromis entre les orientations favorables à l'activation du glissement dans les nodules et dans la phase β.

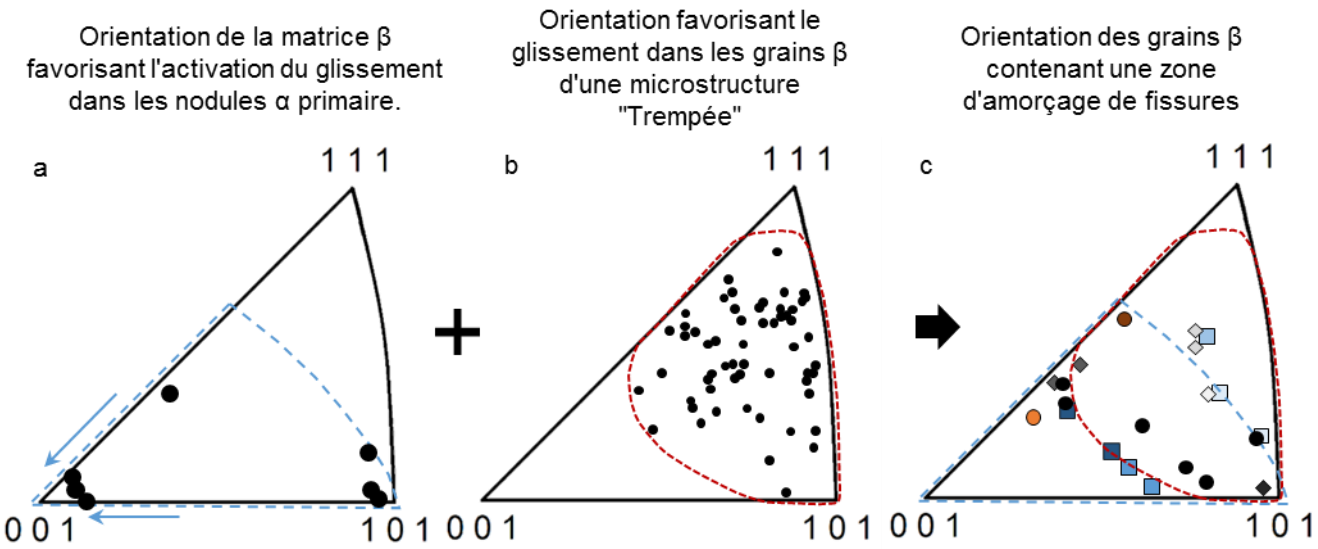


Figure 155 : (a) Orientations de la matrice β pour lesquelles des traces de glissement ont été observées après sollicitation cyclique et domaine d'orientations cristallographiques de la matrice β, favorables à l'activation des mécanismes de glissement dans les nodules primaires α; (b) Orientation cristallographique des grains β favorablement orientés pour activer un ou plusieurs systèmes de glissement en traction (microstructure trempée : 960°C/90h); (c) Orientation cristallographique des grains β contenant une zone d'amorçage de la fissure fatale ou des fissures secondaires en fatigue sur la microstructure industrielle.

Enfin, il est intéressant de noter que les orientations cristallographiques favorables à l'amorçage de fissures en fatigue semblent être identiques aux orientations cristallographiques où est observée la localisation de la déformation en traction. Celles-ci correspondent également aux orientations cristallographiques identifiées par **[Herbig, 2011]** et semblent être la cause de la propagation "cristallographique" observée sur les différents faciès de rupture analysés au cours de ce travail de thèse.

IV.4. Conclusion chapitre IV

Les essais réalisés sous sollicitation monotone, ont permis de caractériser l'anisotropie de comportement mécanique résultant de la présence simultanée de textures morphologique et cristallographique. Bien que l'influence de la direction de prélèvement des éprouvettes sur la limite d'élasticité $Rp_{0.2\%}$, la charge de rupture Rm et le module d'Young soit limitée, la ductilité est fortement influencée. En effet, l'allongement à rupture mesuré sur des éprouvettes prélevées perpendiculairement à l'axe de fibrage, est inférieur de moitié à celui mesuré sur des éprouvettes prélevées suivant l'axe de fibrage. Dans la littérature, cette diminution est généralement attribuée à une augmentation de la densité de joints de grains suivant la direction de propagation des fissures. Cette interprétation est en accord avec les résultats obtenus. Cependant, nous avons pu montrer par les essais réalisés sur micro-éprouvettes, que cette diminution est également liée à un phénomène de concentration de la déformation plastique qui conduit à une apparition précoce de la striction. La morphologie des zones de striction suggère un rôle du grain β dans leur apparition. Les orientations de type <101> à <112> semblent être les plus favorables à leur apparition. Néanmoins, plusieurs éléments conduisent à être prudent sur ce type de conclusion.

Le comportement sous sollicitation cyclique a également été caractérisé. Celui-ci ne semble pas influencé significativement par la direction de prélèvement des éprouvettes. De même, la durée de vie en fatigue ne semble pas impactée par les textures cristallographique et morphologique.

Dans notre cas, la phase d'amorçage de fissure représente environ 90% de la durée de vie en fatigue. Nous avons montré la prédominance de l'amorçage de fissures secondaires à partir de bandes de glissement activées sur un système prismatique, alors que sur les alliages α + β les configurations néfastes en fatigue sont plutôt associées à du glissement suivant le système basal. Cette observation est due, au moins en partie, aux relations d'orientations de Burgers qui conduisent à limiter le nombre de nodules favorablement orientés pour activer ce glissement basal lorsque la matrice est orientée suivant des directions favorables au glissement de la phase cubique. Par ailleurs, nous avons montré qu'il existe une corrélation entre l'amorçage de fissures et l'orientation cristallographique de la matrice β. Les fissures fatales s'amorcent systématiquement dans des grains β situés dans une large bande allant de la direction <101> à la direction <112>.

Ces orientations associent des orientations cristallographiques favorables à l'activation du glissement dans les nodules primaires et dans la matrice β et/ou un fort module d'Young. Les orientations favorables au glissement suivant la matrice β sont également plus favorables à la propagation de fissure.

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES

Ce travail de thèse était centré sur l'influence du caractère anisotrope des propriétés mécaniques des phases α et β de l'alliage Ti-5553 sur son comportement monotone et cyclique.

L'approche bibliographique a tout d'abord concerné les différentes phases susceptibles d'être rencontrées dans le Ti-5553. Nous avons porté notre attention en particulier sur les phases β et ω. Bien qu'il existe un nombre significatif d'articles portant sur l'élasticité de la phase β, il ressort une très grande diversité de valeurs établies par des approches expérimentales ou de simulation plus ou moins adaptées. Nous avons également constaté que l'influence sur les propriétés élastiques de la précipitation de phase ω_{ath} lors d'une trempe depuis le domaine β, n'a été que très peu discutée, bien que celle-ci semble être significative pour certains alliages.

Nous avons focalisé la seconde partie de la revue bibliographique sur l'étude de l'anisotropie des caractéristiques mécaniques des alliages β-métastable. Si l'anisotropie de propriétés de la phase α est relativement bien maitrisée, les connaissances sur la phase β sont nettement moins abouties. Des résultats récents semblent montrer le rôle prépondérant joué par l'orientation cristallographique de la matrice β sur le champ de déformation à l'échelle des grains β millimétriques en traction. Les hétérogénéités de déformation à l'échelle des grains β semblent liées à l'anisotropie élastique de la phase β, plus un grain est rigide et moins il se déforme.

Enfin, un nombre significatif d'études portant sur la durée de vie en fatigue des alliages β-métastables de microstructure bimodale ont été analysées. En fatigue, sur ce type de microstructures, l'ensemble des données bibliographiques convergent pour accorder un rôle majeur à l'activation du glissement dans la précipitation primaire dans les mécanismes d'amorçage de fissures.

La microstructure industrielle a été caractérisée. La grande complexité de cette microstructure nous a conduit à concevoir et à réaliser différentes microstructures "modèles" en laboratoire afin d'isoler les différentes phases qui la constituent pour évaluer leurs propriétés.

Dans un premier temps nous avons validé, pour le Ti-5553, l'utilisation de microstructures établies à partir d'une trempe depuis le domaine de stabilité de la phase β pour décrire les propriétés élastiques de cette phase. Quatre microstructures "trempées" ont ainsi été réalisées. Les textures cristallographiques obtenues et les mesures très précises de module d'Young par la technique DRM ont permis de mettre en évidence et de quantifier le niveau d'anisotropie élastique élevé de la phase β du Ti-5553.

Une démarche d'homogénéisation numérique, basée sur les hypothèses de Voigt et Reuss, a été appliquée et validée pour la modélisation du comportement élastique d'une éprouvette DRM à partir d'une cartographie EBSD sur une face et de calculs en éléments finis réalisés sur des agrégats polycristallins. Cela a permis de comparer l'effet des différents jeux de coefficients de la matrice de rigidité rapportés de la littérature. Parmi les différents jeux étudiés, celui établie par Kim et al. **[Kim, 2002]** (C_{11} = 135, C_{12} = 113,

C_{44} = 55 GPa) est celui qui permet de décrire le mieux les propriétés élastiques de la phase β pour le Ti-5553.

Deux microstructures établies à partir d'un état forgé, pour lesquelles la fraction volumique de phase α est différente, ont été réalisées. Celles-ci ont permis l'étude de l'influence de la précipitation α primaire et secondaire sur les propriétés élastiques du Ti-5553 de microstructure bimodale. Nous avons ainsi pu quantifier le rôle rigidifiant respectivement des nodules et de la précipitation fine lamellaire. De plus, pour un volume de matière considéré suffisamment important, nous avons montré que les propriétés élastiques du Ti-5553 avec une microstructure bimodale dépendent au premier ordre de la texture cristallographique associée à la matrice β. La modélisation de la microstructure industrielle peut donc, en première approche, être effectuée en considérant l'anisotropie élastique d'origine cristallographique de la phase β et une contribution isotrope de la fraction volumique de précipitation α primaire et secondaire.

Concernant la microstructure industrielle, la texture cristallographique associée à la phase β est à l'origine de la valeur de module d'Young légèrement plus faible obtenue pour des éprouvettes prélevées suivant la direction du fibrage morphologique. Nous avons également montré que la variation de l'angle de fibrage observée au sein du disque forgé était sans effet mesurable sur le module d'Young à l'échelle d'échantillons de mesure DRM.

Les propriétés mécaniques associées à la microstructure industrielle sous sollicitation monotone ont été investiguées. Une forte anisotropie de ductilité a pu être mise en évidence. La ductilité d'éprouvettes prélevées suivant l'axe du disque est en moyenne deux fois plus élevée que celle d'éprouvettes prélevées perpendiculairement à celui-ci. Cette baisse de ductilité est liée d'une part à la présence du fibrage morphologique, qui semble favoriser la propagation de fissure suivant un mécanisme rapporté de la littérature. D'autre part, nous avons montré que cette diminution de ductilité est également liée à la localisation de la déformation plastique au sein de quelques grains β. La localisation a été détectée, dans les conditions de cette étude, pour un niveau de chargement proche de $Rp_{0.2\%}$. Bien qu'un lien avec l'orientation cristallographique de la matrice β ait pu être mis évidence, l'origine de la localisation de la déformation reste à ce jour une question ouverte.

L'étude du comportement sous sollicitation cyclique en fonction de la direction de prélèvement a montré que celle-ci n'avait pas une influence significative sur le comportement. Une faible différence de comportement plastique a été observée. Celle-ci semble être liée à l'orientation cristallographique des grains β qui joue un rôle sur l'activation du glissement au sein des nodules. En effet, l'analyse de l'activation des mécanismes de glissement au sein des nodules sur un essai interrompu a permis de confirmer les observations rapportées de la littérature en traction : Plus les grains sont rigides, plus l'activation des mécanismes de glissement au sein des nodules semble difficile.

En accord avec les observations rapportées de la littérature pour des alliages α + β, nous avons montré que les fissures s'amorcent essentiellement sur les bandes de glissement au sein des nodules. Cependant contrairement aux observations rapportées, nos observations montrent que l'amorçage de fissures a lieu préférentiellement sur des bandes de glissement associé à un système de glissement prismatique.

De plus, un lien entre l'amorçage de fissure en fatigue et l'orientation cristallographique de la matrice β a été établi. L'amorçage et la propagation de fissures

semblent favorisés lorsque les directions cristallographiques de la matrice <101> à <112> sont proches de l'axe de sollicitation. Ces orientations cristallographiques permettent l'activation des mécanismes de glissement au sein de la précipitation primaire, lieu de l'amorçage des fissures. De plus, elles semblent favoriser la propagation des fissures à la matrice. Bien que les causes de la propagation n'aient pu être déterminées précisément, certains éléments laissent penser que les systèmes de glissement activés pour ce type d'orientation sont associés à un facteur de Schmid élevé.

Les perspectives associées aux résultats obtenus sont multiples. Bien qu'un jeu de coefficient du tenseur de rigidité permettant de décrire correctement les propriétés élastiques de la phase β ait pu être établi, la comparaison avec les résultats expérimentaux laisse penser que l'anisotropie réelle de cette phase est plus importante. Etablir des microstructures trempées avec des tailles de grains importantes (Ø>2 cm) permettrait, par des prélèvements ciblés, la réalisation d'éprouvettes de mesure DRM monocristallines. Les résultats établis sur des éprouvettes de ce type permettraient d'affiner l'estimation des coefficients du tenseur de rigidité pour la phase β du Ti-5553.

De plus, la multiplication d'éprouvettes d'orientation cristallographique β similaire permettrait également, par la réalisation de traitement thermique spécifique, d'étudier l'influence de la précipitation α. En particulier, l'influence des différents variants cristallographiques de phase α sur les propriétés élastiques d'échantillons de mesure DRM pourrait être quantifiée par l'analyse de l'orientation cristallographique de cette phase. Ces résultats permettraient d'enrichir les modèles de comportement élastique par la prise en compte de l'influence de la précipitation α sur l'anisotropie élastique à l'échelle du grain β.

En traction, la perspective principale est la compréhension de l'origine de la localisation de la déformation observée sur la microstructure industrielle. Pour cela des données plus statistiques sont indispensables. C'est pourquoi, de nouvelles campagnes d'essais sur la microstructure industrielle nous semblent nécessaires.

Afin de s'affranchir de la complexité de la microstructure industrielle, notamment liée à la morphologie et à la variation d'orientation cristallographique au sein des grains β, il est possible de réaliser des microstructures modèles bimodales composées de grains β équiaxes. Ces microstructures permettraient, en traction, une analyse plus fine du champ de déformation élastique et plastique par corrélation d'images de mouchetis (DIC). Il serait donc possible de confirmer ou d'infirmer les tendances établies au cours de ce travail de thèse. Pour une taille de grain suffisamment faible devant la section des éprouvettes, les effets de voisinage pourront également être pris en compte. Pour des tailles de grain β suffisamment importantes, il est envisageable de quantifier par DIC les hétérogénéités du champ de déformation à l'échelle d'un grain β liées à la précipitation α.

Bien que les configurations d'orientation cristallographique de la matrice β et des nodules primaires α les plus néfastes du point de vue de la durée de vie en fatigue aient pu être mieux cernées, plusieurs points restent à éclaircir. En particulier, les raisons pour lesquelles l'amorçage de fissures est observé uniquement à partir de bandes de glissement associées à l'activation d'un système prismatique et non basal comme rapporté sur les alliages α + β. Une étude comparative sur d'autre alliages β-métastables semble nécessaire pour déterminer si ce résultat est propre au Ti-5553, à un sous ensemble ou bien à

l'ensemble de la famille des alliages β-métastables. L'étude de l'évolution du champ de déformation à une échelle très locale de quelques nodules primaires favorablement orientés pour amorcer des fissures, est possible dans le cadre d'essai in situ en microscopie électronique à balayage. À cette échelle, l'analyse de l'orientation cristallographique de la précipitation secondaire par la technique EBSD est envisageable. Cela permettrait d'étudier la contribution de la précipitation secondaire à l'amorçage des fissures.

ANNEXES

Annexe I : Description des familles d'alliages de titanes

Annexe II : Caractérisation de la microstructure à l'échelle du disque de microstructure industrielle

Annexe III : Mesure expérimentale du coefficient de poisson

Annexe IV : Description de la méthode de corrélation d'image par suivie de mouchetis

Annexe V : Description de la méthode de génération d'agrégat

Annexe VI : Mesure du module de cisaillement de la microstructure industrielle

ANNEXE I : DESCRIPTION DES FAMILLES D'ALLIAGES DE TITANES

Les alliages α ou quasi-α.

La famille des alliages α contient les nuances CP et les quasi-α qui contiennent pratiquement que des éléments α-gènes. Les nuances CP sont classées en fonction de la nature et du taux d'impuretés, essentiellement de l'oxygène et du fer, le grade 1 étant le plus pur **[Weiss, 1999]**. Certains alliages quasi-α contiennent une petite quantité d'éléments β-stabilisant qui facilitent la mise en œuvre du matériau. La composition et les caractéristiques mécaniques de quelques alliages α sont présentées dans le Tableau 25. Les alliages α offrent cependant une très bonne résistance à la corrosion. C'est pourquoi ils sont généralement utilisés dans des applications marines, par exemple dans les usines de dessalement d'eau de mer, et des applications liées à l'industrie de la chimie **[Lutjering, 2007]**.

*Tableau 25 : Noms commerciaux, compositions et concentration équivalente en aluminium et molybdène des différents alliages CP et a cités dans le manuscrit **[Welsch, 1993]**.*

Alliages α et CP			
Nom de l'alliage	Composition	Al eq (%)	Mo eq (%)
Grade 1 (T35)	CP-Ti (0.2Fe - 0.18O)	1,8	0,6
Grade 2 (T40)	CP-Ti (0.3Fe - 0.25O)	2,5	0,9
Grade 3 (T50)	CP-Ti (0.3Fe - 0.35O)	3,5	0,9
Grade 4 (T60)	CP-Ti (0.5Fe - 0.40O)	4,6	1,4
Grade 9 (Ti 3-2.5)	Ti - 3Al - 2.5V	3	1,7
Ti-6Al	Ti - 6Al	6	0
IMI 685	Ti - 6Al - 5Zr - 0.5Mo - 0.25Si	6,8	0,5
IMI 834	Ti - 5.8Al - 4Sn - 3.5Zr - 0.5Mo - 0.7Nb - 0.35Si - 0.06C	7,7	0,7

Les alliages α+β

Les alliages α+β du fait de leur composition, présentent, après mise en forme, une petite fraction de phase β de l'ordre de quelques pourcents. Cette fraction de phase β même très faible, permet une augmentation significatif des caractéristiques mécaniques comparer aux alliages α ou quasi-α **[Mantri, 2015]**. L'alliage TA6V, qui représente plus de 60% du marché, appartient à cette catégorie **[Boyer, 1996]**.

Tableau 26 : Noms commerciaux, compositions et concentration équivalente en aluminium et molybdène des différents alliages α+β cités dans le manuscrit ***[Welsch, 1993]****.*

Alliages α+β			
Nom de l'alliage	Composition	Al eq (%)	Mo eq (%)
IMI 550	Ti - 4Al - 2Sn - 4Mo - 0.5Si	4,7	4
Ti-6242	Ti - 6Al - 2Sn - 4Zr - 2Mo - 0.1 Si	7,3	2
TA6V	Ti - 6Al - 4V (0.20O)	6	2,7
Ti-6246	Ti - 6Al - 2Sn - 4Zr - 6Mo	7,3	6
Ti 23Nb 0,7Ta 2Zr 0,4Si		0,3	6,4
Ti 24 NB-4Zr-8Sn		3,3	6,7
Ti 25NB 10Ta 5Zr		0,8	6,9
Ti 29NB 9Ta 10Zr		1,7	8,1
Ti 29NB 13Ta 4,6Zr		0,8	8,1
Ti 30Nb		0,0	8,3

Les alliages α+β sont utilisés dans les pièces de structure comme les mats réacteurs, les aubes fans (TA6V) ainsi que pour nombreux éléments de structure de grande taille (cellule, voilure). Ils sont également utilisés dans les moteurs pour les tambours basses pression (TA6V), les disques de compresseurs haute et basse pression (Ti-6242).

Sur les alliages α+β en fonction des processus thermomécaniques appliqués à l'alliage, il existe trois microstructures possibles. Une microstructure entièrement lamellaire peut être obtenue par refroidissement après un traitement thermique de mise en solution effectué dans le domaine β. La tailles des lamelles et contrôlé par la vitesse de refroidissement, plus elle est rapide plus les lamelles seront fines **[Lutjering, 2007]**. Une microstructure nodulaire composée uniquement de nodule équiaxes est obtenue par une mise en solution en dessous du transus β. La dernière microstructure possible est une microstructure bimodale, celle-ci est composée de deux populations de précipités. Pour ces microstructures, le traitement de mise en solution pilote la morphologie (Forme, taille et fraction volumique) de la précipitation primaire et le vieillissement pilote la morphologie de la précipitation secondaire. Un exemple de chacune de ces microstructure obtenue sur du Ti-6242 est présenté sur la Figure 156.

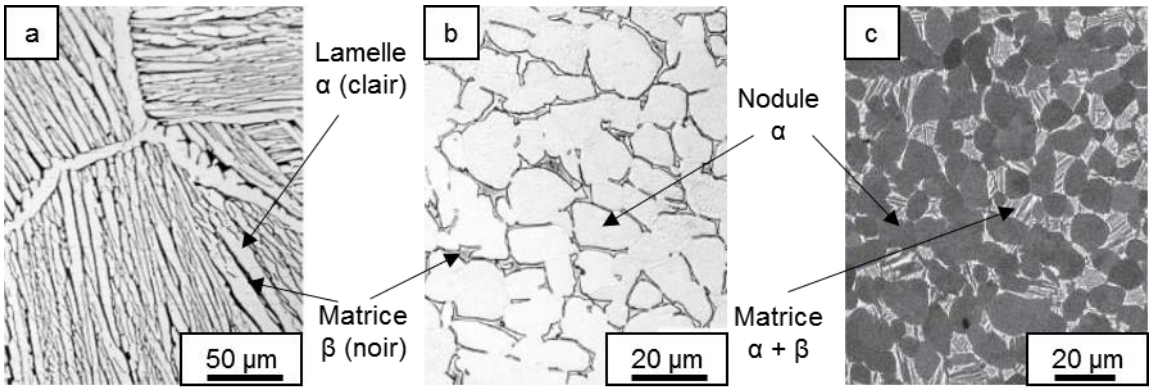


Figure 156 : Exemple de microstructures obtenues sur du Ti-6242: (a) Lamellaire **[Lutjering, 2007]***; (b) Equiaxe* **[Lutjering, 2007]***; (c) Bimodale* **[Sinha, 2006]**

Les alliages β-métastable

La famille des alliages β-métastable a été présentée dans le premier chapitre du manuscrit. La composition chimique et les valeurs de concentration équivalente en Aluminium et Molybdène des différents alliages mentionnés dans ce manuscrit sont données dans le Tableau 27.

Tableau 27 : Noms commerciaux, compositions chimique (% massique) et concentration équivalente en aluminium et molybdène des différents alliages β-métastables cités dans le manuscrit.

Alliages β-métastable			
Nom de l'alliage	Composition	Al eq (%)	Mo eq (%)
Ti 10Mo		0	10
Ti 36Nb 5Zr		0,8	10
Ti 40Nb		0	11,1
Ti-17	Ti - 5Al - 2Sn - 2Zr - 4Mo - 4Cr	6	10,7
β-CEZ	Ti - 5Al - 2Sn - 2Cr - 4Mo - 4Zr - 1Fe	6,3	10,2
Beta III	Ti – 11.5Mo – 6Zr – 4.5Sn	2,5	11,5
β 21S	Ti - 15Mo - 2.7Nb - 3Al - 0.2Si	3	15,8
Ti-LCB	Ti - 4.5Fe - 6.8Mo - 1.5Al	1,5	19,7
Ti-15-3	Ti - 15V - 3Cr - 3Al - 3Sn	4	15
VT-22	Ti - 5Al - 5Mo - 5V - 1Cr - 1Fe	5	12,9
Ti-5553	Ti - 5Al - 5Mo - 5V - 3Cr - 0.5Fe	5	16,2
Ti-10-2-3	Ti - 10V - 2Fe - 3Al	3	12,4
Ti 7,5Cr		0	12,5
Ti 15V 3Cr 3Al		3	15
Ti 15Mo 5Zr 3Al		3,8	15,8
Ti 10Cr		0	16,7
Ti 15Cr		0	25
Ti 30Cr		0	50

Comme mentionné dans le chapitre I, les différents alliages présentés dans cette annexe peuvent être classés en fonction des valeurs de concentration équivalente en Aluminium et Molybdène. Les résultats sont présentés sur la Figure 157.

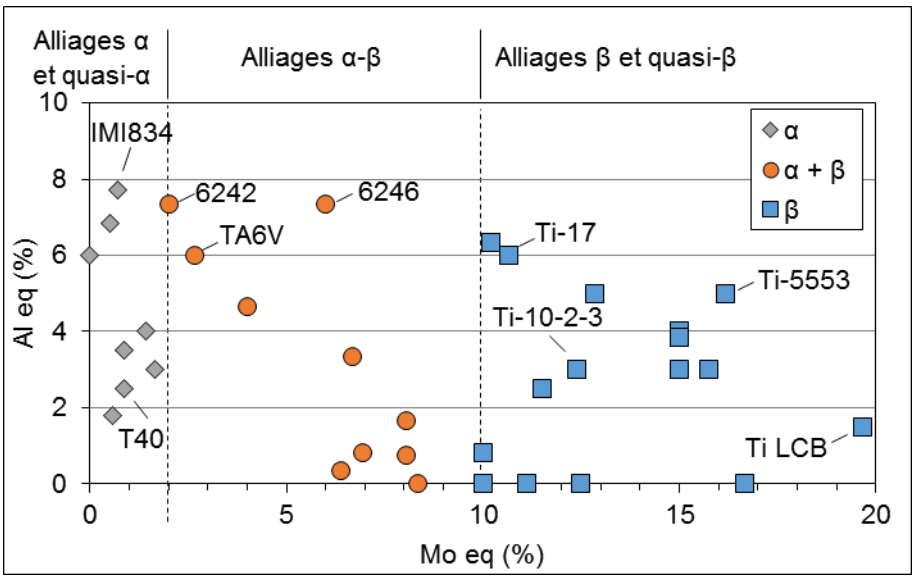


Figure 157 : Classement de différents alliages en fonction des concentrations équivalentes en Aluminium ou Molybdène.

ANNEXE II : CARACTERISATION DE LA MICROSTRUTCURE INDUSTRIELLE A L'ECHELLE DU DISQUE.

Comme nous l'avons précisé dans le manuscrit, dans le disque de microstructure industrielle, la morphologie des grains β et de la précipitation α est relativement homogène. Dans cette partie nous donnerons les différentes micrographies et cartographies EBSD effectuées sur les différents échantillons. L'ensemble des résultats présentés ici a été obtenu sur des échantillons prélevées sur deux tranches notée A et B prélevées dans le disque de matière industrielle. Le plan de prélèvement des tranches ainsi que les plans de prélèvement des échantillons sont présentés sur la Figure 158.

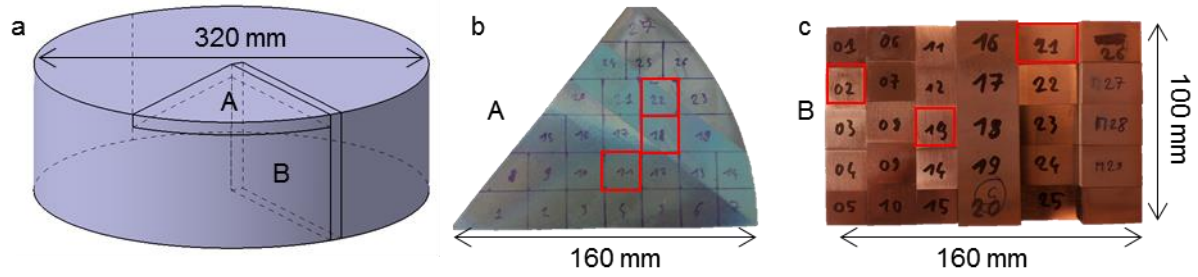


Figure 158 :(a) Schéma de prélèvement des coupes transverse (A) et radiale (B); (b) Coupe transverse avec plan de découpe des échantillons. (c) Coupe radiale avec plan de découpe des échantillons.

Les micrographies réalisées sur les échantillons prélevées sur la tranche A de la Figure 158, sont présentées sur la Figure 159. Les micrographies réalisées sur les échantillons prélevées sur la tranche B sont présentées sur la Figure 160.

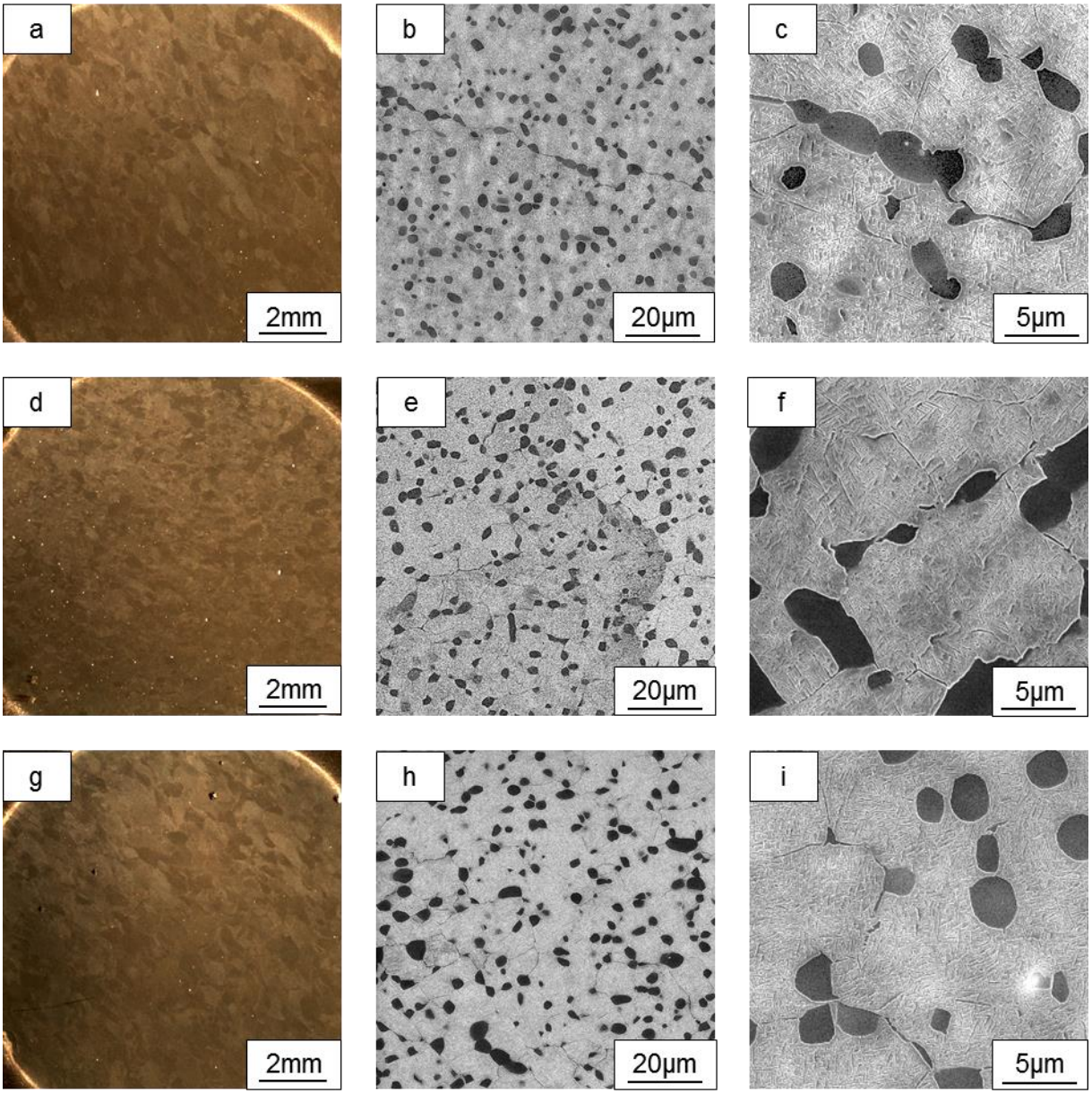


Figure 159 : (a-c) micrographies de l'échantillon de 11 de la tranche A (Figure 158); (d-f) micrographies de l'échantillon de 18 de cette tranche; (g-i) micrographies de l'échantillon de 22 de cette tranche.

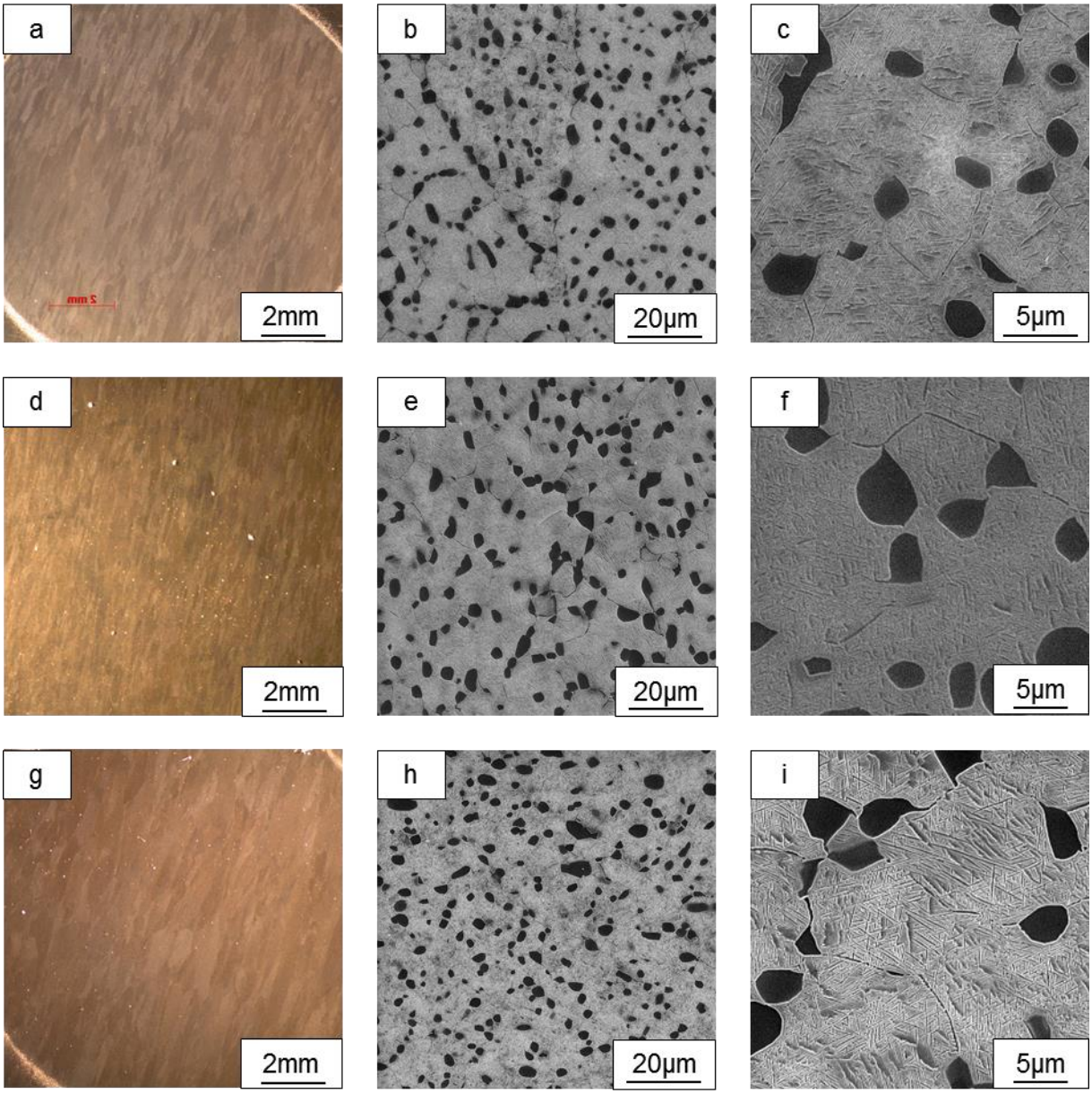


Figure 160 : (a-c) micrographies de l'échantillon de 02 de la tranche B (Figure 158); (d-f) micrographies de l'échantillon de 13 de cette tranche; (g-i) micrographies de l'échantillon de 22 de cette tranche.

ANNEXE III : MESURE EXPERIMENTALE DU COEFFICIENT DE POISSON

Comme nous l'avons précisé dans le chapitre II, la technique DRM permet d'estimer le coefficient de Poisson à la condition que le matériau soit parfaitement isotrope. Les différentes microstructures établies au cours de ce travail de thèse présentent toutes une texture cristallographique de la phase β et de la précipitation α. Par le calcul du coefficient de Poisson à partir des mesures expérimentales des modules d'Young et de cisaillement, il est donc possible de montrer l'influence de ces textures. Une étude récente de Viswanath et al. **[Viswanath, 2015]** a montré que la valeur du coefficient de Poisson pour un alliage Ti-10V-4,5Fe-1,5Al était liée à la fraction de phase α précipitée. Selon les auteurs, le coefficient de Poisson varie de 0.33 pour une fraction de phase α précipitée de 50% à 0.37 lorsque la fraction précipitée est nulle. Comme nous l'avons montré, établir précisément la fraction de phase α précipitée dans notre matériau est délicat, de plus nous avons mis en évidence l'influence de la composition chimique sur les propriétés élastiques lors de la revue bibliographique. En conséquence, il est compliqué d'estimer le coefficient de Poisson du Ti-5553 dans sa configuration industrielle bimodale, à partir des données issues de la bibliographie. C'est pourquoi une campagne d'essais a été menée afin d'établir une valeur de référence sur le Ti-5553 avec une microstructure industrielle.

Une technique de mesure de la déformation par suivie de marqueur a été testée en parallèle de cette campagne d'essais. Cette technique possède notamment deux avantages. Premièrement il s'agit d'une méthode sans contact, elle ne nécessite ou n'engendre donc aucune dégradation de la surface contrairement à la pose de jauge extensométriques ou la mise en place d'un extensomètre. De plus, elle peut être mise en place pour des éprouvettes de section relativement réduite comme les micro-éprouvettes de traction par exemple.

Protocole d'essai

Deux essais ont été réalisés à une vitesse de déformation de 5.10^{-4} s^{-1} sur des éprouvettes de section carrée, une prélevée suivant la direction Lg, l'autre prélevée suivant la direction Rg, dans le but de déterminer le coefficient de Poisson du matériau. Des jauges extensométriques superposées encapsulées, permettant de mesurer simultanément les déformations longitudinale et transverse ont été placées sur deux des quatre faces. Les deux autres faces ont été préparées pour utiliser la méthode de mesure de la déformation sans contact, basée sur le suivi de marqueurs par une caméra haute résolution (Figure 161). Les 4 marqueurs disposés en croix permettent de déterminer simultanément la déformation longitudinale, à partir du déplacement des marqueurs haut et bas, et transverse, à partir du déplacement des marqueurs gauche et droit.

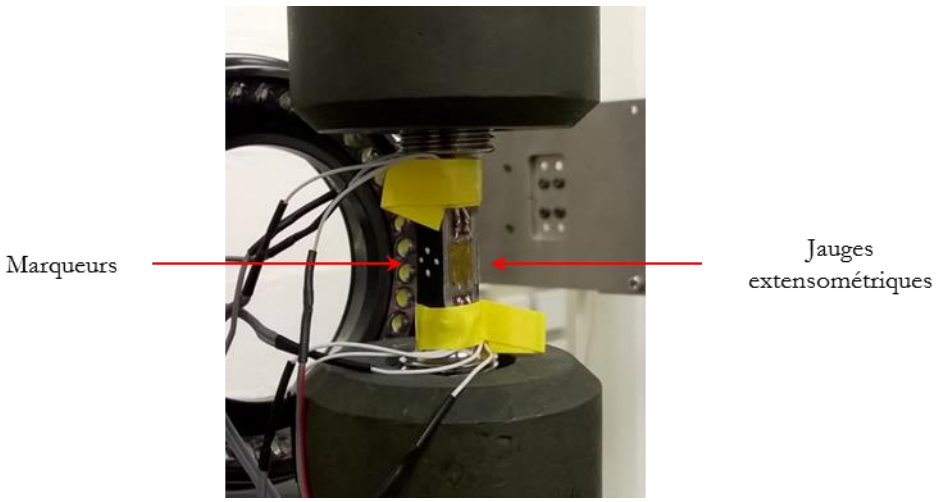


Figure 161 : Photographie d'une éprouvette de mesure du coefficient de Poisson. Sur la face gauche, 4 marqueurs blanc en croix pour le suivie des déformations longitudinale et transverse. Sur la face droite, jauges extensométriques.

Résultats

Les courbes contraintes déformation présentées sur la Figure 162, montrent que la différence de module d'Young mesuré entre deux essais n'est que de 0.1%, les résultats obtenus à partir des jauges de déformations sont donc reproductibles et seront considéré comme référence. Dans la direction longue le module d'Young est de 111 GPa et dans la direction radiale il est de 116 GPa. Ces valeurs sont en accord avec celles établies par la méthode DRM.

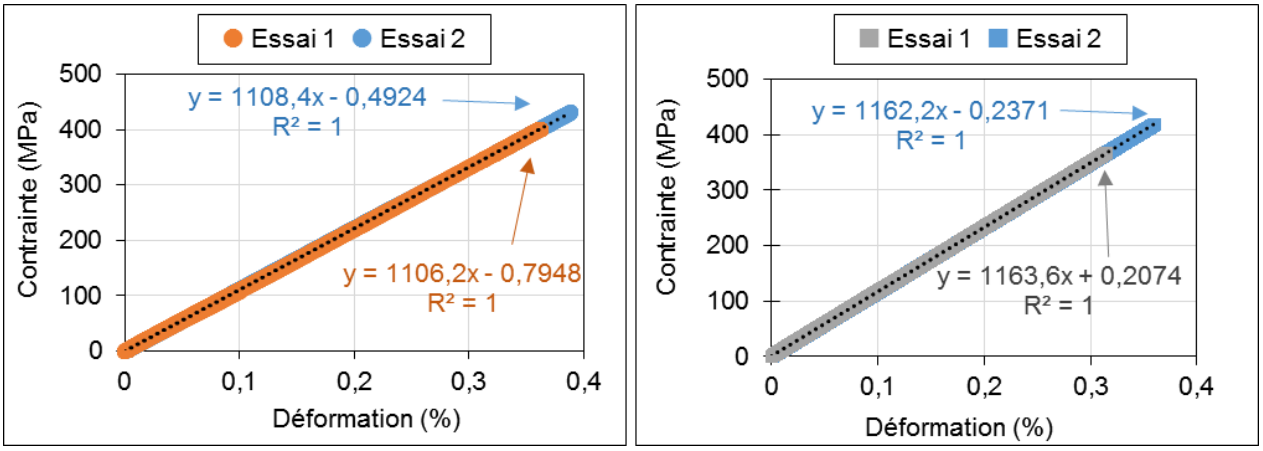


Figure 162 : Courbes contrainte-déformation ($\varepsilon=10^{-2}s^{-1}$) établies à partir de la déformation mesurée par jauge extensométrique pour des essais réalisées sur une éprouvette prélevée suivant la direction (a) Lg; (b) Rg.

Afin de mesurer une éventuelle influence de la texture cristallographique, la mesure du coefficient de Poisson a été effectuée sur deux éprouvettes : Une prélevée suivant la direction Lg, l'autre suivant la direction Rg. La Figure 163 présente les courbes de déformation longitudinale en fonction de la déformation transverse pour le premier essai effectué sur les deux éprouvettes. Une légère différence semble apparaitre, le coefficient de Poisson vaut 0.31 suivant la direction longue et 0.32 suivant la direction radiale. Ce résultat semble lié à la différence de texture cristallographique de la phase β entre les deux éprouvettes. En effet, nous avons montré que la texture cristallographique de la matrice avait une influence significative sur les propriétés élastiques unidirectionnelle.

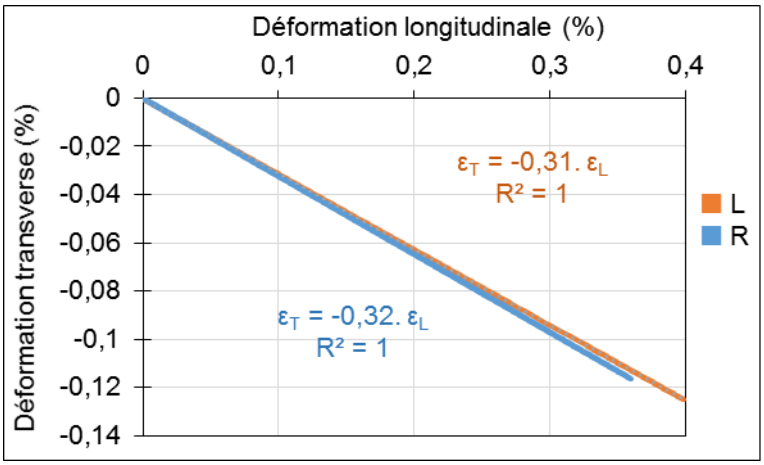


Figure 163 : Déformation longitudinale en fonction de la déformation transverse mesurée par jauges extensométriques pour deux éprouvettes prelevées suivant les direction Lg et Rg.

Ces valeurs sont très proches de celles établies par Viswanath et al. **[Viswanath, 2015]** sur du Ti-10V-4,5Fe-1,5Al pour des fractions de phase α précipitée comparable. En conséquence, dans la suite du manuscrit, nous utiliserons pour les microstructures trempées la valeur de coefficient de poisson de 0.37. Celle-ci a été établie par les auteurs cités ci-dessus en l'absence de précipitation α.

Comparaison des technique de mesures

Les courbes présentées sur la Figure 165 montrent l'évolution de la contrainte en fonction des déformations longitudinale et transverse. Comme on peut le voir sur la Figure 165.a, il y a une très bonne corrélation entre la déformation longitudinale mesurée par la technique de suivi de marqueur et celle mesurée par les jauges extensométriques considéré comme référence. L'erreur sur le module d'Young mesurée à partir des déformations établis par suivies de marqueurs n'est que de 0.7%. Cependant, comme on peut le voir sur la Figure 165.b, pour des déformations faibles (<0.05%), la différence de mesure entre les deux techniques devient significative. L'erreur sur le calcul du module d'Young à partir des mesures de déformations transverse établies par suivie de marqueur, 7.8% est plus de dix fois supérieure à l'erreur commise à partir de la mesure de déformation longitudinale. En conséquence, la technique de mesure de déformation par suivie de marqueur pourra être utilisé pour évaluer les propriétés élastiques, sous réserve que le niveau de déformation atteint soit suffisant. Empiriquement, à partir de 0.1% de déformation totale, l'erreur commise semble suffisamment faible pour déterminer les caractéristiques mécaniques sous sollicitation monotone.

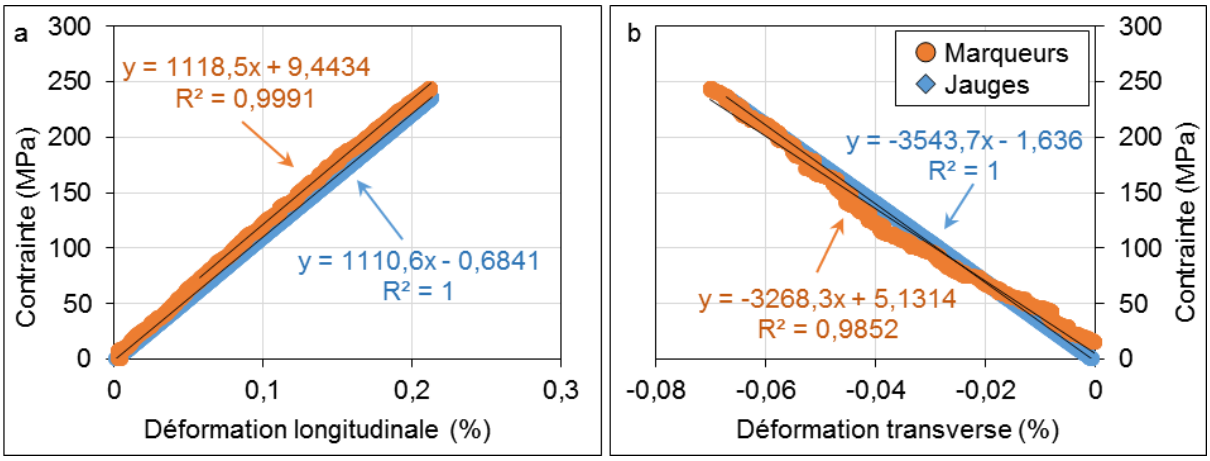


Figure 164 : (a) Comparaison des mesures de déformation longitudinale par suivie de marqueurs et par jauges extensométriques lors d'un essai de traction ($\dot{\varepsilon}$= 5.10^{-4} s^{-1}). (b) Comparaison sur la mesure de déformation transverse.

La technique de mesure de déformation par suivi de marqueurs a été utilisée afin de la comparer avec la déformation totale calculée à partir des résultats de corrélation d'image, lors d'essais réalisés sur des micro-éprouvettes. En effet, leur partie utile est trop étroite pour être équipé de jauge extensométriques.

ANNEXE IV : DESCRIPTION DE LA METHODE DE CORRELATION D'IMAGE PAR SUIVIE DE MOUCHETIS

Dans le but d'étudier la répartition spatiale de la déformation sur les micro-éprouvettes, nous allons utiliser une technique de corrélation d'images de mouchetis, ou DIC pour Digital Image Correlation. Le logiciel "open DIC" a été associé au logiciel RML image. Afin de produire un mouchetis en adéquation avec l'échelle étudiée, ici l'échelle des grains β, une solution contenant des particules de 3 microns a été appliquée sur une des faces des micro-éprouvettes (Figure 78.b).

La caméra utilisée permet de prendre des images d'une dimension de 11x8 mm avec une résolution de 30 mégapixels. Chaque image a été traitée numériquement (Passage en niveau de gris et augmentation du contraste) afin de pouvoir appliquer l'algorithme de corrélation d'image.

La région d'intérêt est définie à gauche et à droite par les bords de l'éprouvette et en haut et en bas par le déplacement estimé de corps rigide qui correspond à la translation de l'éprouvette au cours de l'essai. La taille de fenêtre de mesure est de 90x90 µm avec un pas de 80 µm.

La déformation macroscopique moyenne mesurée par la technique de suivi de marqueurs et estimée par intégration des déformations locales issues de la DIC sur une micro éprouvette de microstructure "Trempée", sont comparées sur la Figure 165. Comme on peut le voir sur celle-ci, il existe une très bonne corrélation entre les mesures de déformation par suivi de marqueurs et en estimant la déformation moyenne par corrélation d'images dans la partie élastique macroscopique (1.3% d'erreur sur la mesure de module d'Young).

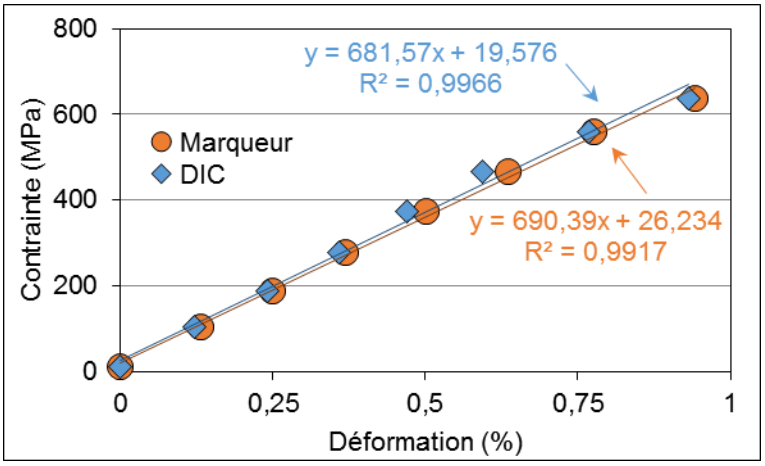


Figure 165 : Comparaison des mesures de déformation par suivi de marqueurs et par corrélation d'images pour un essai de traction sur micro-éprouvette de microstructure MI, interrompue à intervalles réguliers ($\dot{\varepsilon}$= 1.10^{-2} s^{-1} entre chaque arrêt)

ANNEXE V : DESCRIPTION DE LA METHODE DE GENERATION D'AGREGAT

L'application de la démarche d'homogénéisation numérique décrit dans le chapitre II nécessite la description explicite de la microstructure polycristalline de chaque éprouvette DRM testée. La microstructure 3D réelle des éprouvettes peut être obtenue en pratiquant des coupes régulières dans le volume de matière sollicité et en effectuant une cartographie des orientations cristallographique à chaque étape. Cette méthode destructive peut être très chronophage en fonction du volume de matière considéré. Dans le cadre de nos travaux, afin de quantifier l'influence des grains sous-jacents dans les éprouvettes DRM, nous avons choisi l'utilisation d'une méthode de génération d'agrégat en 3D basée sur une seule carte EBSD réalisée en surface de l'éprouvette, selon l'approche proposé notamment par **[St-Pierre, 2008]**. Ce type d'agrégat peut être utilisé pour effectuer des calculs en élément finis.

La méthode de génération d'agrégat polycristallin ainsi que les paramètres de calcul par éléments finies sont décrits dans cette annexe. Ces réalisations ont été effectuées par Loïc Signor, Maître de conférence à l'institut P', à l'aide du logiciel interne S2M décrit dans les références : **[Guéguen, 2011], [Signor, 2014], [Dang, 2016]**.

La première étape de génération de l'agrégat consiste à remplir le volume considéré par un ensemble de sphères modélisant les grains. Une première famille de sphères, qui intersectent la face supérieure de la boîte en leur milieu, est placée afin de décrire les grains de la carte EBSD de surface (Figure 166.a). Le diamètre de chaque sphère est défini de façon à ce que l'aire du disque résultant de son intersection avec la face supérieure soit égale à l'aire du grain correspondant dans la carte EBSD. Une seconde famille de sphères, dont le diamètre est tiré aléatoirement en suivant la distribution issue de la carte EBSD, est générée puis placée aléatoirement pour remplir au mieux le volume inoccupé de la boîte de simulation. Dans l'exemple proposé, 325 sphères correspondant aux grains de la carte EBSD puis 494 autres sphères ont été disposées dans la boîte (Figure 166.b). Les dimensions de la boîte sont 25000µm × 5000µm × 1000µm correspondant à celles du l'éprouvette testée.

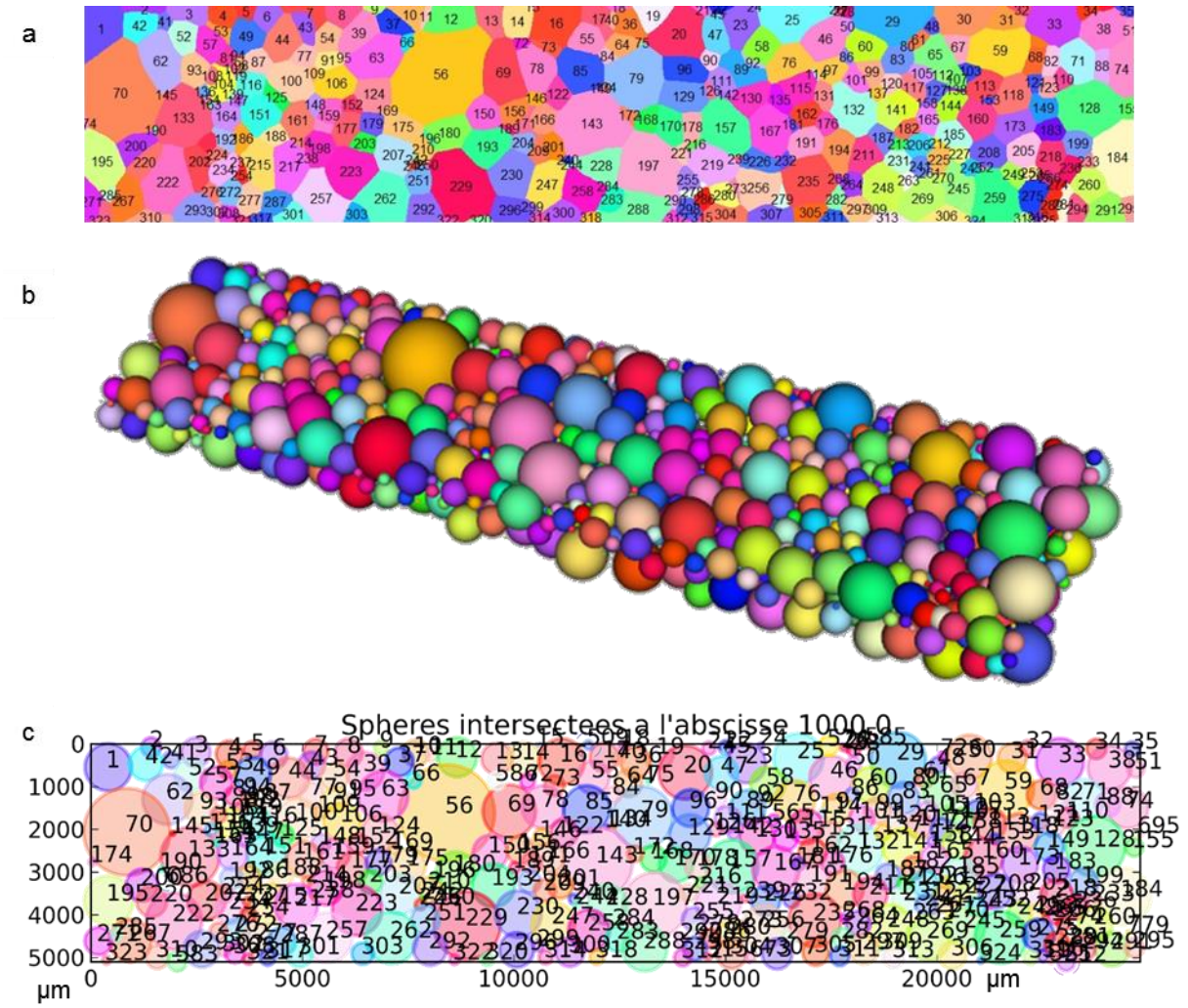


Figure 166 : (a) Cartographie EBSD établie avec un pas de 7 µm de l'éprouvette E2; (b) vue 3D du placement des sphères; (c) vue en coupe de la face supérieure de la boite de sphère.

Une fois le placement des sphères effectué, la morphologie de la microstructure est décrite par une carte de données 3D étiquetée ou carte de voxels (Figure 167). Pour cela on assigne à chaque voxel un numéro de grain correspondant à la sphère la plus proche. Cette approche conduit à une description discrétisée des joints de grains. Bien que cela puisse avoir une influence sur les champs locaux à proximité des joints, ce type de description affecte de façon négligeable les propriétés élastiques effectives à l'échelle de l'éprouvette DRM modélisée.

Comme on peut le voir sur la Figure 167.c, La plupart des grains sur la face inférieure n'apparaissent pas sur la face supérieur ni sur la cartographie EBSD (Figure 167.b). Ces grains appartiennent à la seconde famille de sphère placée. L'orientation cristallographique de ces grains est définie par le choix d'un triplet d'angle d'Euler tirés aléatoirement.

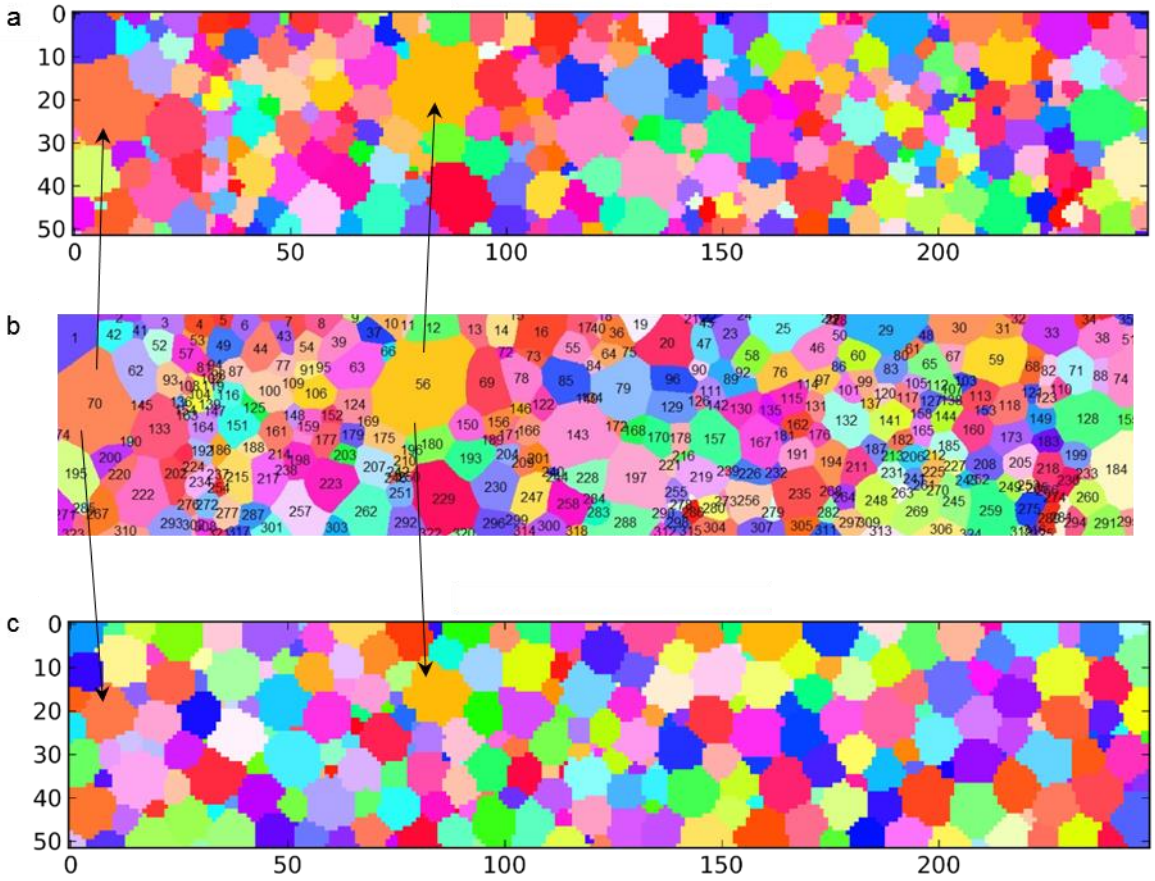


Figure 167 : (a) Image 3D étiquetée de la face supérieur de l'éprouvette (correspondant à la cartographie EBSD); (b) Cartographie EBSD établie avec un pas de 7 µm de l'éprouvette E2; (c) Image 3D étiquetée de la face inférieur de l'éprouvette; Les flèches indiquent les grains traversant.

Un maillage régulier en éléments-finis est créé à partir de la carte de données 3D étiquetée en définissant pour chaque voxel un élément-fini hexaédrique linéaire C3D8 (Figure 3). Les simulations ont été effectuées à l'aide du logiciel Abaqus. Le comportement de chaque grain est décrit par une loi de comportement élastique linéaire anisotrope respectant la symétrie cubique du matériau en tenant compte de son orientation cristalline définie par un triplet d'angles d'Euler. Les conditions aux limites suivantes ont été appliquées afin d'imposer à l'agrégat un état de contraintes macroscopique uniaxial selon la direction y (Figure 3): un déplacement uniforme selon la direction y est imposé sur les faces y=ymin et y=ymax, les autres faces étant libres de charge. Le module d'Young effectif est défini comme le rapport entre la contrainte axiale macroscopique et la déformation axiale macroscopique, calculées comme la moyenne volumique des contraintes et déformations axiales locales simulées (Figure 168).

UY nul sur face y = ymin

159000 nœuds (477000ddl)

UY = 24.8 µm sur face y = ymax

142428 éléments C3D8

LY = 24900 µm d'où Eyy ~ 9.9598e-4

Figure 168 : Paramètres du maillage et condition aux limites appliquées sur l'éprouvette E2.

ANNEXE VI : MESURE DU MODULE DE CISAILLEMENT DE LA MICROSTRUCTURE INDUSTRIELLE

5 éprouvettes de mesure de module de cisaillement ont été prélevées suivant les directions Lm, Rm et Tm. Sur la Figure 169, sont présentées les valeurs expérimentales de module de cisaillement. Il n'y a pas de différence significative de module de cisaillement moyen en fonction de la direction de prélèvement (46, 46 et 45 GPa en moyenne pour les éprouvettes prélevées suivant les directions Lm, Rm, et Tm respectivement). Cela est dû d'une part à la taille des éprouvettes. En effet, le volume de matière sollicité est 3 fois plus important que sur les éprouvettes de mesures de module d'Young. D'autre part, lors de la mesure, l'intégration des propriétés du matériau se fait suivant l'ensemble des directions perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. Comme nous l'avons montré sur les microstructures trempées, cette intégration limite l'effet de l'anisotropie du matériau sur les valeurs obtenues.

Selon la direction Tm, pour laquelle la dispersion est maximale, le module de cisaillement ne varie que de 44 à 47 GPa pour les éprouvettes Tm-G1 et Tm-G4 respectivement. Celles-ci sont les éprouvettes dans lesquelles les éprouvettes de mesure de module d'Young Tm-1 et Tm-10 ont été prélevées. En conséquence, la texture cristallographique de la phase β associée à ces éprouvettes semble être à l'origine de la différence de module de cisaillement observée.

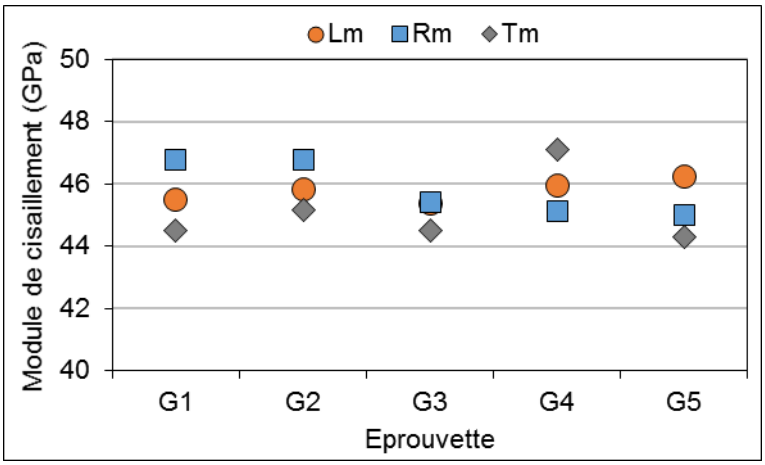


Figure 169 : Module de cisaillement des éprouvettes avec microstructure industrielle, prélevées suivant les directions "microstructures".

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

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

[**Aeby-gautier, 2011**] E. Aeby-Gautier, B. Denand, J. Teixeira, M. Dehmas, B. Appolaire, A. Settefrati
"*Influence of microstructure on tensile properties of beta-metastable Ti 17 alloy*",
12th World Conference on titanium, (2011)

[**Ahmed, 2015**] H. Ahmed, T. Li, G. Casillas, J.M. Cairney, D. Wexler, E. V. Pereloma
"*The evolution of microstructure and mechanical properties of Ti–5Al–5Mo–5V–2Cr–1Fe during ageing*",
Journal of Alloys and Compounds, 629, 260–273, (2015)

[**Akhtar, 1975**] A. Akhtar, E. Teghtsoonian
"*Prismatic slip in a-titanium single crystals*",
Metallurgical and Materials Transactions A, Springer-Verlag, 6(12), 2201–2208, (1975)

[**Appolaire, 2005**] B. Appolaire, L. Héricher, E. Aeby-Gautier
"*Modelling of phase transformation kinetics in Ti alloys – Isothermal treatments*",
Acta Materialia, 53(10), 3001–3011, (2005)

[**ASTM E-1876, 2000**]
"*Norme ASTM E-1876 : Standard test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear modulus, and Poisson's Ratio by impulse Excitation of Vibration*",
Annual book of ASTM Standard, (2000)

[**Azimzadeh, 1998**] S. Azimzadeh, H. Rack
"*Phase transformations in Ti-6.8 Mo-4.5 Fe-1.5 Al*",
Metallurgical and Materials Transactions A, 29(10), 2455–2467, (1998)

[**Bache, 1999**] M.R.Bache
"*Processing titanium alloys for optimum fatigue performance*",
International Journal of Fatigue, 21, 105–111, (1999)

[**Bache, 2001**] M.R.Bache, W.J. Evans
"*Impact of texture on mechanical properties in an advanced titanium alloy*",
Materials Science and Engineering: A, 319–321, 409–414, (2001)

[**Bache, 1998**] M.R.Bache, W.J. Evans, V. Randle, R.J. Wilson
"*Characterization of mechanical anisotropy in titanium alloys*",
Materials Science and Engineering: A, 257(1), 139–144, (1998)

[**Bache, 2001**] M.R.Bache, W.J. Evans, B. Suddell, F.R.M. Herrouin
"*The effects of texture in titanium alloys for engineering components under fatigue*",
International Journal of Fatigue, 23, 153–159, (2001)

[**Balachandran, 2016**] S. Balachandran, A. Kashiwar, A. Choudhury, D. Banerjee, R. Shi, Y. Wang
"*On variant distribution and coarsening behavior of the α phase in a metastable β titanium alloy*",
Acta Materialia, 106, 374–387, (2016)

[**Balasubramanian, 2002**] S. Balasubramanian, L. Anand
"*Plasticity of initially textured hexagonal polycrystals at high homologous temperatures: application to titanium*",
Acta Materialia, 50(1), 133–148, (2002)

[**Banerjee, 2013**] D. Banerjee, J.C. Williams
"*Perspectives on titanium science and technology*",
Acta Materialia, 61(3), 844–879, (2013)

[**Bania, 1994**] P. Bania
"*Beta titanium alloys and their role in the titanium industry*",
JOM, Springer-Verlag, 46(7), 16–19, (1994)

[**Bantounas, 2009**] I. Bantounas, D. Dye, T.C. Lindley
"*The effect of grain orientation on fracture morphology during high-cycle fatigue of Ti–6Al–4V*",
Acta Materialia, 57(12), 3584–3595, (2009)

[**Bantounas, 2007**] I. Bantounas, T.C. Lindley, D. Rugg, D. Dye
"*Effect of microtexture on fatigue cracking in Ti–6Al–4V*",
Acta Materialia, 55(16), 5655–5665, (2007)

[**Banumathy, 2010**] S. Banumathy, R.K. Mandal, A.K. Singh
"*Texture and anisotropy of a hot rolled Ti–16Nb alloy*",
Journal of Alloys and Compounds, 500(2), L26–L30, (2010)

[**Barkia, 2015**] B. Barkia, V. Doquet, J.P. Couzinié, I. Guillot, E. Héripré
"*In situ monitoring of the deformation mechanisms in titanium with different oxygen contents*",
Materials Science and Engineering A, Elsevier, 636, 91–102, (2015)

[**Baxter, 1996**] G.J. Baxter, W.M. Rainforth, L. Grabowski
"*TEM observations of fatigue damage accumulation at the surface of the near-α titanium alloy IMI 834*",
Acta Materialia, Pergamon, 44(9), 3453–3463, (1996)

[**Beranger, 1993**] A.S Beranger, X. Feaugas, M. Clavel
"*Low cycle fatigue behavior of an α + β titanium alloy: Ti6246*",
Materials Science and Engineering: A, 172(1–2), 31–41, (1993)

[**Besse, 2011**] M. Besse, P. Castany, T. Gloriant
"*Mechanisms of deformation in gum metal TNTZ-O and TNTZ titanium alloys: A comparative study on the oxygen influence*",
Acta Materialia, 59(15), 5982–5988, (2011)

[**Bhattacharyya, 2007**] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, H.L. Fraser
"*Crystallographic and morphological relationships between β phase and the Widmanstätten and allotriomorphic α phase at special β grain boundaries in an α/β titanium alloy*",
Acta Materialia, 55(20), 6765–6778, (2007)

[**Bhattacharyya, 2003**] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer, H.L. Fraser
"*The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy*",
Acta Materialia, 51(16), 4679–4691, (2003)

[**Bin, 2015**] T. Bin, X. Shao, L. Yi, H. Fengbo, K. Hongchao, L. Jinshan
"*Crystal Plasticity Finite Element Study of Incompatible Deformation Behavior in Two Phase Microstructure in Near β Titanium Alloy*",
Rare Metal Materials and Engineering, 44(3), 532–537, (2015)

[**Bönisch, 2015**] M. Bönisch, M. Calin, J. van Humbeeck, W. Skrotzki, J. Eckert
"*Factors influencing the elastic moduli, reversible strains and hysteresis loops in martensitic Ti-Nb alloys.*",
Materials science & engineering. C, Materials for biological applications, 48, 511–20, (2015)

[**Bornert, 2001**] M. Bornert, T. Bretheau, P. Gilormini
"*Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 1: Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*",
Hermès Sci, (2001)

[**Bowen, 1977**] A.W. Bowen
"*Strength enhancement in a metastable ?-titanium alloy: Ti-15Mo*",
Journal of Materials Science, 12(7), 1355–1360, (1977)

[**Boyer, 1996**] R.R. Boyer
"*An overview on the use of titanium in the aerospace industry*",
Materials Science and Engineering: A, 213(1–2), 103–114, (1996)

[**Boyer, 2005**] R.R. Boyer, R.D. Briggs
"*The Use of β Titanium Alloys in the Aerospace Industry*",
Journal of Materials Engineering and Performance, 14(6), 681–685, (2005)

[**Brandes, 1992**] E.A. Brandes, G.B. Brook
"*Smithells Metals Reference Book*",
Reed Educational and Professional Publishing, (1992)

[**Bridier, 2008**] F. Bridier, P. Villechaise, J. Mendez
"*Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales*",
Acta Materialia, 56(15), 3951–3962, (2008)

[**Bridier, 2005**] F. Bridier, P. Villechaise, J. Mendez
"*Analysis of the different slip systems activated by tension in a α/β titanium alloy in relation with local crystallographic orientation*",
Acta Materialia, 53(3), 555–567, (2005)

[**Bridier, 2006**] F. Bridier
"*Analyse expérimentale des modes de déformation et d'endommagement par fatigue à 20°C d'alliages de titane. Aspect cristallographiques à différentes échelles*",
Thèse de sciences des matériaux, Université de Poitiers, (2006)

[**Bridier, 2009**] F. Bridier, D.L. McDowell, P. Villechaise, J. Mendez
"*Crystal plasticity modeling of slip activity in Ti–6Al–4V under high cycle fatigue loading*",
International Journal of Plasticity, 25(6), 1066–1082, (2009)

[**Britton, 2010**] T.B. Britton, H. Liang, F.P.E. Dunne, A.J. Wilkinson
"*The effect of crystal orientation on the indentation response of commercially pure titanium: experiments and simulations*",
Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 466(2115), 695–719, (2010)

[**Buchheit, 2011**] T. Buchheit, C.C. Battaile, C.R. Weinberger, E.A. Holm
"*Multi-scale modeling of low-temperature deformation in b.c.c. metals*",
JOM, Springer US, 63(11), 33–36, (2011)

[**Bunge, 2014**] H.J. Bunge, C. Esling
"*Texture et anisotropie des matériaux*",
Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, M605-1, (2014)

[**Burgers, 1933**] W.G. Burgers
"*On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium*",
Physica, 1(7–12), 561–586, (1933)

[**Cai, 2013**] M. Cai, Y. Ren, L.E. Kay
"*<210> Texture in two cold-drawn beta Ti alloys*",
Scripta Materialia, 68(7), 518–521, (2013)

[**Castany, 2012**] P. Castany, M. Besse, T. Gloriant
"*In situ TEM study of dislocation slip in a metastable β titanium alloy*",
Scripta Materialia, Acta Materialia Inc., 66(6), 371–373, (2012)

[**Castany, 2008**] P. Castany, F. Pettinari-Sturmel, J. Douin, a. Coujou
"*In situ transmission electron microscopy deformation of the titanium alloy Ti–6Al–4V: Interface behaviour*",
Materials Science and Engineering: A, 483–484, 719–722, (2008)

[**Castany, 2011**] P. Castany, M. Besse, T. Gloriant
"*Dislocation mobility in gum metal β -titanium alloy studied via in situ transmission electron microscopy*",
Physical Review B, American Physical Society, 84(2), 20201, (2011)

[**Cayron, 2008**] C. Cayron
"*Importance of the α→β transformation in the variant selection mechanisms of thermomechanically processed titanium alloys*",
Scripta Materialia, 59(5), 570–573, (2008)

[**Chan, 1981**] K.S. Chan, C.C. Wojcik, D.A. Koss
"*Deformation of an alloy with a lamellar microstructure: experimental behavior of individual widmanstatten colonies of an α-β titanium alloy*",
Metallurgical Transactions A, Springer-Verlag, 12(11), 1899–1907, (1981)

[**Chan, 2010**] K.S. Chan,
"*Roles of microstructure in fatigue crack initiation*",
International Journal of Fatigue, 32(9), 1428–1447, (2010)

[**Chaves, 2015**] J.M. Chaves, O. Florêncio, P.S. Silva, P.W.B. Marques, C.R.M. Afonso
"*Influence of phase transformations on dynamical elastic modulus and anelasticity of beta Ti-Nb-Fe alloys for biomedical applications.*",
Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, 46, 184–96, (2015)

[**Chen, 2011**] W. Chen, C.J. Boehlert
"*Texture induced anisotropy in extruded Ti–6Al–4V–xB alloys*",
Materials Characterization, 62(3), 333–339, (2011)

[**Chen, 2016**] W. Chen, Y. Pan, M. Huang, Q. Sun, L. Xiao, J. Sun
"*MECHANICAL PROPERTIES AND DEFORMATION BEHAVIOR OF Ti-10V-2Fe-3Al MICROPILLARS CONTAINING -PRECIPITATES*",
Proceeding of of the 13th World Conference on Titanium, 1139–1142, (2016)

[**Chen, 2015**] W. Chen, J. Li, B. Tang, H. Kou, X. Xue, Y. Cui
"*Texture evolution and dynamic recrystallization in a beta titanium alloy during hot-rolling process*",
Journal of Alloys and Compounds, 618, 146–152, (2015)

[**Cherukuri, 2009**] B. Cherukuri, R. Srinivasan, S. Tamirisakandala, D. Miracle
"*The influence of trace boron addition on grain growth kinetics of the beta phase in the beta titanium alloy Ti–15Mo–2.6Nb–3Al–0.2Si*",
Scripta Materialia, 60(7), 496–499, (2009)

[**Chichili, 1998**] D.R. Chichili, K.T. Ramesh, K.J. Hemker
"*The high-strain-rate response of alpha-titanium: experiments, deformation mechanisms and modeling*",
Acta Materialia, 46(3), 1025–1043, (1998)

[**Clément, 2010**] N. Clément
"*Phase transformations and mechanical properties of the Ti-5553 β-metastable titanium alloy*",
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique de Louvain, (2010)

[**Coakley, 2016**] J. Coakley, K.M. Rahman, V.A. Vorontsov, M. Ohnuma, D. Dye
"*Effect of precipitation on mechanical properties in the β-Ti alloy Ti–24Nb–4Zr–8Sn*",
Materials Science and Engineering: A, 655, 399–407, (2016)

[**Coakley, 2015**] J. Coakley, V.A. Vorontsov, N.G. Jones, A. Radecka, P.A.J. Bagot, K.C. Littrell, R.K. Heenan, F. Hu, A.P. Magyar, D.C. Bell, D. Dye
"*Precipitation processes in the Beta-Titanium alloy Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr*",
Journal of Alloys and Compounds, 646, 946–953, (2015)

[**Cojocaru, 2013**] V.D. Cojocaru, D. Raducanu, T. Gloriant, D.M. Gordin, I. Cinca
"*Effects of cold-rolling deformation on texture evolution and mechanical properties of Ti–29Nb–9Ta–10Zr alloy*",
Materials Science and Engineering: A, 586, 1–10, (2013)

[**Cojocaru, 2014**] V.D. Cojocaru, D. Raducanu, D.M. Gordin, I. Cinca, I. Thibon, A. Caprarescu
"*Recrystallization temperature influence upon texture evolution of a SPD processed Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy*",
IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 63, 12151, (2014)

[**Conrad, 1967**] H. Conrad
"*Thermally activated deformation of a titanium below 0.4 TM*",
Canadian Journal of Physics, 45(2), 581–590, (1967)

[**Da Costa Teixeira, 2008**] J. Da Costa Teixeira, B. Appolaire, E. Aeby-Gautier, S. Denis, L. Héricher
"*Modeling of the phase transformations in near-β titanium alloys during the cooling after forging*",
Computational Materials Science, 42(2), 266–280, (2008)

[**Dang, 2016**] V. Dang
"*Etude numérique statistique des champs locaux de contraintes en surface de polycristaux cubiques et hexagonaux en élasticité*",
Thèse de Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, (2016)

[**Davies, 1938**] R.M. Davies
"*The frequency of longitudinal and torsional vibration of unloaded and loaded bars*",
Philosophical Magazine, 25(167), 364–386, (1938)

[**De Fontaine, 1970**] D. De Fontaine
"*Mechanical instabilities in the b.c.c. lattice and the beta to omega phase transformation*",
Acta Metallurgica, 18(2), 275–279, (1970)

[**Demiral, 2013**] D. Demiral, A. Roy, V. V. Silberschmidt
"*Indentation studies in b.c.c. crystals with enhanced model of strain-gradient crystal plasticity*",
Computational Materials Science, 79, 896–902, (2013)

[**Devaraj, 2012**] A. Devaraj, S. Nag, R. Srinivasan, R.E.A. Williams, S. Banerjee, R. Banerjee, H.L. Fraser
"*Experimental evidence of concurrent compositional and structural instabilities leading to ω precipitation in titanium–molybdenum alloys*",
Acta Materialia, 60(2), 596–609, (2012)

[**Duerig, 1982**] T.W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter, P. Fischer
"*Formation and reversion of stress induced martensite in Ti-10V-2Fe-3Al*",
Acta Metallurgica, 30(12), 2161–2172, (1982)

[**Duesbery, 1998**] T.W. Duesbery, V. Vitek
"*Plastic anisotropy in b.c.c. transition metals*",
Acta Materialia, 46(5), 1481–1492, (1998)

[**Duval, 2013**] T. Duval
"*Analyse multi-échelles des relations microstructures / propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane β-métastable.*",
Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, ENSMA, (2013)

[**Duval, 2011**] T. Duval, P. Villechaise, S. Andrieu
"*Mechanical properties and strain mechanisms analysis in Ti-5553 titanium alloys*",
TMS2011 SUPPLEMENTAL PROCEEDINGS, VOL 3: GENERAL PAPER SELECTIONS, 471–478, (2011)

[**Escale, 2012**] N. Escale
"*Etude par Microscopie Electronique en Transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane beta-métastables*",
Thèse de doctorat, Université de Toulouse, (2012)

[**Evans, 2005**] W.J. Evans, J. Jones, M. Whittaker
"*Texture effects under tension and torsion loading conditions in titanium alloys*",
International Journal of Fatigue, 27(10–12), 1244–1250, (2005)

[**Fan, 2013**] J.K. Fan, H.C. Kou, M.J. Lai, B. Tang, H. Chang, J.S. Li
"*Hot deformation mechanism and microstructure evolution of a new near β titanium alloy*",
Materials Science and Engineering: A, 584, 121–132, (2013)

[**Feaugas, 1997**] X. Feaugas, M. Clavel
"*CYCLIC DEFORMATION BEHAVIOUR OF AN α/β TITANIUM ALLOY—I. MICROMECHANISMS OF PLASTICITY UNDER VARIOUS LOADING PATHS*",
Acta Materialia, 45(7), 2685–2701, (1997)

[**Fedotov, 1964**] S.G. Fedotov, P.K. Belousov
"*Elastic constants of the system titanium-niobium*",
Fiz. Met .Metalloved, 17(5), 732–736, (1964)

[**Fischer-Cripps, 2000**] A. Fischer-Cripps
"*Nanoindention third edition*",
Factors Affecting Nanoindentation Test Data, Springer New York, (2000)

[**Fisher, 1970**] E.S. Fisher, D. Dever
"*The single crystal elastic moduli of beta-titanium and titanium-chromium alloys*",
Elsevier, (1970)

[**Fisher, 1964**] E.S. Fisher, C.J. Renken
"*Single-Crystal Elastic Moduli and the hcp → bcc Transformation in Ti, Zr, and Hf*",
Physical Review, 135, (1964)

[**Fizanne-Michel, 2014**] C. Fizanne-Michel, M. Cornen, P. Castany, I. Péron, T. Gloriant
"*Determination of hardness and elastic modulus inverse pole figures of a polycrystalline commercially pure titanium by coupling nanoindentation and EBSD techniques*",
Materials Science and Engineering: A, 613, 159–162, (2014)

[**Flowers, 1964**] J.W. Flowers, K.C. O'Brien, P.C. McEleney
"*Elastic constants of alpha-titanium single crystals at 25°C*",
Journal of the Less Common Metals, 7(5), 393–395, (1964)

[**Francois, 2001**] D. Francois, P. Gadaud
"*Essais mécaniques et lois de comportement, Chapitre III : Mesure des constantes d'élasticité*",
(2001)

[**Frank, 2009**] F. Montheillet
"*Métallurgie en mise en forme à chaud*",
Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, M3031, (2009)

[**Fréour, 2005**] S. Fréour, D. Gloaguen, M. François, A. Perronnet, R. Guillen
"*Estimation of Ti-17 beta-phase Single-Crystal Elasticity Constants using X-Ray Diffraction measurements and inverse scale transition modelling*",
Journal of Applied Crystallography, 38, 30–37, (2005)

[**Fréour, 2011**] S. Fréour, E. Lacoste, M. François, R. Guillén
"*Determining Ti-17 β-Phase Single-Crystal Elasticity Constants through X-Ray Diffraction and Inverse Scale Transition Model*",
Materials Science Forum, 681, 97–102, (2011)

[**Gadaud, 2009**] P. Gadaud, X. Milhet, S. Pautrot
"*Bulk and coated materials shear modulus determination by means of torsional resonant method*",
Materials Science and Engineering: A, 521–522, 303–306, (2009)

[**Gadaud, 2004**] P. Gadaud, S. Pautrot
"*Application of the dynamical flexural resonance technique to industrial materials characterisation*",
Materials Science and Engineering: A, 370(1–2), 422–426, (2004)

[**Gadaud, 2012**] P. Gadaud, S. Pautrot
"*Determination of Residual Stresses by Means of Dynamic Resonant Method*",
Solid State Phenomena, 184, 461–466, (2012)

[**Gahn, 1963**] J. Gahn
"*Hardening by spinodal decomposition*",
Acta Metallurgica, Pergamon, 11(12), 1275–1282, (1963)

[**Gerday, 2011**] A.F. Gerday, M. Ben Bettaieb, L. Duchêne, N. Clement, H. Diarra, A.M. Habraken
"*Material behavior of the hexagonal alpha phase of a titanium alloy identified from nanoindentation tests*",
European Journal of Mechanics - A/Solids, 30(3), 248–255, (2011)

[**Gerday, 2009**] A.F. Gerday, M. Ben Bettaieb, L. Duchêne, N. Clément, H. Diarra, a. M. Habraken
"*Interests and limitations of nanoindentation for bulk multiphase material identification: Application to the β phase of Ti-5553*",
Acta Materialia, 57(17), 5186–5195, (2009)

[**Germain, 2005**] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, M. Jahazi
"*Analysis of sharp microtexture heterogeneities in a bimodal IMI 834 billet*",
Acta Materialia, 53(13), 3535–3543, (2005)

[**Gey, 2002**] N. Gey, M. Humbert
"*Characterization of the variant selection occurring during the α→β→α phase transformations of a cold rolled titanium sheet*",
Acta Materialia, 50(2), 277–287, (2002)

[**Gil, 2000**] F.J. Gil, J.A. Planell
"*Behaviour of normal grain growth kinetics in single phase titanium and titanium alloys*",
Materials Science and Engineering: A, 283(1–2), 17–24, (2000)

[**Gloriant, 2006**] T. Gloriant, G. Texier, F. Prima, D. Laillé, D.-M. Gordin, I. Thibon, D. Ansel
"*Synthesis and Phase Transformations of Beta Metastable Ti-Based Alloys Containing Biocompatible Ta, Mo and*

Fe Beta-Stabilizer Elements",
Advanced Engineering Materials, 8(10), 961–965, (2006)

[**Grosdidier, 2000**] T. Grosdidier, M.J. Philippe
"*Deformation induced martensite and superelasticity in a β-metastable titanium alloy*",
Materials Science and Engineering: A, 291(1), 218–223, (2000)

[**Guéguen, 2011**] M. Guéguen, L. Signor, J. Dumoncel, P. Villechaise
"*Simulations 3D d'agrégats polycristallins reconstruits par approche type CAO*",
10e colloque national en calcul des structures, (2011)

[**Guillemot, 2000**] F. Guillemot
"*Etude métallurgique d'alliages de titane pour applications biomédicales*",
Thèse de doctorat, INSA Rennes, (2000)

[**Gurao, 2009**] N. Gurao, A. Ali A, S. Suwas
"*Study of texture evolution in metastable β-Ti alloy as a function of strain path and its effect on a transformation texture*",
Materials Science and Engineering: A, 504(1–2), 24–35, (2009)

[**Hanada, 1980**] S. Hanada, O. Izumi
"*The Decomposition of Metastable beta phase Titanium Alloys*",
Transactions of the Japan Institute of Metals, The Japan Institute of Metals, 21(4), 201–210, (1980)

[**Hatt, 1960**] B.A. Hatt, J.A. Roberts
"*The ω-phase in zirconium base alloys*",
Acta Metallurgica, 8(8), 575–584, (1960)

[**Hayama, 2014**] A. Hayama, J.F.S.C. Lopes, M.J. Gomes da Silva, H.F.G. Abreu, R. Caram
"*Crystallographic texture evolution in Ti–35Nb alloy deformed by cold rolling*",
Materials & Design, 60, 653–660, (2014)

[**Hayes, 1972**] M. Hayes
"*Connexions between the moduli for anistropic elastic materials*",
Journal of Elasticity, 2(2), 135–141, (1972)

[**He, 2014**] D. He, J. Zhu, S. Zaefferer, D. Raabe
"*Effect of retained beta layer on slip transmission in Ti–6Al–2Zr–1Mo–1V near alpha titanium alloy during tensile deformation at room temperature*",
Materials & Design, 56, 937–942, (2014)

[**Hémery, 2016**] S. Hémery, P. Villechaise, D. Mellier
"*ON THE ROLE OF THE BETA PHASE ON SLIP ACTIVITY IN Ti-6Al-4V SINGLE COLONIES*",
Proceeding of the 13th World Conference on Titanium, 1123–1128, (2016)

[**Herbig, 2011**] M. Herbig
"*3D Short Fatigue Crack Investigation in Beta Titanium Alloys using Phase and Diffraction Contrast Tomography*",
Thèse de doctorat, INSA Lyon, (2011)

[**Hermann, 2012**] R. Hermann, H. Hermann, M. Calin, B. Büchner, J. Eckert
"*Elastic constants of single crystalline β-Ti70Nb30*",
Scripta Materialia, 66(3–4), 198–201, (2012)

[**Hill, 1952**] R. Hill
"*The Elastic Behaviour of a Crystalline Aggregate*",
Proceedings of the Physical Society. Section A, 65(5), 349–354, (1952)

[**Holt, 1970**] D. Holt
"*Dislocation Cell Formation in Metals*",
Journal of Applied Physics, 41(8), 3197, (1970)

[**Huang, 2011**] J. Huang, Z. Wang, K. Xue
"*Cyclic deformation response and micromechanisms of Ti alloy Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–0.5Fe*",
Materials Science and Engineering: A, 528(29–30), 8723–8732, (2011)

[**Huang, 2011**] J. Huang, Z. Wang, J. Zhou
"*Cyclic Deformation Response of β-Annealed Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr Alloy Under Compressive Loading Conditions*",
Metallurgical and Materials Transactions A, 42(9), 2868–2880, (2011)

[**Hutson, 2014**] A. Hutson, S.K. Jha, W.J. Porter, J.M. Larsen
"*Activation of life-limiting fatigue damage mechanisms in Ti–6Al–2Sn–4Zr–6Mo*",
International Journal of Fatigue, 66, 1–10, (2014)

[**Ivasishin, 2008**] O.M. Ivasishin, P.E. Markovsky, Y.V. Matviychuk, S.L. Semiatin, C.H. Ward, S. Fox
"*A comparative study of the mechanical properties of high-strength β-titanium alloys*",
Journal of Alloys and Compounds, 457(1–2), 296–309, (2008)

[**Jeong, 2010**] H.W. Jeong, Y. Yoo, Y. Lee, J. Park
"*Elastic softening behavior of Ti–Nb single crystal near martensitic transformation temperature*",
Journal of Applied Physics, 108(6), (2010)

[**Jha, 2009**] S.K. Jha, J.M. Larsen, A.H. Rosenberger
"*Towards a physics-based description of fatigue variability behavior in probabilistic life-prediction*",
Engineering Fracture Mechanics, 76(5), 681–694, (2009)

[**Jha, 2003**] S.K. Jha, J.M. Larsen, A.H. Rosenberger, G.A. Hartman
"*Dual fatigue failure modes in Ti–6Al–2Sn–4Zr–6Mo and consequences on probabilistic life prediction*",
Scripta Materialia, 48(12), 1637–1642, (2003)

[**Jha, 2003**] S.K. Jha, K.S. Ravi Chandran
"*An unusual fatigue phenomenon: duality of the S–N fatigue curve in the β-titanium alloy Ti–10V–2Fe–3Al*",
Scripta Materialia, 48(8), 1207–1212, (2003)

[**Jha, 2015**] S.K. Jha, C.J. Szczepanski, R. John, J.M. Larsen
"*Deformation heterogeneities and their role in life-limiting fatigue failures in a two-phase titanium alloy*",
Acta Materialia, 82, 378–395, (2015)

[**Jha, 2016**] S.K. Jha, A. Pilchak, C. Szczepanski, V. Sinha, R. John, J. Larsen
"*PROBABILITY OF LIFE-LIMITING FATIGUE FAILURES IN TITANIUM ALLOYS*",
Proceeding of of the 13th World Conference on Titanium, 1581–1586, (2016)

[**Jones, 2009**] N.G. Jones, R.J. Dashwood, M. Jackson, D. Dye
"*B Phase decomposition in Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr*",
Acta Materialia, Acta Materialia Inc., 57(13), 3830–3839, (2009)

[**Kattner, 1992**] U. Kattner, J.-C. Lin, Y.A. Chang
"*Thermodynamic Assessment and Calculation of the Ti-Al System*",
Metallurgical Transactions A, Springer-Verlag, 23(8), 2081–2090, (1992)

[**Kim, 2002**] H. Kim
"*Line-focus acoustic microscopy of Ti-6242 α/β single colony: determination of elastic constants*",
AIP Conference Proceedings, 615(2002), 1118–1125, (2002)

[**Kim, 2002**] H. Kim, M. Hagiwara, Y. Kawabe, S.S. Kim
"*Internal crack initiation in high cycle fatigued Ti–15V–3Cr–3Al–3Sn alloys*",
Materials Science and Engineering: A, 334(1), 73–78, (2002)

[**Kou, 2014**] H. Kou, Y. Chen, B. Tang, Y. Cui, F. Sun, J. Li, X. Xue
"*An experimental study on the mechanism of texture evolution during hot-rolling process in α β titanium alloy*",
Journal of Alloys and Compounds, 603, 23–27, (2014)

[**Koul, 1970**] M. Koul, J. Breedis
"*Phase transformations in beta isomorphous titanium alloys*",
Acta Metallurgica, 18(6), 579–588, (1970)

[**Lagattu, 2006**] F. Lagattu, F. Bridier, P. Villechaise, J. Brillaud
"*In-plane strain measurements on a microscopic scale by coupling digital image correlation and an in situ SEM technique*",
Materials Characterization, 56(1), 10–18, (2006)

[**Langmayr, 1994**] F. Langmayr, P. Fratzl, G. Vogl, W. Miekeley
"*Crossover from ω-phase to α-phase precipitation in bcc Ti-Mo*",
Physical Review B, (1994)

[**Le Biavant, 2002**] K. Le Biavant, S. Pommier, C. Prioul
"*Local texture and fatigue crack initiation in a Ti-6Al-4V titanium alloy*",
Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 25(6), 527–545, (2002)

[**Lee, 2012**] T. Lee, M. Todai, M. Tane, K. Hagihara, H. Nakajima, T. Nakano
"*Biocompatible low Young's modulus achieved by strong crystallographic elastic anisotropy in Ti–15Mo–5Zr–3Al alloy single crystal*",
Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 14, 48–54, (2012)

[**Lesloult, 2012**] G. Lesloult
"*Solidification - Cristallisation et microstructures*",
Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, M58, (2012)

[**Li, 2013**] C. Li, D.E. Mason, T.R. Bieler, C.J. Boehlert, M.A. Crimp
"*Methodology for estimating the critical resolved shear stress ratios of α-phase Ti using EBSD-based trace analysis*",
Acta Materialia, 61(20), 7555–7567, (2013)

[**Li, 2014**] C. Li, P. Yang, A. Sha, M. Yan
"*INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURE AND TEXTURE OF beta PHASE IN A FORGED TC18 TITANIUM ALLOY BAR*",
ACTA METALLURGICA SINICA, 50(6), 707–714, (2014)

[**Li, 2015**] C. Li, D. Kent, G. Sha, M.S. Dargusch, J.M. Cairney
"*The mechanism of ω-assisted α phase formation in near β-Ti alloys*",
Scripta Materialia, 104, 75–78, (2015)

[**Lok, 2014**] S. Lok, J.M. Paul, V. Upendranath
"*Prescience Life of Landing Gear Using Multiaxial Fatigue Numerical Analysis*",
Procedia Engineering, 86, 775–779, (2014)

[**Lonardelli, 2007**] I. Lonardelli, N. Gey, H.-R. Wenk, M. Humbert, S.C. Vogel, L. Lutterotti
"*In situ observation of texture evolution during α→β and β→α phase transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction*",
Acta Materialia, 55(17), 5718–5727, (2007)

[**Lowrie, 1967**] R. Lowrie, A.M. Gonas
"*Single-Crystal Elastic Properties of Tungsten from 24° to 1800°C*",
Journal of Applied Physics, 38(11), 4505, (1967)

[**Lu, 2014**] J. Lu, P. Ge, Y. Zhao
"*Recent Development of Effect Mechanism of Alloying Elements in Titanium Alloy Design*",
Rare Metal Materials and Engineering, 43(4), 775–779, (2014)

[**Luquiau, 1997**] D. Luquiau, X. Feaugas, M. Clavel
"*Cyclic softening of the Ti-10V-2Fe-3A1 titanium alloy*",
Materials Science and Engineering A, 224(1–2), 146–156, (1997)

[**Lütjering, 1998**] G. Lütjering
"*Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α+β) titanium alloys*",
Materials Science and Engineering: A, 243(1–2), 32–45, (1998)

[**Lutjering, 2007**] G. Lütjering, J.C. Williams
"*Titanium Second Edition*",
Springer Science & Business Media, (2007)

[**Mahajan, 1982**] Y. Mahajan, H. Margolin
"*Low cycle fatigue behavior of Ti-6AI-2Sn-4Zr-6Mo: Part II. Cyclic deformation behavior and low cycle fatigue*",
Metallurgical Transactions A, 13(2), 269–274, (1982)

[**Manda, 2015**] P. Manda, U. Chakkingal, A.K. Singh
"*Microstructure, Texture and Mechanical Properties of hot Rolled Metastable β-Titanium Alloy Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr*",
Materials Today: Proceedings, 2(4–5), 1118–1126, (2015)

[**Mantri, 2015**] S. Mantri, D. Choudhuri, A. Behera, J.D. Cotton, N. Kumar, R. Banerjee
"*Influence of Fine-Scale Alpha Precipitation on the Mechanical Properties of the Beta Titanium Alloy Beta-21S*",
Metallurgical and Materials Transactions A, 46(7), 2803–2808, (2015)

[**Markovsky, 2013**] P. Markovsky, Y.V. Matviychuk, V.I. Bondarchuk
"*Influence of grain size and crystallographic texture on mechanical behavior of TIMETAL-LCB in metastable β-condition*",
Materials Science and Engineering: A, Elsevier, 559, 782–789, (2013)

[**Martin, 2012**] G. Martin
"*Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane bêta-métastable Ti5553 et Ti17*",
Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2012)

[**Matsumoto, 2008**] H. Matsumoto, A. Chiba, S. Hanada
"*Anisotropy of Young's modulus and tensile properties in cold rolled α′ martensite Ti–V–Sn alloys*",
Materials Science and Engineering: A, 486(1–2), 503–510, (2008)

[**Mazot, 1992**] P. Mazot, J. Defouquet
"*Elastic-constants determination of nickel-base superalloy from room temperature up to 1100 °C by dynamic method*",
Memoires et études scientifiques de la revue de la metallurgie, 89(3), 165–170, (1992)

[**Meng, 2014**] Q. Meng, S. Guo, X. Ren, H. Xu, X. Zhao
"*Possible contribution of low shear modulus C44 to the low Young's modulus of Ti-36Nb-5Zr alloy*",
Applied Physics Letters, 105(13), 131907, (2014)

[**Merson, 2008**] E. Merson, R. Brydson, A. Brown
"*The effect of crystallographic orientation on the mechanical properties of titanium*",
Journal of Physics: Conference Series, 126(1), 12020, (2008)

[**Miyano, 2006**] N. Miyano, T. Norimura, T. Inaba, K. Ameyama
"*Reasons for Formation of Triangular α Precipitates in Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al β Titanium Alloy*",
MATERIALS TRANSACTIONS, 47(2), 341–347, (2006)

[**Morinaga, 1992**] M. Morinaga, M. Kato, T. Kamimura, M. Fukumoto, I. Harada, K. Kubo
"*Theoretical design of beta-type titanium alloys*",
Titanium'92: Science and technology, 217–224, (1992)

[**Nag, 2009**] S. Nag, R. Banerjee, R. Srinivasan, J.Y. Hwang, M. Harper, H.L. Fraser
"*Ω-Assisted nucleation and growth of α precipitates in the Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr–0.5Fe β titanium alloy*",
Acta Materialia, 57(7), 2136–2147, (2009)

[**Nag, 2012**] S. Nag, Y. Zheng, R.E.A. Williams, A. Devaraj, A. Boyne, Y. Wang, P.C. Collins, G.B. Viswanathan, J.S. Tiley, B.C. Muddle, R. Banerjee, H.L. Fraser
"*Non-classical homogeneous precipitation mediated by compositional fluctuations in titanium alloys*",
Acta Materialia, 60(18), 6247–6256, (2012)

[**Naka, 1991**] S. Naka, L.P. Kubin, C. Perrier
"*The plasticity of titanium at low and medium temperatures*",
Philosophical Magazine A, 63(5), 1035–1043, (1991)

[**Naka, 1988**] S. Naka, A. Lasalmonie, P. Costa, L.P. Kubin
"*The low-temperature plastic deformation of α-titanium and the core structure of α-type screw dislocations*",
Philosophical Magazine A, 57(5), 717–740, (1988)

[**Neal, 1976**] D. Neal, P.A. Blenkinsop
"*Internal fatigue origins in α-β titanium alloys*",
Acta Metallurgica, 24(1), 59–63, (1976)

[**Ng, 2011**] H. Ng, A. Devaraj, S. Nag, C.J. Bettles, M. Gibson, H.L. Fraser, B.C. Muddle, R. Banerjee
"*Phase separation and formation of omega phase in the beta matrix of a Ti–V–Cu alloy*",
Acta Materialia, 59(8), 2981–2991, (2011)

[**Ng, 2010**] H. Ng, E. Douguet, C.J. Bettles, B.C. Muddle
"*Age-hardening behaviour of two metastable beta-titanium alloys*",
Materials Science and Engineering: A, 527(26), 7017–7026, (2010)

[**Obasi, 2013**] G. Obasi, J.Q. da Fonseca, D. Rugg, M. Preuss
"*The effect of β grain coarsening on variant selection and texture evolution in a near-β Ti alloy*",
Materials Science and Engineering: A, 576, 272–279, (2013)

[**Ogi, 2004**] H. Ogi, S. Kai, H. Ledbetter, R. Tarumi, M. Hirao, K. Takashima
"*Titanium's high-temperature elastic constants through the hcp-bcc phase transformation*",
Acta Materialia, 52(7), 2075–2080, (2004)

[**Petry, 1991**] W. Petry, A. Heiming, J. Trampenau, M. Alba, C. Herzig, H. Schober, G. Vogl
"*Phonon dispersion of the bcc phase of group-IV metals. I. bcc titanium*",
Physical Review B, 43(13), 10933–10947, (1991)

[**Premkumar, 2012**] M. Premkumar, V.S. Himabindu, S. Banumathy, A. Bhattacharjee, A.K. Singh
"*Effect of mode of deformation by rolling on texture evolution and yield locus anisotropy in a multifunctional β titanium alloy*",
Materials Science and Engineering: A, 552, 15–23, (2012)

[**Prima, 2000**] F. Prima
"*Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane β -métastable*",
Thèse de doctorat, INSA Rennes, (2000)

[**Prima, 2006**] F. Prima, P. Vermaut, G. Texier, D. Ansel, T. Gloriant
"*Evidence of α-nanophase heterogeneous nucleation from ω particles in a β-metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy*",
Scripta materialia, 54(4), 645–648, (2006)

[**Qin, 2013**] D. Qin, Y. Lu, D. Guo, L. Zheng, Q. Liu, L. Zhou
"*Tensile deformation and fracture of Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1.5Zr–0.5Fe alloy at room temperature*",
Materials Science and Engineering: A, 587, 100–109, (2013)

[**Qin, 2012**] D. Qin, Y. Lu, K. Zhang, Q. Liu, L. Zhou
"*X-ray photoelectron spectroscopy characterization of the ω phase in water quenched Ti-5553 alloy*",
Materials Characterization, 73, 77–80, (2012)

[**Raabe, 2003**] D. Raabe
"*Overview on basic types of hot rolling textures of steels*",
STEEL RESEARCH INTERNATIONAL, 74(5), 327–337, (2003)

[**Raabe, 1992**] D. Raabe, K. Lücke
"*Annealing textures of BCC metals*",
Scripta Metallurgica et Materialia, 27(11), 1533–1538, (1992)

[**Raghunathan, 2010**] S. Raghunathan, R.J. Talling, D. Dye
"*Micromechanics, microstrains, and modelling of alpha, alpha–beta, and metastable beta Ti alloys*",
The Journal of Strain Analysis for Engineering Design, 45(5), 337–350, (2010)

[**Randle, 2000**] V. Randle, O. Engler
"*Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping*",
CRC press, (2000)

[**Ravi Chandran, 2010**] K. Ravi Chandran, P. Chang, G.T. Cashman
"*Competing failure modes and complex S–N curves in fatigue of structural materials*",
International Journal of Fatigue, 32(3), 482–491, (2010)

[**Ravi Chandran, 2005**] K. Ravi Chandran, S.K. Jha
"*Duality of the S–N fatigue curve caused by competing failure modes in a titanium alloy and the role of Poisson defect statistics*",
Acta Materialia, 53(7), 1867–1881, (2005)

[**Reid, 1973**] C. Reid
"*Elastic constants of Ti[Single Bond]40 at.% Nb at 298 °K*",
Journal of Applied Physics, 44(3), 1398, (1973)

[**Rhodes, 1975**] C. Rhodes, J.C. Williams
"*The precipitation of α-phase in metastable β phase Ti alloys*",
Metallurgical Transactions A, Springer-Verlag, 6(11), 2103–2114, (1975)

[**Sakai, 1974**] T. Sakai, M.E. Fine
"*Failure of Schmid's law in Ti-Al alloys for prismatic slip*",
Scripta Metallurgica, 8(5), 541–544, (1974)

[**Sanchette, 1999**] F. Sanchette, S. Sanchette, A. Billard, J. Lepage, M. Nivoit, C. Frantz
"*Determination by a vibratory method of Young's modulus of Al-TM-(N) (TM = Cr, Ti) coatings sputter deposited on steel substrates*",
Revue de metallurgue-cahiers d'informations techniques, 96(2), 259–267, (1999)

[**Sanchez, 1975**] J. Sanchez, D. de Fontaine
"*Model for Anomalous Self-Diffusion in Group- IV B Transition Metals*",
Physical Review Letters, American Physical Society, 35(4), 227–230, (1975)

[**Sander, 2008**] B. Sander, D. Raabe
"*Texture inhomogeneity in a Ti–Nb-based β-titanium alloy after warm rolling and recrystallization*",
Materials Science and Engineering: A, 479(1–2), 236–247, (2008)

[**Santhosh, 2015**] R. Santhosh, M. Geetha, V.K. Saxena, M. Nageswara Rao
"*Effect of duplex aging on microstructure and mechanical behavior of beta titanium alloy Ti–15V–3Cr–3Al–3Sn under unidirectional and cyclic loading conditions*",
International Journal of Fatigue, 73, 88–97, (2015)

[**Santhosh, 2014**] R. Santhosh, M. Geetha, V.K. Saxena, M. Nageswararao
"*Studies on single and duplex aging of metastable beta titanium alloy Ti–15V–3Cr–3Al–3Sn*",
Journal of Alloys and Compounds, 605, 222–229, (2014)

[**Sarsfield, 2007**] H. Sarsfield, L. Wang, N. Petrinic
"*An experimental investigation of rate-dependent deformation and failure of three titanium alloys*",
Journal of Materials Science, 42(13), 5085–5093, (2007)

[**Savage, 2004**] J. Tatalovich, M.J. Mills
"*Anisotropy in the room-temperature deformation of α – β colonies in titanium alloys: role of the α – β interface*",
Philosophical Magazine, 84(11), 1127–1154, (2004)

[**Savage, 2001**] M. Savage, J. Tatalovich, M. Zupan, K.. Hemker, M.. Mills
"*Deformation mechanisms and microtensile behavior of single colony Ti–6242Si*",
Materials Science and Engineering: A, 319, 398–403, (2001)

[**Schick, 2000**] A. Schick, C.-P. Fritzen, W. Floer, Y.M.H.U. Krupp, H.-J. Christ
"*Stress Concentrations At Grain Boundaries Due To Anisotropic Elastic Material Behavior*",
WIT Transactions on Engineering Sciences, 26, (2000)

[**Schmid, 1934**] E. Schmid, W. Boas, F.I.G. Rawlins
"*Kristallplastizität*",
The Journal of Physical Chemistry, 39(9), 1248–1248, (1934)

[**Seraphin, 1965**] L. Seraphin,
"*Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques*",
Mémoires Scientifiques de la revue de métallurgie, 62(4), 291, (1965)

[**Settefrati, 2012**] A. Settefrati,
"*Étude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de α dans les alliages de titane β - métastable*",
Thèse de doctorat, Université de Lorraine, (2012)

[**Shekhar, 2015**] S. Shekhar, R. Sarkar, S.K. Kar, A. Bhattacharjee
"*Effect of solution treatment and aging on microstructure and tensile properties of high strength β titanium alloy, Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr*",
Materials & Design, 66, 596–610, (2015)

[**Signor, 2014**] L. Signor, E. Lacoste, P. Villechaise, T. Ghidossi, S. Courtin
"*Plastic Slip and Early Stage of Fatigue Damage in Polycrystals: Comparison between Experiments and Crystal Plasticity Finite Elements Simulations*",
Advanced Materials Research, 891–892, 1711–1716, (2014)

[**Silcock, 1958**] J. Silcock
"*An X-ray examination of the to phase in TiV, TiMo and TiCr alloys*",
Acta Metallurgica, 6(7), 481–493, (1958)

[**Simmons, 1971**] G. Simmons, H. Wang
"*Single crystal elastic constants and calculated aggregate properties*",
Mass., M.I.t. Press, (1971)

[**Sinha, 2006**] V. Sinha, M.J. Mills, J.C. Williams, J.E. Spowart
"*Observations on the faceted initiation site in the dwell-fatigue tested ti-6242 alloy: Crystallographic orientation and size effects*",
Metallurgical and Materials Transactions A, 37(5), 1507–1518, (2006)

[**Spinner, 1958**] S. Spinner, R.C. Valore
"*Comparison of theoretical and empirical relations between the shear modulus and torsional resonance frequencies for bars of rectangular cross section*",
Journal of Research of the National Bureau of Standards, 60(5), 459, (1958)

[**St-Pierre, 2008**] L. St-Pierre, E. Héripré, M. Dexet, J. Crépin, G. Bertolino, N. Bilger
"*3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis*",
International Journal of Plasticity, 24(9), 1516–1532, (2008)

[**Stanford, 2005**] N. Stanford, P.S. Bate
"*Crystallographic variant selection in Ti-6Al-4V*",
Acta Materialia, 53(3), 859–867, (2005)

[**Suri, 1999**] S. Suri, G.B. Viswanathan, T. Neeraj, D.-H. Hou, M.J. Mills
"*Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α/β titanium alloy*",
Acta Materialia, 47(3), 1019–1034, (1999)

[**Tane, 2010**] M. Tane, S. Akita, T. Nakano, K. Hagihara, Y. Umakoshi, M. Niinomi, H. Mori, H. Nakajima
"*Low Young's modulus of Ti–Nb–Ta–Zr alloys caused by softening in shear moduli c′ and c44 near lower limit of body-centered cubic phase stability*",
Acta Materialia, 58(20), 6790–6798, (2010)

[**Tane, 2008**] M. Tane, S. Akita, T. Nakano, K. Hagihara, Y. Umakoshi, M. Niinomi, H. Nakajima
"*Peculiar elastic behavior of Ti–Nb–Ta–Zr single crystals*",
Acta Materialia, 56(12), 2856–2863, (2008)

[**Tane, 2013**] M. Tane, Y. Okuda, Y. Todaka, H. Ogi, A. Nagakubo
"*Elastic properties of single-crystalline ω phase in titanium*",
Acta Materialia, PERGAMON-ELSEVIER SCIENCE LTD, THE BOULEVARD, LANGFORD LANE, KIDLINGTON, OXFORD OX5 1GB, ENGLAND, 61(20), 7543–7554, (2013)

[**Taylor, 1926**] G. Taylor, C.F. Elam
"*The Distortion of Iron Crystals*",
Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character, (1926)

[**Teixeira, 2007**] J. Teixeira, B. Appolaire, E. Aeby-Gautier, S. Denis, G. Cailletaud, N. Späth
"*Transformation kinetics and microstructures of Ti17 titanium alloy during continuous cooling*",
Materials Science and Engineering: A, 448(1–2), 135–145, (2007)

[**Teter, 2001**] D. Teter, I.M. Robertson, H.K. Birnbaum
"*THE EFFECTS OF HYDROGEN ON THE DEFORMATION AND FRACTURE OF b -TITANIUM*",
Acta Materialia, 49(20), 4313–4323, (2001)

[**Trinite, 2007**] V. Trinite
"*Etude théorique des phases du titane*",
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, (2007)

[**Uta, 2009**] E. Uta, N. Gey, P. Bocher, M. Humbert, J. Gilgert
"*Texture heterogeneities in alphap/alphas titanium forging analysed by EBSD-Relation to fatigue crack propagation*",
Journal of Microscopy, 233(3), 451–459, (2009)

[**Veeck, 2004**] S. Veeck, D. Lee, R. Boyer, R. Briggs
"*The castability of ti-5553 alloy*",
Advanced Materials and Processes, 47–49, (2004)

[**Vigier, 1976**] G. Vigier, J. Merlin, P.F. Gobin
"*Evolution des propriétés mécaniques de l'alliage de titane βIII lors de la précipitation des phases α et ω*",
Materials Science and Engineering, 26(2), 283–288, (1976)

[**Vigier, 1974**] G. Vigier, J. Merlin, P.F. Gobin
"*Etude de l'alliage de titane β III par frottement interieur et variations de module*",
Scripta Metallurgica, 8(7), 843–849, (1974)

[**Vigier, 1976**] G. Vigier, J. Merlin, P.F. Gobin
"*Étude des cinétiques de formation des phases α et β dans l'alliage de titane βIII*",
Journal of the Less Common Metals, 46(1), 29–38, (1976)

[**Vigier, 1979**] G. Vigier, J. Merlin, P.. Gobin
"*Études des Phénomès élastiques et anélastiques associés à la précipitation des phases α et ω isothermique dans l'alliage de titane βIII*",
Materials Science and Engineering, Elsevier, 37(3), 207–212, (1979)

[**Vigier, 1975**] G. Vigier, J. Merlin, P. Gobin
"*STUDY OF DECOMPOSITION OF SOLID-SOLUTION IN BETA-III TITANIUM-ALLOY BY VARIATION OF ELASTICITY MODULES*",
MEMOIRES SCIENTIFIQUES DE LA REVUE DE METALLURGIE, 72(9), 677–684, (1975)

[**Villechaise, 2002**] P. Villechaise, L. Sabatier, J.C. Girard
"*On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy*",
Materials Science and Engineering: A, 323(1–2), 377–385, (2002)

[**Viswanath, 2015**] A. Viswanath, A. Kumar, T. Jayakumar, B. Purnachandra Rao
"*Ultrasonic Characterization of Microstructural Changes in Ti-10V-4.5Fe-1.5Al β-Titanium Alloy*",
Metallurgical and Materials Transactions A, 46(8), 3393–3405, (2015)

[**Von Thüngen, 2016**] I. Von Thüngen, P. Delaleau, P. Villechaise
"*DWELL FATIGUE OF A FULLY LAMELLAR Ti6242 ALLOY : DEFORMATION MECHANISMS AT DIFFERENT SCALES*",
Proceeding of of the 13th World Conference on Titanium, 949–954, (2016)

[**Wang, 2010**] L. Wang, W. Lu, J. Qin, F. Zhang, D. Zhang
"*The characterization of shape memory effect for low elastic modulus biomedical β-type titanium alloy*",
Materials Characterization, 61(5), 535–541, (2010)

[**Weiss, 1986**] I. Weiss, F.H. Froes, D. Eylon, G.E. Welsch
"*Modification of alpha morphology in Ti-6Al-4V by thermomechanical processing*",
Metallurgical Transactions A, 17(11), 1935–1947, (1986)

[**Weiss, 1998**] I. Weiss, S.L. Semiatin
"*Thermomechanical processing of beta titanium alloys—an overview*",
Materials Science and Engineering: A, 243(1–2), 46–65, (1998)

[**Weiss, 1999**] I. Weiss, S.L. Semiatin
"*Thermomechanical processing of alpha titanium alloys - an overview*",
Materials Science and Engineering: A, 263, 243–256, (1999)

[**Welsch, 1993**] G. Welsch, R. Boyer, E. Collings
"*Materials properties handbook: titanium alloys*",
ASM international, (1993)

[**Williams, 1968**] J. Williams, M.J. Blackburn
"*The identification of a Non-Basal slip vector in titanium and Titanium-Aluminum alloys*",
Physica Status Solidi (b), 25(1), K1–K3, (1968)

[**Williams, 1969**] J. Williams, M. Blackburn
"*THE INFLUENCE OF MISFIT ON THE MORPHOLOGY AND STABILITY OF THE OMEGA PHASE.*",
TITANIUM--TRANSITION METAL ALLOYS, (1969)

[**Williams, 1970**] J. Williams, B.S. Hickman, H.L. Marcus
"*The effect of omega phase on mechanical properties of titanium alloys*",
Metallurgical Transactions, 2(7), 1913–1919, (1970)

[**Wu, 1997**] Y. Wu, C.H. Koo
"*Effect of temperature on the anisotropic superplasticity of textured Ti-25Al-10Nb alloy*",
Scripta Materialia, 38(2), 267–271, (1997)

[**Yang, 2014**] Y. Yang, P. Castany, M. Cornen, I. Thibon, F. Prima, T. Gloriant
"*Texture investigation of the superelastic Ti-24Nb-4Zr-8Sn alloy*",
Journal of Alloys and Compounds, 591, 85–90, (2014)

[**Yilmazer, 2012**] H. Yilmazer, M. Niinomi, M. Nakai, J. Hieda, Y. Todaka, T. Akahori, T. Miyazaki
"*Heterogeneous structure and mechanical hardness of biomedical beta-type Ti–29Nb–13Ta–4.6Zr subjected to high-pressure torsion*",
Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 10, 235–245, (2012)

[**Zener, 1949**] C. Zener, S. Siegel
"*Elasticity and Anelasticity of Metals.*",
The Journal of Physical and Colloid Chemistry, 53(9), 1468–1468, (1949)

[**Zhang, 2010**] M. Zhang, F. Bridier, P. Villechaise, J. Mendez, D.L. McDowell
"*Simulation of slip band evolution in duplex Ti–6Al–4V*",
Acta Materialia, 58(3), 1087–1096, (2010)

[**Zhang, 2015**] W. Zhang, Y. Liu, H. Wu, M. Song, T. Zhang, X. Lan, T. Yao
"*Elastic modulus of phases in Ti–Mo alloys*",
Materials Characterization, 106, 302–307, (2015)

[**Zhao, 2013**] Q. Zhao, G. Wu, W. Sha
"*Stress and Strain Distributions During Compressive Deformation of Titanium Alloy Affected by Microstructure*",
The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society, 65(1), 86–92, (2013)

Anisotropie de propriétés mécaniques d'origine morphologique et cristallographique de l'alliage de titane β-métastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr : influence sur la durabilité en fatigue

Résumé :

Les alliages de titane β-métastable sont largement utilisés dans l'industrie aéronautique pour leurs propriétés mécaniques élevées, leur faible densité et bonne résistance à la corrosion. Dans ces alliages, et contrairement aux alliages α ou α/β, environ 40 % de phase β sont retenus à température ambiante. Cette phase, à la structure cubique centrée, est connue pour présenter une anisotropie élastique élevée, qui influence significativement les mécanismes de déformation opérant à l'échelle de la microstructure. Les travaux de thèse détaillés dans ce manuscrit visent à mieux comprendre le lien entre la durabilité de l'alliage Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr sous sollicitations cycliques, un enjeu important pour les équipements aéronautiques, et l'anisotropie élastique de la phase β.

Ce point central a tout d'abord fait l'objet d'une étude dédiée, dans le but de permettre une description satisfaisante de l'élasticité cristalline de la phase β. Pour cela, et à l'aide de différentes microstructures modèles, la contribution de la phase α a pu être isolée. La caractérisation de la texture cristallographique associée à la mesure du module d'Young par méthode de résonance dynamique a permis de passer en revue les différents jeux de constantes d'élasticité de la phase β proposés dans la littérature et de conclure par le choix le plus adapté. Enfin, une prise en compte de la contribution liée à la précipitation α a permis de modéliser les propriétés du matériau dans l'état microstructural utilisé industriellement.

Les mécanismes de déformation plastique et d'endommagement actifs sous sollicitations monotones et cycliques ont ensuite été caractérisés en lien avec l'orientation cristallographique locale des deux phases. Cette étape a permis d'étudier l'influence de l'anisotropie élastique de la phase β sur le comportement mécanique ainsi que d'identifier les configurations microstructurales favorisant l'endommagement de cet alliage. Les conséquences sur la durabilité de l'alliage Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr sont finalement discutées.

Mots-clefs : Alliages de titane, fatigue, texture cristallographique, anisotropie élastique, plasticité, amorçage de fissures

Mechanical properties anisotropy of the β-metastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr alloy related to morphologic and crystallographic aspects: influence on the fatigue durability

Abstract :

β-metastable titanium alloys are widely used in the aerospace industry due to the combination of superior mechanical properties with a low density and a good corrosion resistance. In contrast with α or α/β alloys, 40 % of β phase are retained at room temperature in these alloys. This phase, with a body-centered cubic structure, is known to exhibit a high elastic anisotropy. A significant influence is expected on the deformation processes operating at the microstructure scale. The PhD work detailed in the present manuscript focuses on the relationship between durability of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr under cyclic loadings, which is a critical concern for aerospace components, and the elastic anisotropy of the β phase.

Elastic anisotropy was first studied in order to enable a proper description of crystalline elasticity in the the β phase. Different academic microstructures were designed to isolate the contribution of the α phase. A characterization of the crystallographic texture using the EBSD technique combined with estimation of Young's modulus using the dynamic resonance method enabled to review and criticize the elastic constants datasets available in the literature for the β phase. Finally, the contribution of the α precipitation was re-introduced in order to model the properties of the alloy with an industrially used microstructure.

The plastic deformation and damage processes operating under monotonic and cyclic loadings were then characterized by considering the local crystallographic orientation of both phases. This enabled to study the influence of elastic anisotropy on the mechanical behavior at multiple scales as well as to identify the microstructural arrangements favoring damage. The consequences on durability of the Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr alloy under fatigue loading are finally discussed.

Keywords : Titanium alloys, fatigue, crystallographic texture, elastic anisotropy, plasticity, crack initiation