HAL
open science

# Influence du vieillissement sur la résistance à la fissuration par fatigue à haute température d'alliages de titane pour mâts-réacteurs

Layla Sasaki

## To cite this version:

Layla Sasaki. Influence du vieillissement sur la résistance à la fissuration par fatigue à haute température d'alliages de titane pour mâts-réacteurs. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2018. Français. NNT : 2018ESMA0006 . tel-01971593

**HAL Id: tel-01971593**

**https://theses.hal.science/tel-01971593**

Submitted on 7 Jan 2019

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

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

# 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 :**

**SASAKI Layla Réda**

**********

# INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT SUR LA RESISTANCE A LA FISSURATION PAR FATIGUE A HAUTE TEMPERATURE D'ALLIAGES DE TITANE POUR MATS-REACTEURS

**********

**Directeur de thèse : HENAFF Gilbert**
**Co-encadrante : ARZAGHI Mandana**

**Soutenue le 27 septembre 2018**
**Devant la Commission d'Examen**

## JURY

| | | |
|---|---|---|
| Véronique Doquet | *Directrice de Recherche CNRS, Ecole Polytechnique, Palaiseau* | Rapporteur |
| Marc Thomas | *Dr. Ingénieur Chercheur, ONERA, Châtillon* | Rapporteur |
| Eric Andrieu | *Professeur des Universités, ENSIACET, Toulouse* | Examinateur |
| Romain Forestier | *Dr. Ingénieur, Eramet - Aubert & Duval, Pamiers* | Examinateur |
| Claude Archambeau | *Dr. Ingénieure, Airbus Operations SAS, Toulouse* | Examinateur |
| Patrick Villechaise | *Directeur de Recherche CNRS, Institut Pprime, Poitiers* | Examinateur |
| Gilbert Hénaff | *Professeur des Universités, ISAE-ENSMA, Poitiers* | Examinateur |
| Mandana Arzaghi | *Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Poitiers* | Examinateur |

*A Tatie Houaria,*

# Remerciements

En premier lieu, je souhaite adresser mes remerciements à Gilbert Henaff, Mandana Arzaghi et Patrick Villechaise pour leur accompagnement tout au long de ces années de thèse. Que ce soit au cours des réunions plénières DUSTI ou au quotidien, votre apport scientifique et votre bienveillance m'ont permis de grandir sur bien des aspects et de mener ce projet à bien. Je tiens à vous exprimer toute ma reconnaissance.

Mes pensées vont bien naturellement à mes compagnons de doctorat, du B08 et des bureaux alentours. Alice (ouaien), Nathan (NBA), Paul (Polito), Cyril (Cyrilou), Blanche, les moments que j'ai passé avec vous me sont très chers. La thèse est un moment de vie particulier et j'ai été très comblé de pouvoir vivre ces moments de ma vie avec vous. Tronçonner des éprouvettes sous le soleil des tropiques en salle polissage avec Alice est une expérience unique ! Sans compter les citations de South Park avec Nathan, les soirées politiques (parfois douteuses !) avec Paul et Cyril, les pronostics boxe/ufc/foot avec Polito, Cyril, Blanche & Co… Beaucoup de tranches de vies qui ne rentreraient pas dans cette page mais pour lesquels je vous suis très reconnaissant. J'éprouve pour vous, une amitié sincère.

Je n'oublie pas tous les doctorants du labo. François, ta bonne humeur et ton sens de l'humour (Ooohh ! Very Illegal… Les français veulent savoir), Nico, Adèle, Dr. Selim, Ravi, Giuseppe, Marina, Satoshi, Marco, Dr. Federico, Pierre, Sarah, Vincent, Aurélien, Emeline, Tomoki, Romain, Caroline, Cédric, Lucille, et tous ceux que j'ai pu croiser à Pprime… Merci pour ces années et ces moments partagés ensemble. Et puis mes aînés, Dr. Loïc Dimithe, Aude & Camille, Don Rotella, Gaelle & Harry, Julien S… Vous avez été des modèles pour moi, par vos conseils, votre accompagnement et notre amitié. Merci pour m'avoir guidé, mes Senpaï.

Je souhaite aussi remercier tous les personnels de l'Axe Endo. Brigitte, Karine, Francine, Eliane, merci pour votre sourire, votre support, c'est toujours un plaisir ! Et puis l'équipe technique qui m'a tant accompagné. Denis (le Magnifique) que j'ai tant imité ! Florence, qui m'a formé sur le MEB et bien des équipements, toujours présente et sur qui on peut compter. Damien, Guillaume, Florent, Médé, Maxime, Marc, Diouwel, Anne-Laure, David, Jacques, Laurent (merci pour toutes les éprouvettes !) également. Je n'oublie pas Jonathan, mon maître de stage à qui je dois aussi beaucoup. Samuel, Monsieur Titane, merci pour ton support pour les essais in-situ et les répétitions (et courage pour partager le bureau avec Azdaddy alias « Velodrome » !). J'associe l'ensemble des permanents, contractuels et enseignants-chercheurs du laboratoire à ces remerciements.

Enfin et par-dessus tout, merci à ma Famille. Ma mère, ma sœur, mon père, ma grand-mère, mon oncle, ma tante, Obaachan, Ojiichan. Vous m'avez donné la force et la protection pour me mener de l'enfant que j'étais venu du Japon, à l'homme que je suis aujourd'hui.

心から感謝しています - شكرا لكم

# Table des Matières

Introduction ..... 2

1. Etat de l'art ..... 6
   1.1. Généralités sur la métallurgie et la classification des alliages de titane ..... 6
   1.2. Obtention des microstructures caractéristiques des alliages de titane ..... 10
      1.2.1. Microstructure lamellaire et Widmanstätten ..... 10
      1.2.2. Microstructure bi-lamellaire ..... 13
      1.2.3. Microstructure équiaxe ..... 15
      1.2.4. Microstructure bimodale ..... 17
   1.3. Liens entre microstructure et résistance à la fissuration au sein des alliages de titane ..... 19
      1.3.1. Fissuration et unité microstructurale d'importance ..... 19
      1.3.2. Influence de la morphologie sur la résistance en fissuration ..... 22
      1.3.3. Paramètres connexes à la microstructure influençant la propagation de fissures ..... 26
   1.4. Mécanismes de rupture en pointe de fissure ..... 38
      1.4.1. Rupture transgranulaire et interaction avec les colonies de lamelles ..... 38
      1.4.2. Interfaces $\alpha/\beta$ et phase $\alpha_{GB}$ ..... 44
   1.5. Effets du vieillissement prolongé sur les alliages de titane ..... 46
      1.5.1. Précipitation de composés intermétalliques ..... 46
      1.5.2. Vieillissement : impact sur les propriétés mécaniques ..... 53
      1.5.3. Mécanismes d'endommagement en lien avec la précipitation ..... 64
   1.6. Conclusion du chapitre 1 ..... 67
   1.7. Bibliographie du chapitre 1 ..... 69

2. Matériaux et méthodes ..... 72
   2.1. Matériaux ..... 72
   2.2. Microstructures ..... 74
   2.3. Modes de prélèvement des éprouvettes ..... 77
   2.4. Présentation des essais ..... 78
      2.4.1. Fissuration ..... 78
      2.4.2. Comportement cyclique ..... 81
      2.4.3. Traction in-situ ..... 82
      2.4.4. Observations en EBSD ..... 83
      2.4.5. Microscope interférométrique ..... 84

3. Etat de réception : impact de la microstructure initiale sur les propriétés en comportement cyclique et fissuration ..... 86
3.1. Comportement cyclique ..... 86
3.1.1. Evolution de la déformation plastique ..... 86
3.1.2. Evolution des niveaux de contrainte ..... 89
3.2. Résultats en fissuration ..... 92
3.2.1. A température ambiante ..... 92
3.2.2. A haute température ..... 103
3.3. Bibliographie du chapitre 3 ..... 116

4. Impact du vieillissement sur les propriétés mécaniques en sollicitation cyclique ..... 118
4.1. Comportement cyclique ..... 118
4.1.1. Evolution de la déformation plastique ..... 118
4.1.2. Evolution des niveaux de contrainte ..... 123
4.2. Résultats en fissuration ..... 127
4.2.1. TA6V αβ ..... 127
4.2.2. TA6V β ..... 132
4.2.3. Ti6242 ..... 135
4.2.4. Ti17 ..... 140

5. Le cas de l'alliage Ti 17 ..... 149
5.1. Discussion autour des résultats obtenus en comportement cyclique ..... 149
5.2. Analyse du comportement en traction macroscopique ..... 157
5.3. Comportement en fissuration ..... 163
5.4. Analyse du comportement des interfaces phase α/matrice β ..... 171
5.4.1. Essais in-situ sur les conditions extrêmes : état de réception et état vieilli 10 000 h/450°C ..... 171
5.4.2. Examen fractographique des éprouvettes de traction in-situ ..... 183
5.5. Effet de la composante statique du chargement sur le comportement en fissuration ..... 201
5.5.1. Essais à rapports de charge R différents ..... 201
5.5.2. Décomposition des composantes cycliques et statiques dans l'avance globale ..... 205
5.5.3. Effet du vieillissement sur la composante statique appliqué au modèle de Ritchie, Knott et Rice (RKR) ..... 208
5.6. Approche globale : équivalences temps-température ..... 213
5.6.1. Analyse comparative ..... 213
5.6.2. Modélisation de l'évolution des valeurs de $K_{max}$ critiques ($K_{cr}$) ..... 217
5.6.3. Application à la chute de ductilité et de ténacité ..... 222

5.6.4. Application au vieillissement de l'alliage Ti 6242 ..... 225
5.7. Bibliographie du chapitre 5 ..... 230

Conclusion et Perspectives ..... 232

Annexes ..... 237

# Introduction

# Introduction

Les performances des moteurs en termes de propulsion, d'émissions de $CO_2$, $NO_x$ et d'émissions sonores sont des critères de premier ordre au regard des normes aéronautiques actuelles. La recherche de meilleurs résultats économiques et écologiques par la réduction de la consommation de carburant est particulièrement illustrée au sein du moteur LEAP-1A, commercialisé par CFM et équipant l'Airbus A320 NEO.

Dans cette optique, les motoristes travaillent sur l'amélioration du taux de dilution des réacteurs civils (rapport entre le flux d'air froid secondaire contournant le moteur et le flux d'air chaud primaire issu du moteur), qui est l'indicateur de performance utilisé. Ceci implique d'augmenter le flux d'air secondaire et par conséquent le diamètre du réacteur. A ces fins, les mât-réacteurs faisant la jonction entre l'aile et le moteur voient leur taille réduite et sont de ce fait soumis en service à des températures plus élevées. La description du mât de l'Airbus A350 est fournie sur la Figure 0. 1.

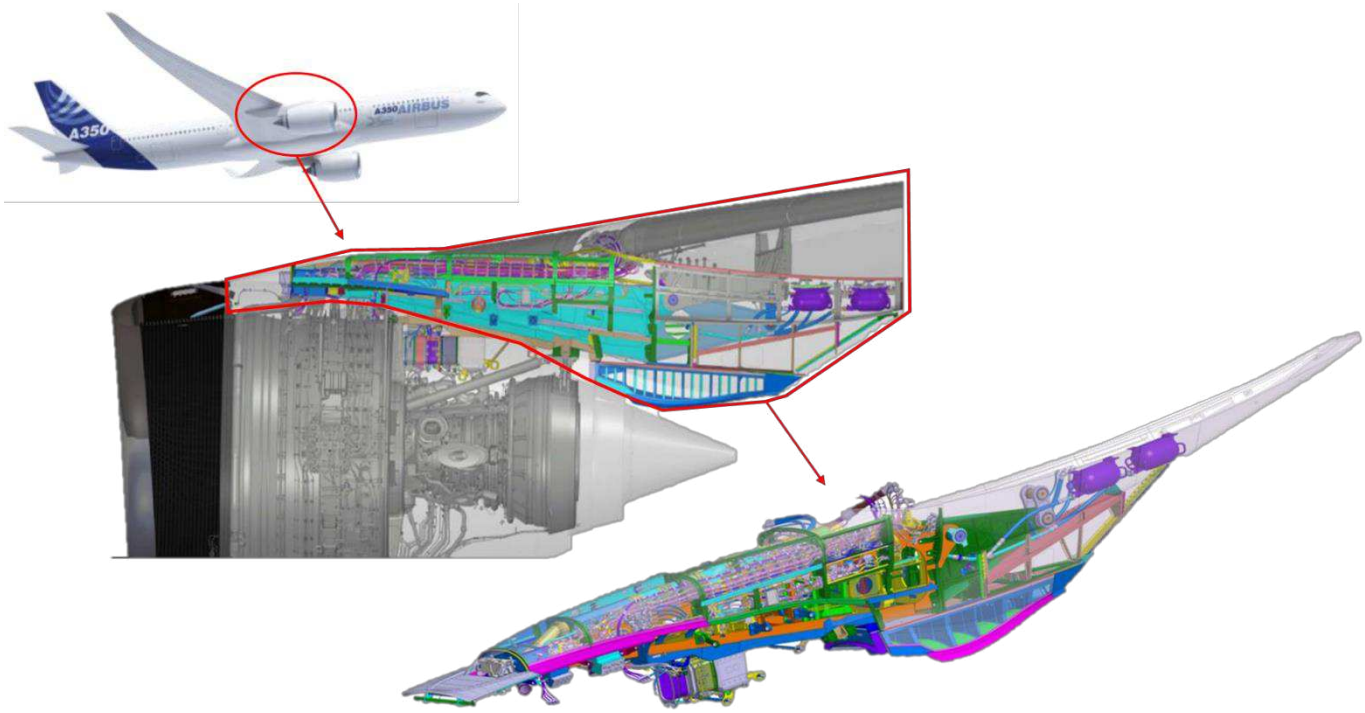



*Figure 0. 1: vue d'ensemble du mât réacteur équipé de l'A350 (crédit image: Airbus Operations S.A.S.)*

Les matériaux utilisés au sein des mâts réacteurs doivent ainsi combiner légèreté afin de minimiser le poids des structures et tenue mécanique, particulièrement du point de vue de la tolérance aux dommages, même à des températures avoisinant les 300°C. Les alliages de titane sont des matériaux de choix pour de telles applications de par leur faible masse volumique (autour de 4.5 g/cm$^3$), associée à de bonnes propriétés mécaniques pour des températures allant de 20°C à 400°C. Ces alliages de titane constituent des alternatives potentielles à l'usage de superalliages base nickel (dont la densité est nettement plus élevée, entre 7.7 et 9) dans cette gamme de températures.

Cependant, l'exposition répétée et prolongée en température durant le service de l'appareil soumet les alliages constitutifs du mât-réacteur à des problématiques de vieillissement thermique. Il convient donc de questionner la stabilité métallurgique et microstructurale des alliages de titane composant de telles pièces de structure, leur tenue en oxydation face à des sollicitations thermo-mécaniques accrues et le maintien des propriétés de tolérance aux dommages.

Pour apporter des éléments de réponse, Le projet Durabilité des Structures aéronautiques en alliage de TItane (DUSTI) a été entrepris. Le consortium constitué d'industriels parmi lesquels Airbus Group Innovations, Airbus Opérations SAS, Aubert et Duval et Liebherr Aerospace SAS, s'est joint à l'expertise de l'Institut Jean Lamour (IJL), l'Institut P' et du Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT) pour développer les différentes problématiques liées au projet, organisées suivant trois axes :

- L'influence de la microstructure initiale sur les évolutions microstructurales au cours du vieillissement dans les alliages de titane, sujet développé dans les travaux de thèse de Nicolas Maury menés l'IJL de Nancy.
- La caractérisation des mécanismes et cinétiques d'oxydation au sein des alliages de titane, en lien avec les paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques locales, axe développé dans les travaux de thèse de Charlotte Dupressoire au CIRIMAT de Toulouse.
- L'influence du vieillissement sur le comportement cyclique et la résistance à la fissuration par fatigue à haute température d'alliages de titane.

C'est ce dernier point qui fait l'objet des travaux présentés ici. Plus précisément, le travail suivant s'attache à décrire le comportement en fissuration par fatigue après vieillissement de trois alliages de titane fournis par Aubert et Duval : le TA6V, le Ti 6242 et le Ti 17.

La méthodologie développée dans le travail suivant vise dans un premier temps à détailler la phénoménologie des manifestations du vieillissement sur les propriétés mécaniques, puis à identifier les mécanismes d'action du vieillissement et les échelles auxquelles ils opèrent. Le mémoire présentant les résultats produits par cette démarche est ainsi organisé suivant cinq chapitres.

Dans le chapitre 1, avant d'aborder tout effet du vieillissement, une attention particulière sera portée à l'état de l'art sur l'obtention des microstructures initiales des alliages de titane et la façon dont elles conditionnent fortement les propriétés mécaniques en fissuration. Ce n'est qu'après avoir posé cette base que les effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques disponibles dans la littérature seront détaillés.

Le chapitre 2 détaillera les moyens expérimentaux, les techniques ainsi que la méthodologie mise en place afin de caractériser les propriétés mécaniques des matériaux du projet. La diversité des moyens de caractérisation utilisés y sera notamment mise en avant.

Le chapitre 3 s'inscrit dans le même schéma que l'état de l'art et s'attachera à distinguer les trois alliages de l'étude à l'état de réception, c'est-à-dire en l'absence d'effet du vieillissement, selon leurs différentes propriétés en comportement cyclique et fissuration par fatigue. Ces différences seront ensuite discutées, notamment au regard des modes de rupture développés pour chaque alliage et des différentes microstructures.

Une fois le comportement à l'état initial défini, les effets éventuels du vieillissement sur les matériaux seront détaillés dans le chapitre 4. Les éventuelles modifications dans le comportement mécanique et le mode d'endommagement liés au vieillissement seront rapprochés de manière systématique à un examen fractographique des surfaces de rupture.

A l'issue des étapes précédentes, le chapitre 5 se concentrera sur les conditions de vieillissement (alliage, température, durée) conduisant aux modifications les plus significatives dans le comportement en fissuration, avec une attention particulière portée sur l'alliage Ti 17 exposé à 450°C. Ce chapitre proposera une discussion ainsi qu'un approfondissement dans la compréhension des mécanismes suivant lesquels le vieillissement affecte le Ti 17. L'objectif sera alors de caractériser l'effet du vieillissement au moyen de différentes techniques qu'il s'agisse d'essais mécaniques ou de moyens d'observations. Le changement d'échelle opéré entre les essais macroscopiques (comportement cyclique, fissuration, traction) et les essais menés à un niveau plus fin au moyen d'essais de traction in-situ sous MEB feront l'objet d'un développement particulier. Ainsi, les liens établis entre les résultats de chaque moyen de caractérisation permettront de recouper les indices, afin de proposer et de discuter d'un scénario global de l'effet du vieillissement au sein du Ti 17. Dans un second temps, une part importante de la discussion sera accordée à l'analyse des équivalences temps-température et à la proposition d'un outil simplifié de modélisation de la dégradation des propriétés mécaniques suite au vieillissement.

Enfin, une synthèse sera proposée, mettant en lumière les principaux points à retenir à l'issue de ces travaux. Les perspectives de développements ultérieurs seront abordées, notamment en ce qui concerne l'alliage Ti 6242.

# Chapitre 1 : Etat de l'art

# 1. Etat de l'art

## 1.1. Généralités sur la métallurgie et la classification des alliages de titane

Le titane pur se présente suivant le domaine de température considéré, sous la forme de deux phases nommées α et β. Pour des températures inférieures à une température dite de transus $T_\beta$ estimée à 882°C pour le titane pur, la phase α de structure cristallographique hexagonale compacte est prédominante. Au-delà de $T_\beta$ et pour les hautes températures, une transformation allotropique conduit à la formation de la phase β de structure cristallographique cubique centrée, suivant la relation d'orientation dite de Burgers [1] détaillée sur Figure I. 1.

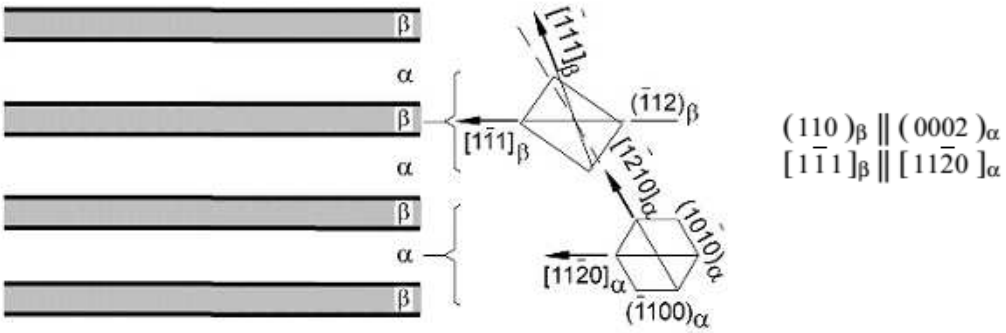



*Figure I. 1: relation d'orientation entre les phases α et β au sein des alliages de titane [1]*

Suivant les éléments d'addition, les alliages de titane formés retiennent à l'équilibre des proportions variées en phase α ou β. Ces éléments capables soit d'élargir le domaine de stabilité de la phase α en repoussant $T_\beta$ vers des températures plus élevées (éléments α-gènes ou α-stabilisants), soit d'abaisser le domaine d'existence à l'équilibre de la phase β (β-gènes ou β-stabilisants) sont détaillés sur la Figure I. 2 en précisant leur influence sur les diagrammes d'équilibre. Il est à préciser que si du point de vue des phases, l'étain et le zirconium sont classés comme neutres, ces éléments viennent renforcer la phase α de manière préférentielle [2].

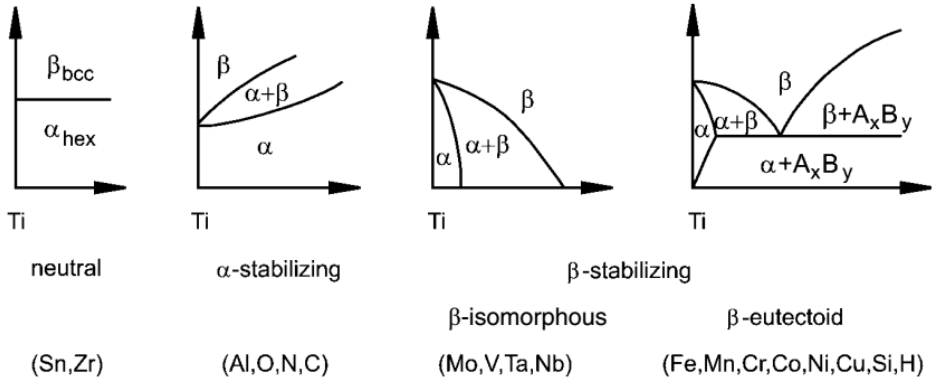



*Figure I. 2: détail des éléments α -gènes et β-gènes ainsi que leur impact sur les diagrammes d'équilibre [2]*

Des indicateurs appelés Al-équivalent et Mo-équivalent ont été développés afin de classifier les alliages suivant leur composition, comme suit (expressions en pourcentages massiques) [3,4] :

$Al_{eq.} = Al + 1/3 \times Sn + 1/6 \times Zr + 10 \times (O+N) < 9$ wt. %

$Mo_{eq.} = Mo + 0.67 \times V + 0.44 \times W + 0.28 \times Nb + 0.22 \times Ta + 2.9 \times Fe + 1.6 \times Cr - 1.0 \times Al$

L'indicateur Al-équivalent sert à évaluer de manière simplifiée l'effet des éléments venant stabiliser la phase α au sein de l'alliage concerné [1]. Le même principe est appliqué entre l'indicateur Mo-équivalent et la phase β. Dans les deux cas, ces indicateurs procurent un moyen de grouper les compositions complexes au sein d'un paramètre de stabilité de phase, unique et facilement interprétable [4]. Historiquement la valeur de l'indicateur Al-équivalent a été maintenue inférieure à 9% massiques afin d'éviter la formation de la phase intermétallique $Ti_3Al$, fragile et délétère vis-à-vis de ses propriétés mécaniques.

Commercialement, les alliages se distinguent avant tout suivant leur teneur en phases en présence et leurs spécificités face aux traitements thermo-mécaniques. En effet, la phase α hexagonale compacte ne dispose que de 3 systèmes de glissements contre 12 pour la phase β cubique centrée [2]. La phase α est par conséquent moins déformable que la phase β, ce qui se traduit par une réponse diminuée face au formage à froid des alliages riches en phase α comparé à ceux riches en phase β. Toutefois la compacité plus importante de la maille hexagonale (74%) comparée à la maille cubique centrée (68%) rend la diffusion des éléments d'ajouts moins aisée au sein de la phase α qu'au sein de la phase β. Les alliages riches en phase α malgré leur faible formabilité vis-à-vis des alliages enrichis en phase β, se distinguent par une résistance accrue face au fluage et à l'oxydation. On distingue alors principalement :

- Les alliages α : cette catégorie inclut les alliages commercialement purs classés suivant des grades correspondant à différentes teneurs en oxygène et en fer [5], et ceux contenant une fraction faible en phase β, entre 2 et 5% volumiques [1]
- Les alliages quasi-α : cette dénomination regroupe les alliages ayant une teneur inférieure à 10% volumique en phase β [1]. Cette classe est d'un grand intérêt pour les applications hautes température, car elle mêle à la fois la tenue au fluage des alliages α avec la résistance procurée par une fraction plus élevée de phase β [2]. Cette famille inclut l'alliage Ti6242S considéré dans ces travaux. Historiquement, le Ti 6242S a été développé dans les années 1970 par Timet puis RMI [2] pour des applications au sein des compresseurs haute pression des moteurs aéronautiques, à des températures de service allant jusqu'à 550°C [6]. Son coût relativement faible comparé à d'autres alliages commerciaux performants en température come le Ti-1100 ou le Timetal 834 le rend compétitif [6]. Le développement du Ti 6242S avec l'adjonction de 0.1% massiques de silicium a permis d'améliorer considérablement les propriétés en fluage du matériau et a marqué un tournant dans le développement des alliages résistants en température [2].

- Les alliages α+β : cette classe d'alliages présente naturellement un bon compromis entre les qualités des phases α et β, et permet l'obtention d'une large gamme de microstructures par différentes voies thermo-mécaniques. Il est ainsi possible d'optimiser les propriétés mécaniques aux applications demandées en s'appuyant sur les traitements thermiques adéquats. L'alliage Ti-6Al-4V ou TA6V est le représentant le plus emblématique de cette classe d'alliages, en figurant parmi les premiers alliages développés et de par l'étendue de son emploi dans le secteur aéronautique. Il est employé principalement pour des températures de service inférieures à 315°C [2,7], typiquement rencontrées au sein des aubes fan et disques des premiers étages des compresseurs, illustrés sur la Figure I. 3.a. Le développement du TA6V s'appuie principalement sur le système Titane-Vanadium, présenté sur Figure I. 3.b [7,8].

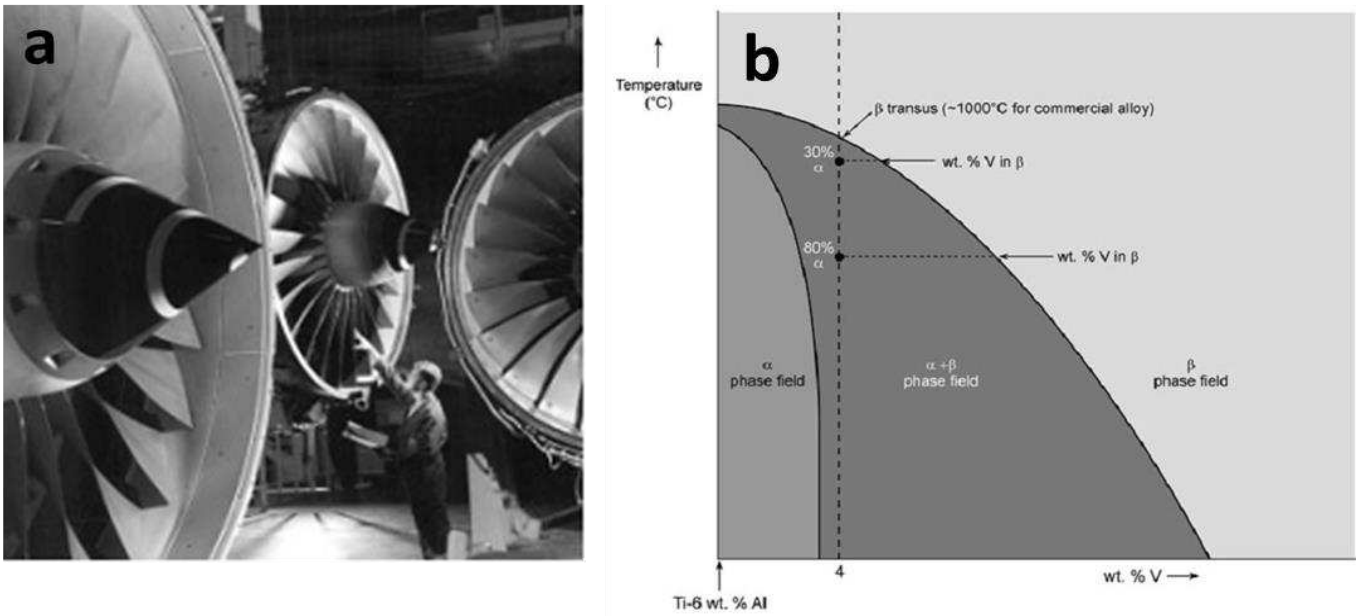



*Figure I. 3: a) aubes fan en TA6V [7], b) système Ti-V sur lequel s'appuie le TA6V [8]*

- Les alliages β: une définition commune consiste à définir un alliage β comme un composé suffisamment enrichi en éléments β-stabilisants pour éviter la transformation martensitique de la phase β à l'issue d'une trempe depuis le domaine β [4]. Cette dernière catégorie d'alliages fait l'objet d'un certain débat de classification. En effet, selon les définitions et valeurs de Mo-équivalent (Mo-eq.) considérés, plusieurs classes d'alliages se distinguent en termes de teneur et stabilité de la phase β retenue à l'issue d'une trempe, comme l'indique la Figure I. 4. Les alliages β sont mis à contribution dans des applications faisant intervenir une résistance accrue en traction ainsi que des propriétés améliorées en fatigue et ténacité. Le Ti 17 employé dans ces travaux est considéré comme un alliage quasi-β avec une valeur de Mo-eq. de 5.4% massiques [4]. Cet alliage a été développé par General Electric Aircraft Engines en 1968 pour être utilisé dans les premiers étages des compresseurs des moteurs GE90 équipant le Boeing 777 [9], afin d'augmenter la résistance en traction de 25% et la ténacité de 65 MPa x $m^{1/2}$ vis-à-vis du TA6V

[10]. Cependant sa température de service ne dépasse pas 400-450°C [10], température au-delà de laquelle la résistance au fluage de cet alliage n'est plus suffisante et où les alliages quasi-α sont préférés.

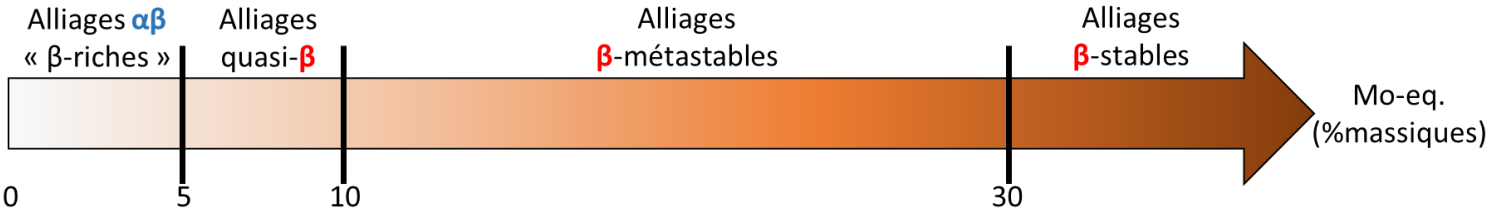



*Figure I. 4: classification des alliages en fonction de leur indicateur Molybdène-équivalent*

Le Tableau I. 1 regroupe les principaux alliages ayant atteint le stade commercial depuis leur développement, ainsi que les données d'importance du point de vue industriel [2]. Il est possible de constater que le Ti 17 est classé comme un alliage α+β dans ce tableau bien qu'il s'agisse suivant la définition proposée par Cotton [4] d'un alliage quasi-β, illustrant une nouvelle fois la controverse qu'il peut exister au sujet de la classification au sein des alliages β.

| Alloy | Chemical Composition [wt. %] | $T_\beta$ [°C] | Developer | Year | Hardness [HV] | E [GPa] | YS [MPa] | TS [MPa] | %El | $K_{Ic}$ [MPa m$^{1/2}$] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *α Titanium Alloys* | | | | | | | | | | |
| high purity Ti | 99.98 Ti | 882 | | | 100 | 100–145 | 140 | 235 | 50 | |
| Grade 1 | (cp-Ti: 0.2Fe, 0.18O) | 890 | miscellaneous | | 120 | | 170 –310 | >240 | 24 | |
| Grade 4 | (cp-Ti: 0.5Fe-0.40O) | 950 | miscellaneous | | 260 | 100–120 | 480–655 | >550 | 15 | |
| Grade 6 | (Ti-5Al-2.5Sn) | 1040 | miscellaneous | 1953 | 300 | 109 | 827 | 861 | 15 | 70 |
| *Near-α Titanium Alloys* | | | | | | | | | | |
| Ti-6-2-4-2-S | Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si | 995 | RMI, USA | 1970 | 340 | 114 | 990 | 1010 | 13 | 70 |
| TIMETAL 1100 | Ti-6Al-2.7Sn-4Zr-0.4Mo-0.4Si | 1010 | Timet, USA | 1988 | | 112 | 900–950 | 1010–1050 | 10–16 | 60–75 |
| TIMETAL 685 | Ti-6Al-5Zr-0.5Mo-0.25Si | 1020 | IMI, UK | 1969 | | 120 | 850–910 | 990–1020 | 6–11 | 68 |
| TIMETAL 834 | Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.5Mo-0.7Nb-0.35Si-0.06C | 1045 | IMI, UK | 1984 | 350 | 120 | 910 | 1030 | 6–12 | 45 |
| *α+β Titanium Alloys* | | | | | | | | | | |
| Ti-6-4 | Ti-6Al-4V | 995 | miscellaneous | 1954 | 300–400 | 110–140 | 800–1100 | 900–1200 | 13–16 | 33–110 |
| Ti-6-6-2 | Ti-6Al-6V-2Sn | 945 | miscellaneous | | 300–400 | 110–117 | 950–1050 | 1000–1100 | 10–19 | 30–70 |
| Ti-6-2-2-2-2 | Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr-0.25Si | | | | | 110–120 | 1000–1200 | 1100–1300 | 8–15 | 65–110 |
| Ti-6-2-4-6 | Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo | 940 | Pratt & Whitney, USA | | 330–400 | 114 | 1000–1100 | 1100–1200 | 13–16 | 30–60 |
| Ti-17 | Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr | 890 | GE, USA | 1968 | 400 | 112 | 1050 | 1100–1250 | 8–15 | 30–80 |
| *Metastable β* Titanium Alloys | | | | | | | | | | |
| SP 700 | Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Fe | 900 | NKK, J | 1989 | 300–500 | 110 | 900 | 960 | 8–20 | 60–90 |
| Beta III | Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn | 760 | Colt/Crucible, USA | 1960 | 250–450 | 83–103 | 800–1200 | 900–1300 | 8–20 | 50–100 |
| Beta C | Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr | 795 | RMI, USA | 1969 | 300–450 | 86–115 | 800–1200 | 900–1300 | 6–16 | 50–90 |
| Ti-10-2-3 | Ti-10V-2Fe-3Al | 800 | Timet, USA | 1976 | 300–470 | 110 | 1000–1200 | 1000–1400 | 6–16 | 30–100 |
| Ti-15-3 | Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn | 760 | Timet, USA | 1981 | 300–450 | 80–100 | 800–1000 | 800–1100 | 10–20 | 40–100 |

*Tableau I. 1: synthèse des principaux alliages de titane commercialisés ainsi que de leurs caractéristiques [2]*

## 1.2. Obtention des microstructures caractéristiques des alliages de titane

Selon l'histoire thermo-mécanique de l'alliage, plusieurs microstructures peuvent être développées. Ces différentes microstructures conduisent naturellement à des compromis de propriétés mécaniques différents. Dans un premier temps, il sera donc nécessaire de comprendre les étapes du procédé conduisant à la microstructure du matériau à l'état dit de « réception ». Cette partie sera en outre essentielle pour comprendre la manière dont sont obtenues les microstructures des alliages de l'étude, détaillées dans le chapitre 2.

Ce n'est qu'après avoir défini cette référence de départ que les propriétés mécaniques entre microstructures pourront être comparées (chapitre 3), et que les effets supplémentaires du vieillissement sur le plan microstructural et mécanique pourront être abordés (chapitre 4 et 5).

Le référentiel de comparaison des traitements thermo-mécaniques est la température de transus $T_\beta$ : chacun des traitements doit être repositionné vis-à-vis de cette température, pour déterminer à chaque étape du procédé métallurgique les fractions de phase en présence, le domaine de croissance privilégié d'une phase ou d'une autre en particulier.

### 1.2.1. Microstructure lamellaire et Widmanstätten

La microstructure classique rencontrée dans les alliages quasi α et α+β consiste en des lamelles de phase α séparées par la phase β interlamellaire. Ces lamelles sont arrangées en colonies de différentes orientations au sein d'un ex-grain β [11]. Les étapes de formation des lamelles au cours du refroidissement depuis le domaine β sont illustrées sur la Figure I. 5 [12]. On distingue dans un premier temps la germination (Figure I. 5.a.) de la phase $\alpha_{GB}$ intergranulaire puis sa croissance jusqu'à ce qu'elle recouvre l'ensemble du joint de grain β.

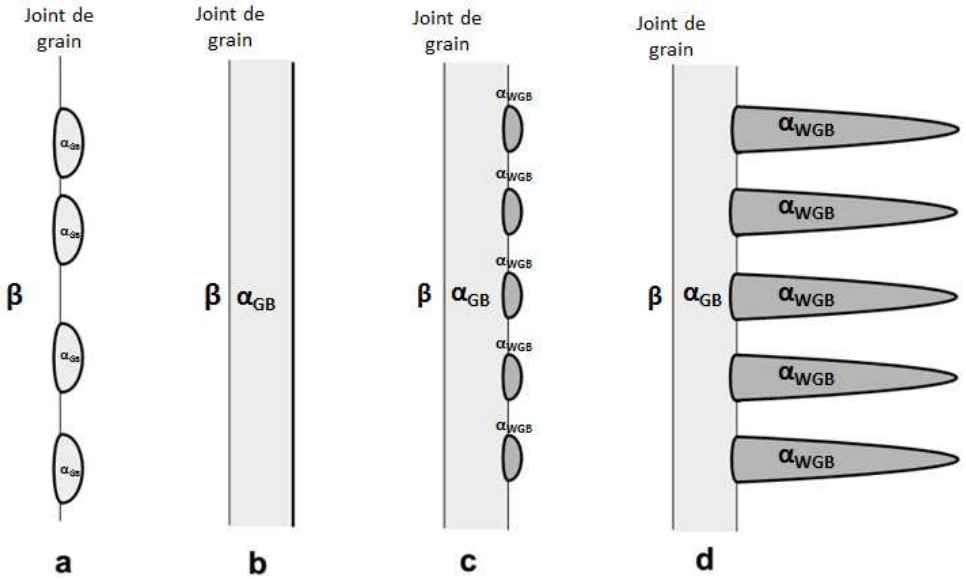



*Figure I. 5: étapes de formation de la microstructure lamellaire, a) germination de la phase $\alpha_{GB}$ aux frontières des ex-grains β, b) formation de la couche continue de phase $\alpha_{GB}$, c) germination des lamelles $\alpha_{WGB}$, d) croissance des lamelles vers l'intérieur du grain [12]*

Dans un second temps, des lamelles de phase $\alpha_{WGB}$ orientées vers l'intérieur du grain croissent à partir de cette phase $\alpha_{GB}$ intergranulaire (Figure I. 5.d.). Ces lamelles de même orientation morphologique forment des colonies. De même, des colonies de lamelles peuvent croitre à cœur de grain.

Les microstructures lamellaires sont qualifiées soit par le terme Widmanstätten, soit par le terme « fully lamellar » dans la littérature. Le premier terme désigne une microstructure ou les lamelles α se croisent au sein d'une colonie, formant une structure similaire aux tresses d'une corbeille en osier (« basketwave ») illustrés sur Figure I. 6.a [13]. Le terme « fully lamellar » désigne quant à lui une structure ou les colonies de lamelles suivent la même orientation au sein d'une même colonie [11] illustrés sur Figure I. 6.b.

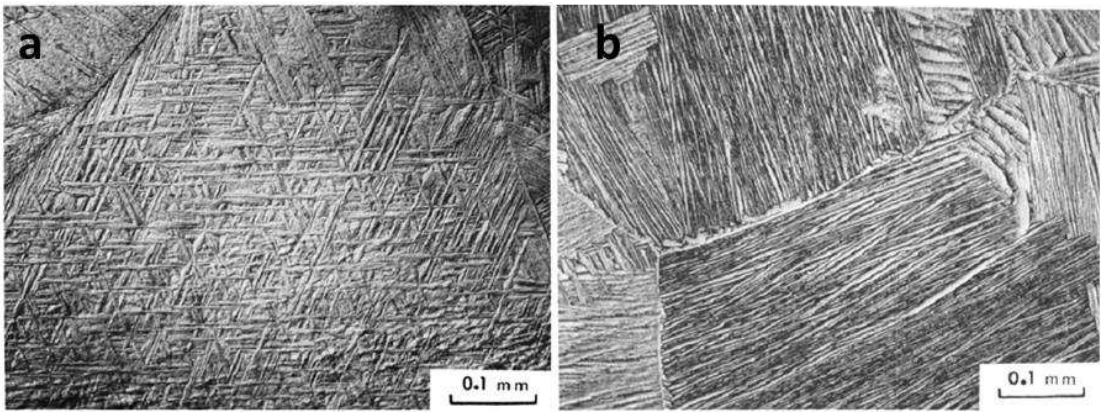



*Figure I. 6: illustration des microstructures lamellaires a) Widmanstätten ou Basketwave, b) fully lamellar [13]*

Le procédé d'obtention d'une microstructure lamellaire est détaillé sur la Figure I. 7 [1].

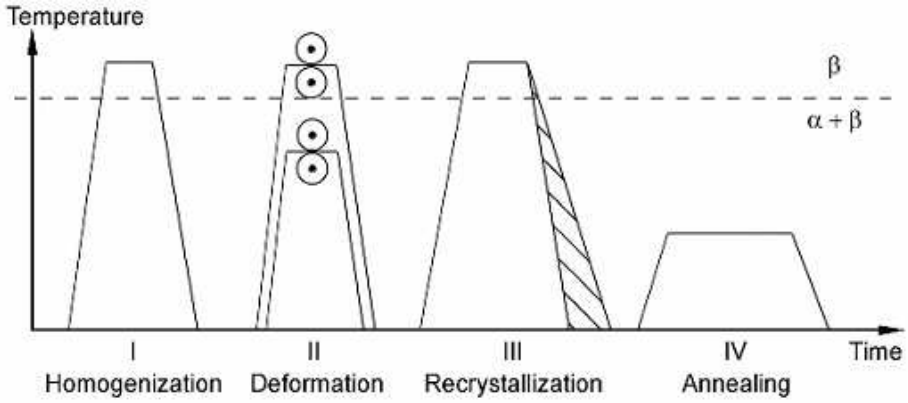



*Figure I. 7: procédé d'obtention de microstructures lamellaires au sein d'alliages α+β [1]*

L'étape d'homogénéisation permet d'effacer l'histoire thermomécanique antérieure du matériau et mettre en solution certaines impuretés, afin d'éviter les problèmes liés à la ségrégation. Cette étape est plus prononcée dans le cas des alliages α+β, par rapport aux alliages dits « commercialement purs », du fait de la teneur en éléments stabilisateurs de phases en quantité plus élevée [1].

L'homogénéisation est suivie industriellement par une étape de déformation en deux temps : un premier écrouissage est effectué dans le domaine β afin de bénéficier d'une contrainte d'écoulement plastique

moindre que dans le domaine α+β. Un second écrouissage est ensuite effectué dans le domaine α+β en se positionnant plus loin de la température de transus, dans le but de garder un contrôle sur la taille de grain β et en éviter une croissance exagérée.

Le point crucial dans l'obtention des microstructures purement lamellaires est la vitesse de refroidissement depuis le domaine β, d'une part après l'homogénéisation (qui reste la première étape du process où l'on assiste à l'apparition de lamelles), mais surtout au terme de l'étape de recristallisation. D'ailleurs, les microstructures lamellaires sont souvent qualifiées de « traitées β » ou « β-annealed » pour signifier l'importance que représente le refroidissement depuis le domaine β dans l'apparition des lamelles α ainsi que de leurs caractéristiques. La Figure I. 8 présente les lamelles α s'étant développées au sein des ex-grains β transformés, pour différentes vitesses de refroidissement. Il peut être constaté sur Figure I. 8 que différentes épaisseurs de lamelles α sont obtenues suivant les différentes vitesses de refroidissement adoptées. Une vitesse de refroidissement industrielle classique se situe à environ 100°C/min, ce qui constitue une vitesse intermédiaire, les vitesses extrêmes atteintes allant de 1°C/min pour un refroidissement contrôlé en four à 8000°C/min pour des sections inférieures à 10 mm d'épaisseur trempées à l'eau.

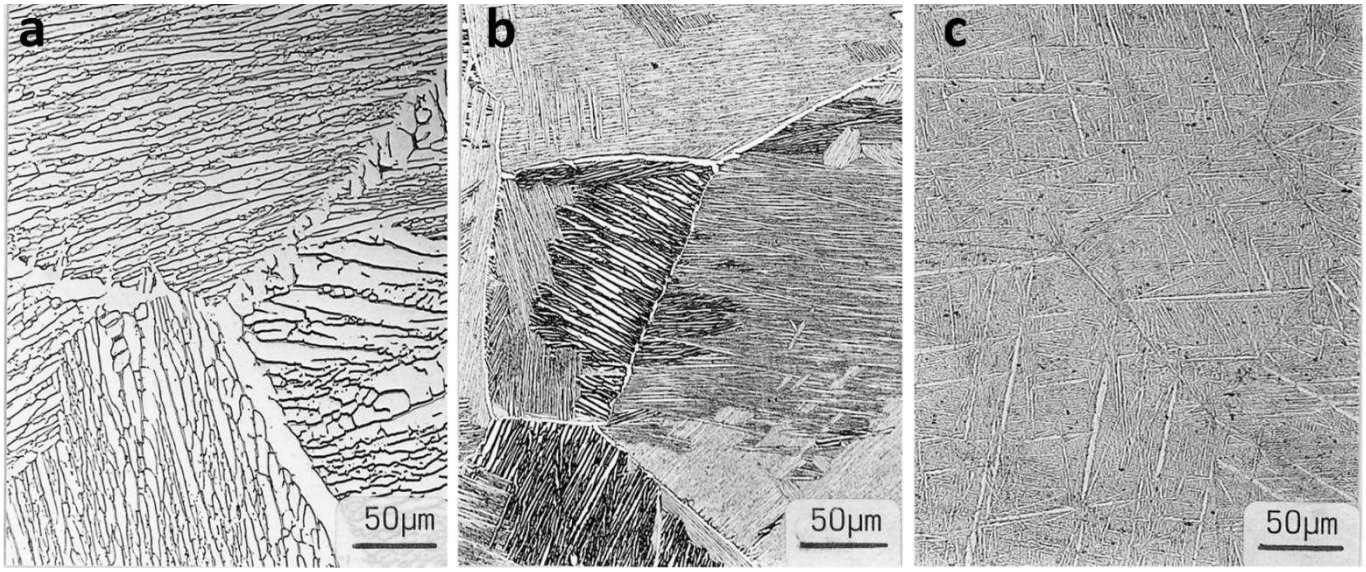



*Figure I. 8: épaisseurs de lamelles α obtenues pour différentes vitesses de refroidissement depuis le domaine β au sein d'un alliage Ti 6242. a) 1°C/min, b) 100°C/min, c) 8000°C/min [14]*

De manière générale, l'épaisseur de lamelle α, la taille des colonies de ces lamelles, et l'épaisseur de la couche de phase α aux joints des ex-grains β diminuent à mesure que la vitesse de refroidissement depuis le domaine β croit, comme le montre le Tableau I. 2 [1]:

| Vitesses de refroidissement depuis le domaine β (°C/min) | Taille de lamelle α (µm) | Taille de colonie de lamelles α (µm) |
|---|---|---|
| 1 | 5 | 300 |
| 100 | 0.5 | 100 |
| 8000 | 0.2 (taille moyenne d'une lamelle de martensitique) | Réduite à la lame de martensite |

*Tableau I. 2: ampleur des modifications microstructurales selon les vitesses de refroidissement depuis le domaine β [1]*

Le paramètre crucial dans l'étape de revenu n'est pas la durée d'exposition mais le niveau de température adopté. En effet la température de revenu doit être choisie en considérant les températures de solvus des différents éléments précipitants de manière à adapter l'effet de durcissement structural provoqué par la présence ou non de ces précipités. Un revenu supersolvus n'aura pour conséquence qu'une relaxation de contrainte (détention), alors qu'un traitement subsolvus permettra d'ajuster le durcissement structural par précipitation. La précipitation la plus communément observée étant celle de composés $Ti_3Al$ ou $\alpha_2$, ayant un solvus à 550°C dans le TA6V [14].

Le Tableau I. 3 récapitule les paramètres importants dans l'obtention de microstructures lamellaires :

| Etape du procédé | Paramètre à retenir | Eléments microstructuraux affectés |
|---|---|---|
| Recristallisation | Température et vitesse de refroidissement | Taille des colonies α<br>Epaisseur de lamelle α<br>Epaisseur de la couche de phase α aux joints de grain |
| Revenu | Température du revenu | Précipitation de $Ti_3Al$ dans la phase α<br>Précipitation de phase α secondaire au sein de la phase β interlamellaire |

*Tableau I. 3: paramètres conditionnant les caractéristiques de la microstructure lamellaire [1,14]*

De manière générale, les morphologies lamellaires montrent de très bonnes propriétés face à la propagation de fissure (ténacités élevées). De par les microstructures relativement larges produites, minimisant la densité surfacique de joints de grains, ces microstructures montrent également d'excellentes propriétés en fluage [2].

### 1.2.2. Microstructure bi-lamellaire

À partir de la microstructure purement lamellaire, il est possible, en travaillant sur les étapes précédant le revenu final, d'induire une seconde précipitation de lamelles α plus fines, au sein de la phase β inter-lamellaire. Cette microstructure est qualifiée de bi-lamellaire pour signifier cette double échelle de lamelles α, apparaissant à des moments différents dans l'histoire thermique du matériau. Cette configuration bi-lamellaire, illustrée sur la Figure I. 9.b, se révèle intéressante du fait qu'elle montre des propriétés de résistance à la propagation de fissures supérieures à la configuration lamellaire classique [15,16], la fine précipitation de phase α à l'intérieur de la phase β inter-lamellaire agissant comme des obstacles supplémentaires au mouvement des dislocations.

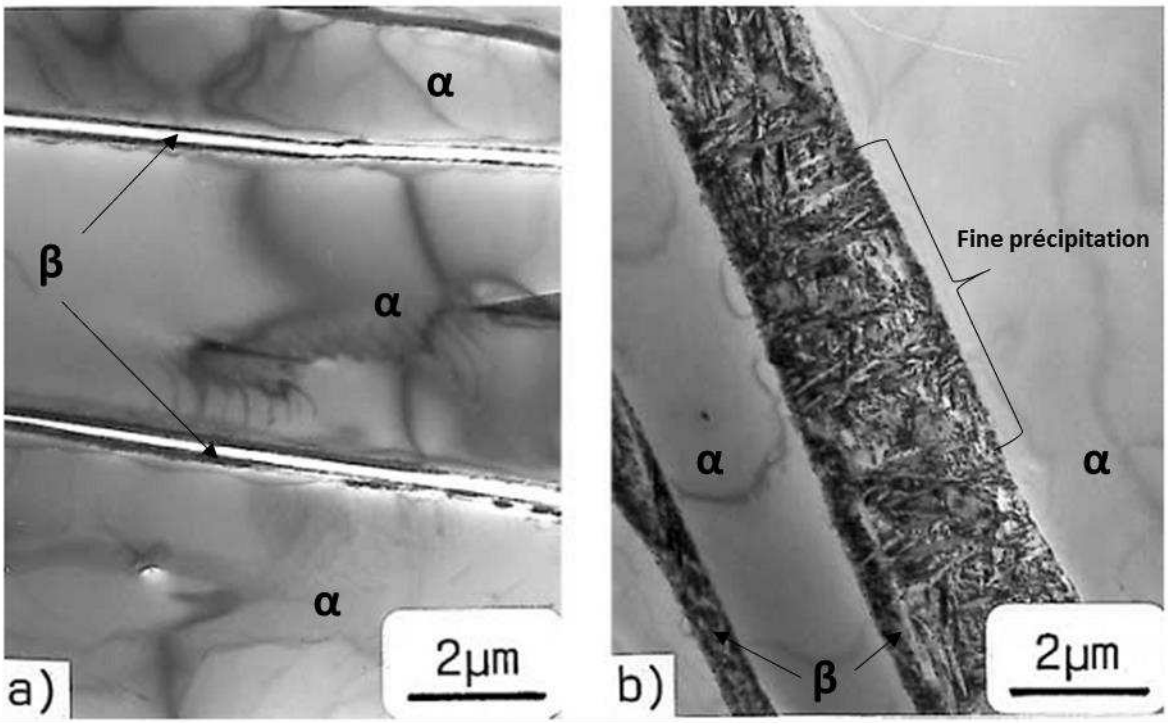



*Figure I. 9: a) microstructure lamellaire classique, b) phase α secondaire observée au sein d'un alliage TA6V à microstructure bi-lamellaire (images MET) [16]*

La précipitation de phase α secondaire est gouvernée par la composition de la matrice β dans laquelle elle apparait. Ceci suppose que les étapes de traitement antérieures soient optimisées afin de retenir une fraction suffisante de phase β entre les lamelles α primaires. Dans les faits, pour parvenir à cette microstructure bi-lamellaire, une étape de revenu préliminaire est insérée avant le revenu final. Le but de ce premier revenu, qui s'effectue à une température assez élevée dans le domaine α+β, est d'ajuster la fraction de phase β en présence à une quantité suffisante pour qu'après refroidissement et formation des lamelles de phase α primaire, une part de phase β suffisante soit retenue pour servir de matrice à la nucléation de lamelles α secondaires. La vitesse de refroidissement associée à ce premier revenu est élevée (trempe eau), dans le but de figer une fraction élevée de phase β, retenue en sursaturation. C'est au cours du vieillissement final que les plaquettes fines de phase α secondaire apparaissent, d'une largeur allant d'une dizaine à une centaine de nm, et d'une longueur l'ordre de quelques centaines de nanomètres, les dimensions et le volume de plaquettes α secondaires augmentant avec la durée du revenu. Le schéma des étapes de traitement thermomécaniques pour obtenir une microstructure bi-lamellaire est développé sur la Figure I. 10 [15]:

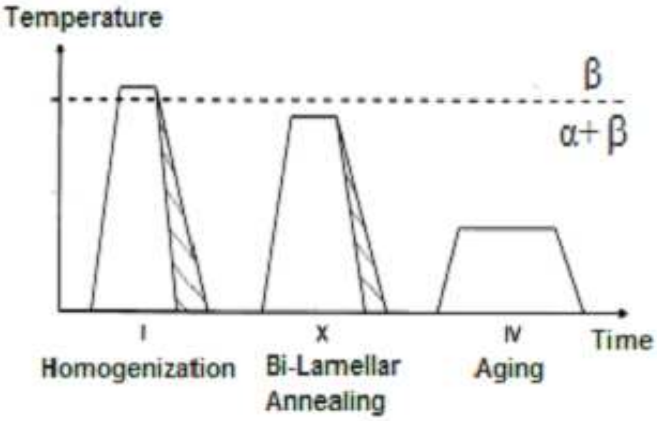



*Figure I. 10: traitement thermomécaniques aboutissant à une microstructure bi-lamellaire [15] .*

Un traitement bi-lamellaire typique pour un alliage TA6V (Tβ=995°C [2]) est donné dans les travaux de Schroeder et al.[16], avec un vieillissement préliminaire de 1 h à 880°C, suivi d'une trempe eau à 8000°C/min, le vieillissement final étant effectué à 500°C durant 24 h.

### 1.2.3. Microstructure équiaxe

La Figure I. 11 donne un exemple de microstructure équiaxe obtenu au sein d'un alliage TA6V [2]:

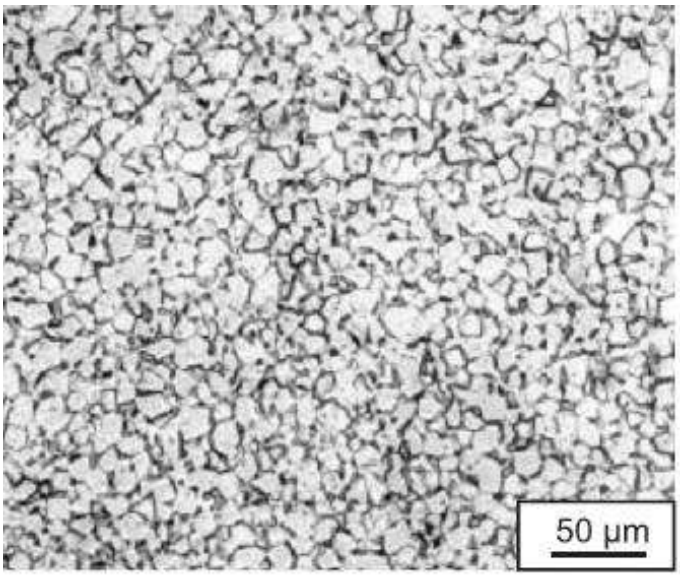



*Figure I. 11: microstructure équiaxe observée au sein d'un alliage TA6V [2]*

Comme abordé précédemment, la vitesse de refroidissement après l'étape d'homogénéisation est un paramètre important dans la mesure où elle impacte la finesse des lamelles α obtenues, qui seront au point de départ de la formation des grains de morphologie équiaxes recherchés dans ce cas précis. La Figure I. 12 détaille le procédé d'obtention de telles microstructures.

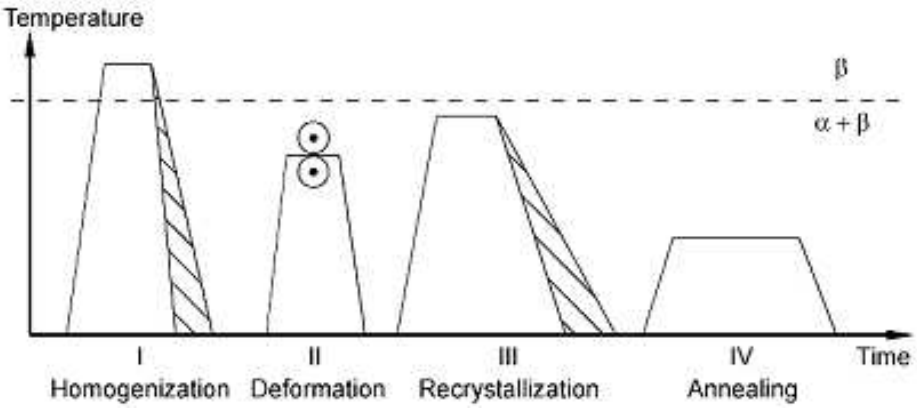



*Figure I. 12: schéma des procédés thermomécaniques associés à l'obtention d'une microstructure équiaxe [1]*

Dans le traitement qui suit l'homogénéisation, l'étape de déformation à chaud, il s'agit d'introduire autant d'énergie de déformation plastique que possible sous forme de contraintes et de dislocations, sans rupture des lamelles [1]. Cette étape se déroule dans un domaine de température inférieur au transus β (domaine α+β) afin d'éviter des tailles de grain β trop importantes.

L'énergie plastique est mise à profit et restituée dans l'étape de recristallisation. Elle sert notamment de force motrice à la germination puis à la croissance au sein des anciennes lamelles α, d'une phase α recristallisée de morphologie équiaxe appelée α primaires ou $\alpha_p$. Au stade de la recristallisation, il existe deux voies de procédé pour parvenir à une microstructure purement équiaxe [1]:

- Température de recristallisation élevée, refroidissement lent : cette première voie accorde une importance particulière à la vitesse de refroidissement depuis la température de recristallisation, cette dernière restant à un niveau élevé dans le domaine α+β. Une vitesse de refroidissement assez lente à ce stade permet de s'affranchir de la formation de nouvelles lamelles α au sein des grains β. Par un mécanisme de diffusion le long des interfaces α/α, la phase β (en fraction volumique majoritaire à ces niveaux de température de recristallisation) vient séparer les ex-lamelles α et former les grains $\alpha_p$. La phase α recristallisée est la seule à croitre en descendant en température dans le domaine α+β, croissance favorisée par une vitesse de refroidissement lente depuis la température de recristallisation. Cette recristallisation laisse un volume de phase β à l'équilibre localisé au niveau des joints triples des grains α recristallisés.

- Recristallisation directe dans le domaine α+β : cette seconde voie de procédé conserve une vitesse de refroidissement classique (plus élevée que le cas précédent) mais considère au préalable un niveau de température de recristallisation plus éloigné du transus β, situé plus bas dans le domaine α+β. Ceci a pour conséquence d'augmenter quantitativement la fraction volumique de phase α. Le mécanisme opposé au cas précédent se produit alors, la phase α pénètre au niveau des joints β/β, séparant la phase β interlamellaire déformée. Ce travail sur la température de recristallisation ne se focalise cependant pas sur la croissance des grains α en

phase de refroidissement comme dans le cas précédent. Le traitement s'attache plutôt à recristalliser directement pendant l'étape de maintien en température.

Les microstructures équiaxes produisent des tailles de grains généralement plus fines que les morphologies de type lamellaire. La microstructure équiaxe est alors choisie préférentiellement au sein d'applications exigeant une ductilité ainsi qu'une résistance (suivant la loi de Hall et Petch) supérieure en fatigue [2].

### 1.2.4. Microstructure bimodale

Une structure bimodale est définie par la présence à la fois de grains de phase $\alpha_p$ de morphologie équiaxe, et d'ex-grains β transformés dans lesquels on retrouve des colonies de lamelles. Cette microstructure est appréciée car elle fournit une combinaison équilibrée des qualités mécaniques des deux microstructures extrêmes présentées précédemment.

La Figure I. 13 présente le schéma des processus thermomécaniques classiques permettant d'aboutir à cette microstructure [14]. Il convient de remarquer que le procédé d'élaboration des microstructures bimodales présente de nombreux points communs avec celui adopté pour les microstructures purement équiaxes. Cependant, l'objectif dans le cas présent est de conserver une certaine fraction volumique de morphologies lamellaires comparé au cas purement équiaxe. La différence principale dans le procédé thermo-mécanique conduisant à la microstructure bimodale réside dans l'étape de recristallisation.

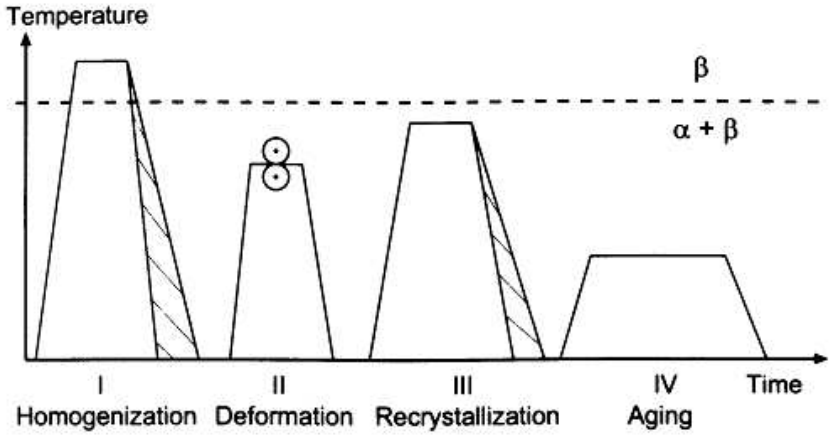



*Figure I. 13: schéma des traitements thermomécaniques pour l'obtention d'une microstructure bimodale dans le cas d'alliages α+β [14].*

Les paramètres prépondérants sont alors la température à laquelle la recristallisation est effectuée ainsi que la vitesse de refroidissement qui s'ensuit. La température de recristallisation est choisie afin d'ajuster la fraction volumique de phase α primaire équiaxe recristallisée aux joints triples des ex-grains β.

Dans un second temps, une vitesse de refroidissement plus rapide que dans le cas purement équiaxe permet la formation des lamelles α au sein des ex-grains β. Cette vitesse de refroidissement influence également la largeur des lamelles ainsi que la taille et la fraction volumique de phase $\alpha_p$ générée. Plus elle est lente, plus la taille et la fraction volumique d'$\alpha_p$ augmente, pour à terme rejoindre le cas de figure d'une morphologie purement équiaxe.

Ici il est nécessaire de rappeler l'importance de la vitesse de refroidissement lors de l'étape antérieure d'homogénéisation, qui conditionne en premier lieu avant le refroidissement en phase de recristallisation, la finesse de la microstructure finale. La Figure I. 14 compare deux microstructures d'un alliage IMI 834 [1], ayant subi les mêmes traitements thermomécaniques à l'exception de la première étape d'homogénéisation. La microstructure a ayant subi un refroidissement lent montre une microstructure bimodale aux tailles granulaires accrues vis-à-vis de la microstructure b, qui a subi un refroidissement rapide conduisant à une taille de grains plus fine. Il est nécessaire de conserver à l'esprit qu'un paramètre d'une étape du traitement thermomécanique peut affecter la microstructure développée par la suite de façon permanente.

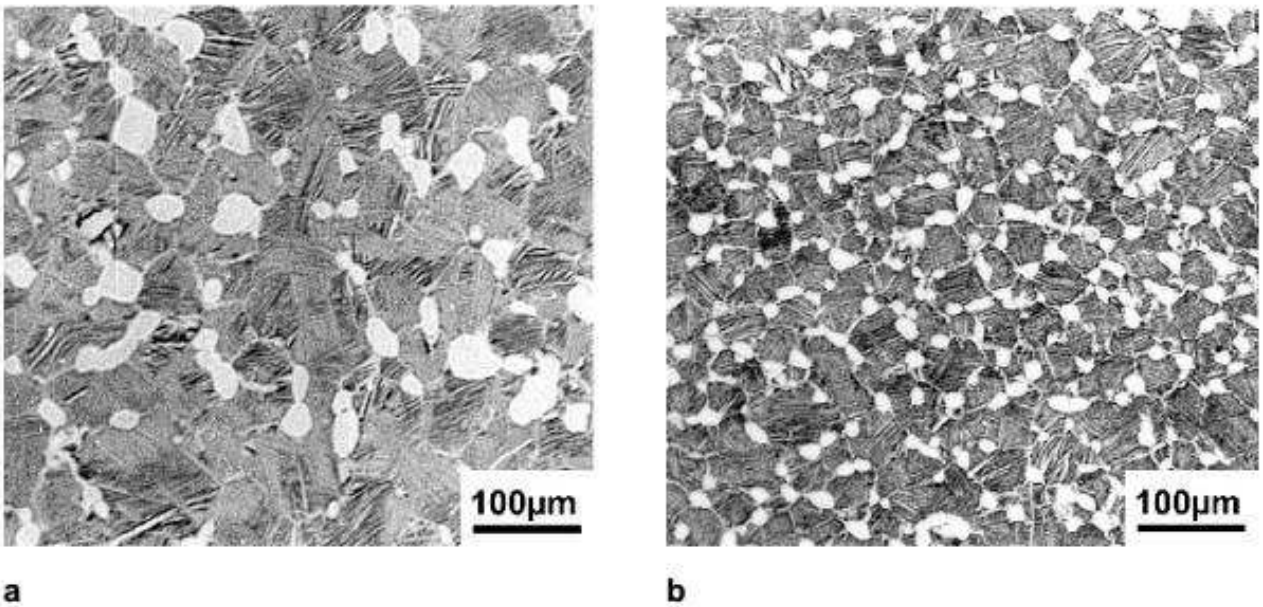



*Figure I. 14: influence de la vitesse de refroidissement lors de l'homogénéisation sur la microstructure bimodale finale obtenue dans le cas d'un alliage IMI 834. a) refroidissement lent, b) refroidissement rapide [1]*

## 1.3. Liens entre microstructure et résistance à la fissuration au sein des alliages de titane

### 1.3.1. Fissuration et unité microstructurale d'importance

La diversité des morphologies rencontrée au sein des microstructures de titane a été soulignée dans la partie précédente. La réponse de ces morphologies face à l'amorçage et à la propagation de fissures a fait l'objet de nombreuses études, mettant en avant l'influence d'unités microstructurales à différentes échelles : interface α/β, lamelle α, colonie de lamelles, ex-grain β et nodule α. Il est nécessaire de préciser que les travaux décrits ici se limitent au comportement des fissures longues. La Figure I. 15 [8] montre une courbe de fissuration théorique, où la vitesse de propagation de fissure da/dN est reportée en fonction de l'amplitude du facteur intensité de contraintes ΔK appliqué.

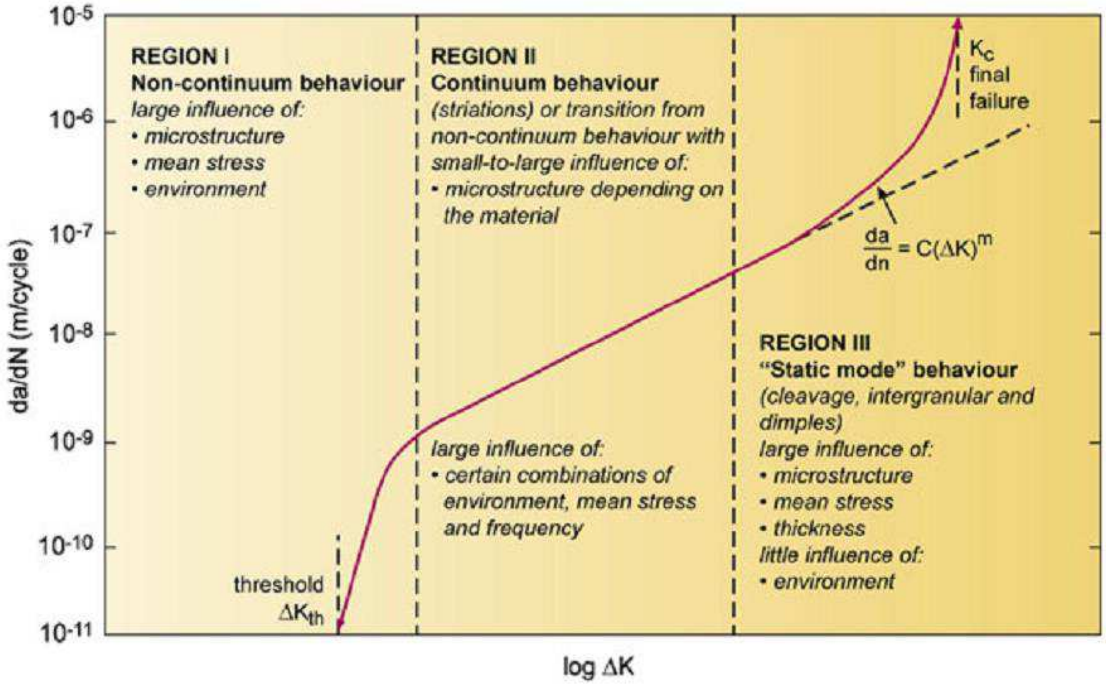



*Figure I. 15: courbe de fissuration théorique indiquant les différents régimes de propagation, en lien avec l'effet de la microstructure [8]*

On distingue alors trois domaines :

- Un premier domaine proche du seuil de propagation $\Delta K_{th}$ où la fissure subit de fortes interactions avec la microstructure et l'environnement.
- Un second domaine communément appelé domaine de Paris où la propagation de fissure entre dans un régime stable et linéaire décrit par la loi de puissance, dite de Paris :

$$da/dN = C \times \Delta K^m$$

avec a la longueur de fissure, N le nombre de cycles effectués, da/dN la vitesse de propagation et C et m des paramètres liés à la nature du matériau avec 2<m<4 pour les métaux [17].

- Un troisième domaine montrant une accélération des vitesses de propagation à l'approche de la ténacité du matériau, suivi de la rupture finale.

L'effet de la microstructure, bien que présent dans les 3 domaines, est plus marqué près du seuil et à l'approche de la ténacité.

L'unité microstructurale d'importance influençant la propagation de fissure des alliages de titane a été identifiée comme étant le nodule $\alpha_p$ recristallisé dans le cas des microstructures bimodales [18], tandis que ce rôle est reporté sur les colonies de lamelles α dans le cas des microstructures lamellaires [18,19].

Dans le cas des microstructures bimodales, la propagation par rupture de nodules α est d'autant plus aisée que les nodules α sont interconnectés et que leur orientation cristallographique indique une faible désorientation du plan basal avec la direction de propagation de la fissure [18]. Concernant les microstructures lamellaires, les frontières de colonies jouent un rôle important. Eylon et Bania [20] indiquent en effet que si l'amorçage et la propagation de fissure sont gouvernés par le développement d'intenses bandes de cisaillement au sein d'une même colonie, l'interaction de ces bandes avec les frontières de colonies cause des déviations ainsi que des changements de directions lors de la poursuite de la fissuration dans la colonie suivante. La désorientation morphologique de deux colonies voisines entre lesquelles la fissure se transmet est un paramètre qui influence fortement la tortuosité de la propagation de fissure [18].

La Figure I. 16 [8] schématise le processus d'amorçage de la fissure au sein des microstructures caractéristiques en soulignant l'élément microstructural prépondérant : le nodule α pour les morphologies équiaxes (Figure I. 16.a) et bimodales (Figure I. 16.b), la colonie de lamelle dans le cas lamellaire (Figure I. 16.c).

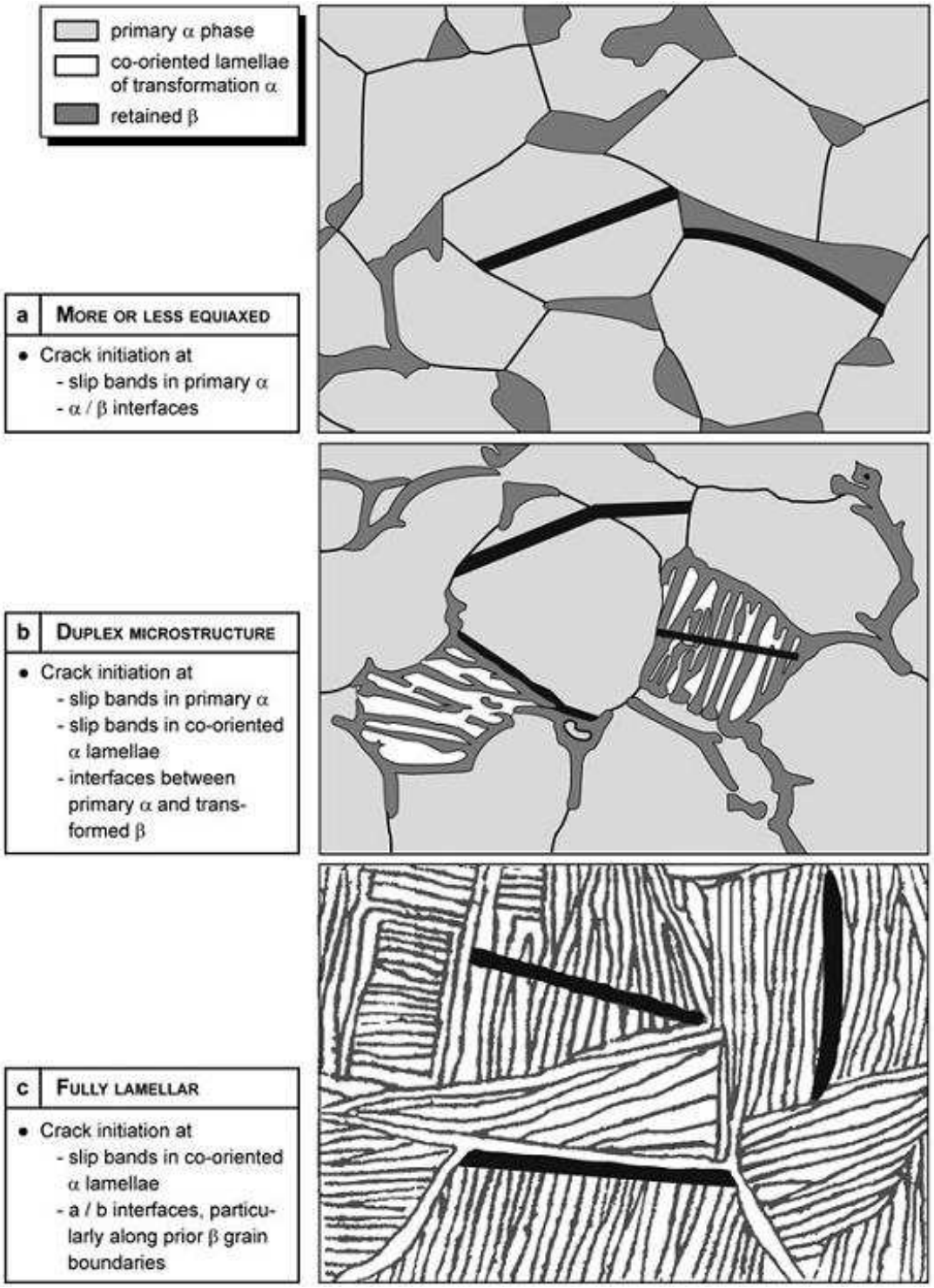



*Figure I. 16: sites d'initiation des fissures au sein des unités microstructurales d'importance pour différentes microstructures rencontrées dans les alliages de titane [8]*

### 1.3.2. Influence de la morphologie sur la résistance en fissuration

La résistance à la fissuration de trois microstructures respectivement lamellaires, bimodales et aciculaires (fines lamelles α martensitiques) a été évaluée au sein de l'étude de Verdhan et al. [21] portant sur l'alliage quasi-α VT-20. Les microstructures de l'étude sont présentées sur la Figure I. 17 et les paramètres microstructuraux des matériaux de l'étude dans le Tableau I. 4 :

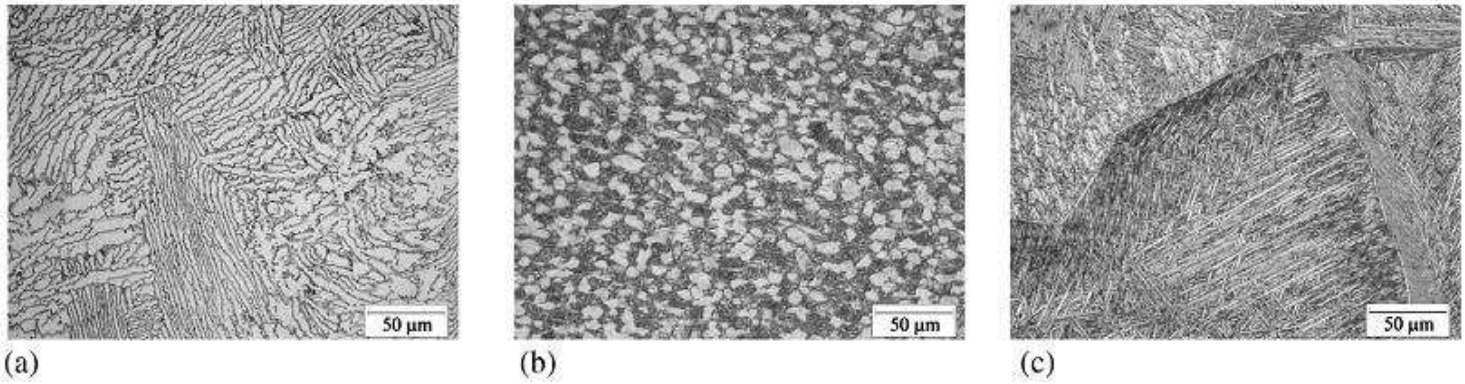



*Figure I. 17: microstructures a) lamellaire, b) bimodale, c) aciculaire pour un alliage VT-20 [21]*

| Microstructure | Microstructural unit | Median size (µm) |
|---|---|---|
| Lamellar | Lath thickness | 4.3 |
| | Colony size | 44.8 |
| Bimodal | Interlamellar spacing in transformed β | 1.9 |
| | Primary α | 6.9 |
| | Transformed β | 8.7 |
| Acicular | Thickness | 3.4 |

*Tableau I. 4: paramètres microstructuraux mesurés pour les différentes microstructures de l'étude de Verdhan et al. [21]*

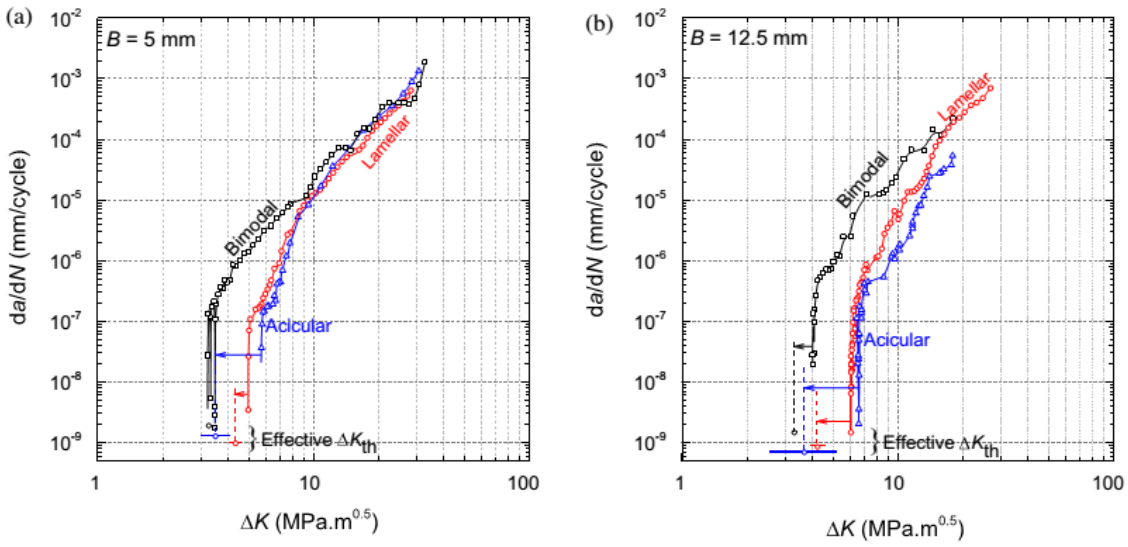



*Figure I. 18: courbes de fissuration relatives aux trois microstructures testées dans l'étude de Verdhan et al., obtenues pour deux épaisseurs d'éprouvettes [21]*

Les courbes de fissuration de l'étude de Verdhan et al. sont rapportées sur la Figure I. 18. Il est observé que dans le régime de Paris, la microstructure bimodale montrait une vitesse de propagation de fissure plus élevée comparativement aux morphologies lamellaires et aciculaires. La plus faible résistance à la fissuration dans le cas de la microstructure bimodale comparée à la morphologie lamellaire a été confirmée dans les études de Nalla et al. au sein d'un alliage TA6V [18], et de Saxena et al. [22]. Les microstructures ainsi que les courbes de fissuration pour l'étude de Nalla et al. sont rapportées sur les Figure I. 19 et Figure I. 20 respectivement, et viennent confirmer les constats précédents. Pour une même valeur du rapport de charge (R=0,1) et de ΔK (8 MPa x $m^{1/2}$), les vitesses de fissuration sont effectivement plus élevées dans la microstructure bimodale (~$3x10^{-9}$ m/cycle) que pour le cas lamellaire (~$5x10^{-10}$ m/cycle)

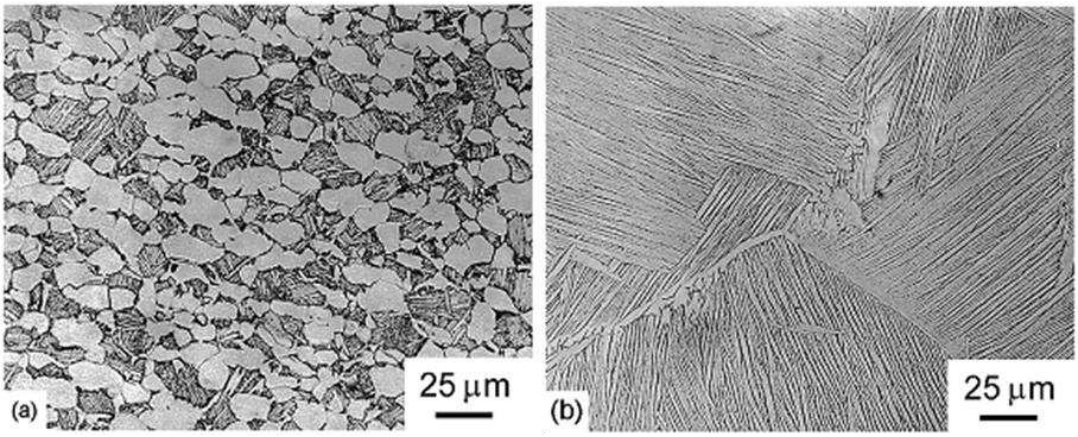



*Figure I. 19: microstructures de l'alliage TA6V étudié dans les travaux de Nalla et al [18]: a) bimodal, b) lamellaire*

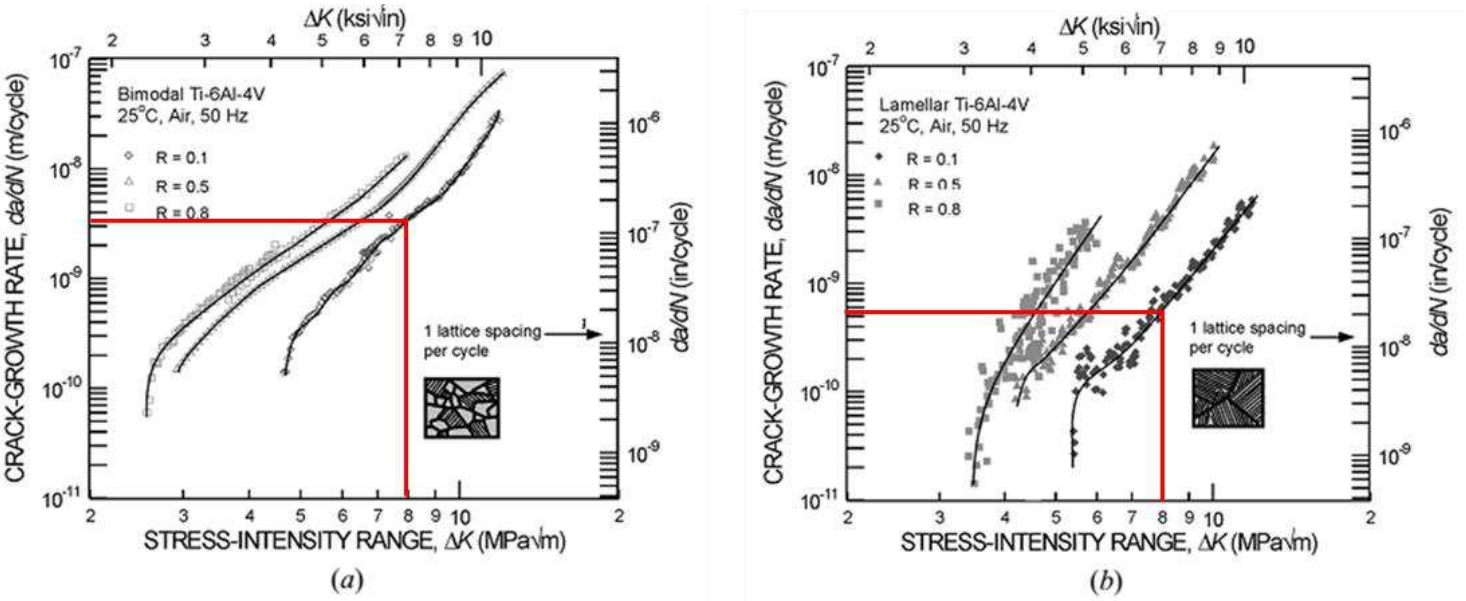



*Figure I. 20: courbes de fissuration relatives aux microstructures a) bimodale, b) lamellaire, étudiées dans les travaux de Nalla et al. [18]*

Les valeurs de seuil de fissuration, reportées dans le Tableau I. 5 pour l'étude de Verdhan et al. [21] et dans le Tableau I. 6 pour l'étude de Saxena et al [22], donnent une indication supplémentaire sur la résistance à la fissuration de ces différentes microstructures. La valeur de seuil à une valeur donnée du rapport de charge est plus faible au sein des microstructures bimodales que dans le cas des morphologies lamellaires, illustrant la meilleure résistance à la fissuration de ces dernières microstructures.

| Microstructure | Specimen thickness $B$ = 5 mm | | Specimen thickness $B$ = 12.5 mm | |
|---|---|---|---|---|
| | $\Delta K_{th}$ (MPa m$^{0.5}$) | $\Delta K_{th,eff}$ (MPa m$^{0.5}$) | $\Delta K_{th}$ (MPa m$^{0.5}$) | $\Delta K_{th,eff}$ (MPa m$^{0.5}$) |
| Lamellar | 5.0 | 4.3 | 6.0 | 4.3 |
| Bimodal | 3.5 | 3.2 | 4.1 | 3.3 |
| Acicular | 5.7 | 3.5 | 6.5 | 3.7 |

*Tableau I. 5: tableau récapitulatif des valeurs de seuil de fissuration mesurées pour les trois microstructures de l'étude de Verdhan et al. [21] dans le cas des deux géométries d'éprouvettes*

| Load Ratio $R$ | Bimodal Microstructure | | Lamellar Microstructure | |
|---|---|---|---|---|
| | $\Delta K_{TH}$ (MPa$\sqrt{m}$) | $K_{max,TH}$ (MPa$\sqrt{m}$) | $\Delta K_{TH}$ (MPa$\sqrt{m}$) | $K_{max,TH}$ (MPa$\sqrt{m}$) |
| 0.10* | 4.3 | 4.8 | 5.7 | 6.3 |
| 0.30* | 3.6 | 5.2 | 5.0 | 7.1 |
| 0.50* | 2.9 | 5.9 | 4.4 | 8.8 |
| 0.80* | 2.5 | 12.5 | 3.9 | 19.5 |
| 0.88** | — | — | 3.2 | 26.5 |
| 0.91** | 2.3 | 26.5 | — | — |
| 0.92** | — | — | 3.0 | 36.5 |
| 0.94** | 2.2 | 36.5 | 2.8 | 46.5 |
| 0.952** | — | — | 2.7 | 56.5 |
| 0.955** | 2.1 | 46.5 | — | — |
| 0.965** | 2.0 | 56.5 | 2.4 | 66.5 |
| 0.973** | — | — | 2.0 | 76.5 |
| 0.978** | — | — | 1.9 | 86.5 |

*Determined under constant $R$ conditions.
**Determined under constant $K_{max}$ conditions.

*Tableau I. 6: tableau récapitulatif des valeurs de seuil de fissuration mesurées pour les microstructures de l'étude de Nalla et al. [18] , pour différentes valeurs du rapport de charge R*

Du point de vue des mécanismes de rupture propre à chaque microstructure, la plus faible résistance à la fissuration dans le cas de la microstructure bimodale est reliée à la rupture par clivage des nodules $\alpha_p$ [21]. Ce mode de rupture cristallographique et fragile est en effet associé à des vitesses de fissuration élevées [21,23]. La fissuration dans le cas d'une microstructure bimodale traverse aussi bien les grains α primaires que les ex-grains β transformés avec colonies de lamelles α, montrant une propagation insensible aux frontières microstructurales (Figure I. 21 et Figure I. 22) [21]. La fissure rencontrant un grain α primaire initierait un mode de rupture cristallographique avec une plasticité localisée, puis se propagerait suivant les interfaces des colonies, donnant ce chemin de fissuration plus ou moins tortueux.

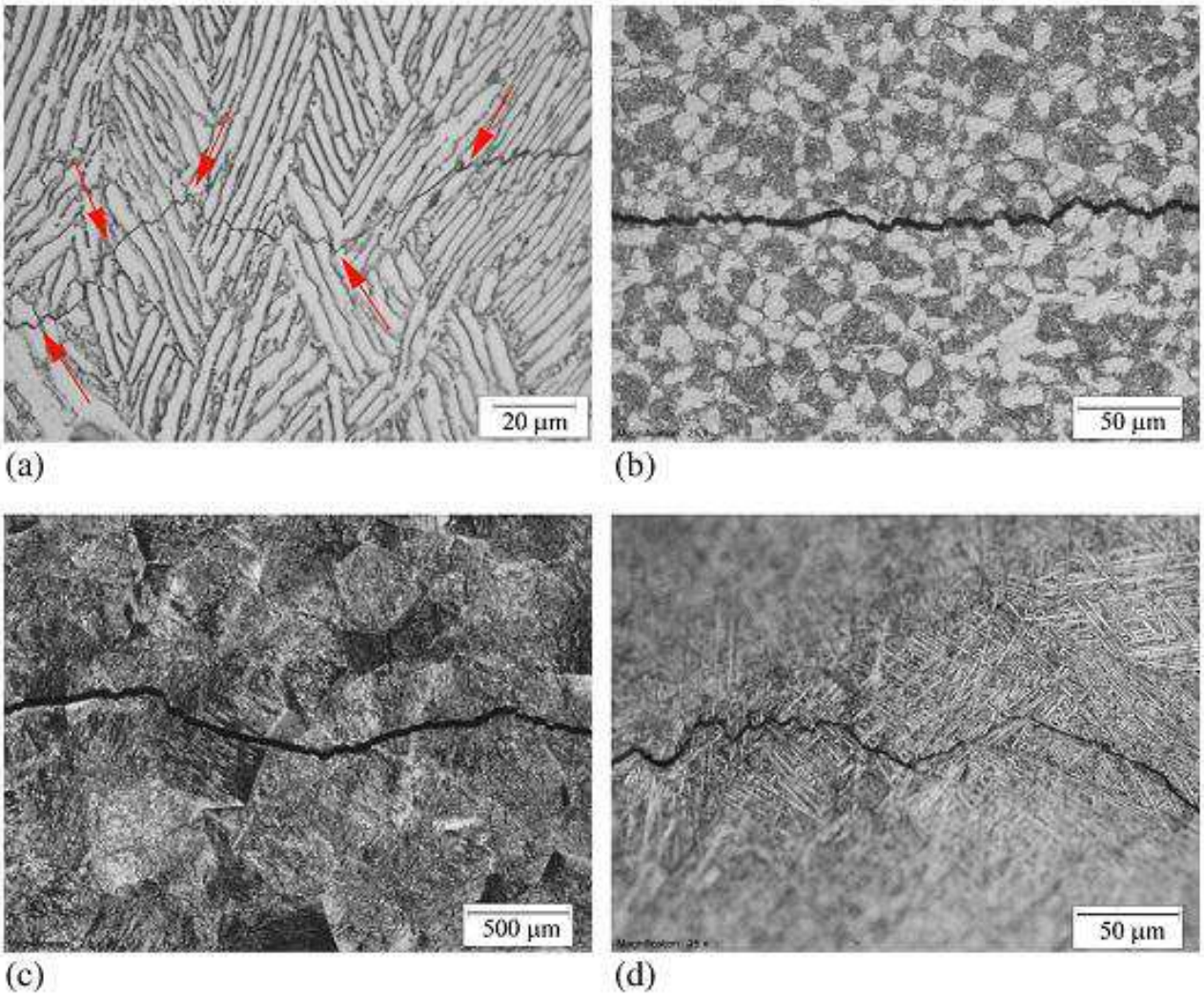



*Figure I. 21: illustration des mécanismes de fissuration détaillés dans l'étude de Verdhan et al. [21] a) cas de la microstructure lamellaire montrant des déviations de fissure au passage d'une colonie à sa voisine (flèches), b) cas de la microstructure bimodale, c) cas de la microstructure aciculaire à l'échelle des ex-grains β, d) cas de la microstructure aciculaire à l'échelle des lamelles.*

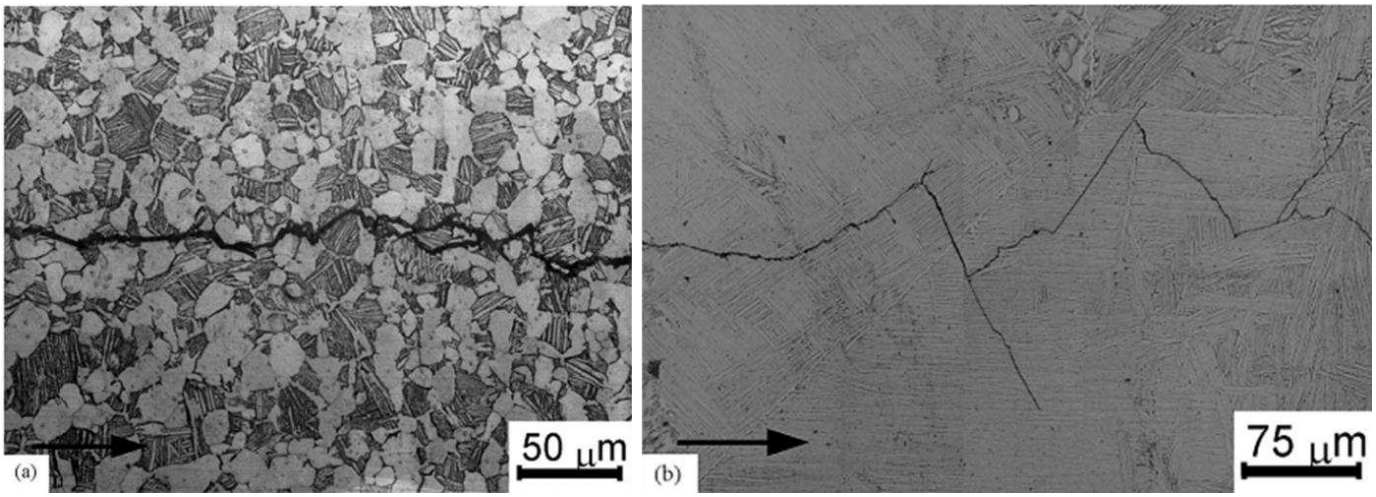



*Figure I. 22: propagation de la fissure a) dans la microstructure bimodale, b) dans la microstructure lamellaire dans l'étude de Nalla et al. [18]*

Dans le cas des microstructures lamellaires, la meilleure résistance à la fissuration est reliée aux nombreux arrêts puis ré-amorçages, ainsi qu'aux déviations que subit la fissure lors de son interaction avec les frontières de colonies de lamelles d'orientation différentes. Ces arrêts/ré-amorçages consomment en effet un certain nombre de cycles de propagation, et les déviations de fissure laissent un chemin de fissuration tortueux, dissipant l'énergie nécessaire à la propagation de fissure et ralentissant d'autant les vitesses de fissuration et augmentant la ténacité du matériau [2,18,20,24]. Les microstructures bimodales ne présentant pas autant de déviations et d'embranchements de fissure, nécessitent moins d'énergie pour la propagation de fissure ce qui conduit à des ténacités plus faibles [24]. Eylon et Bania [20] confirment que l'unité microstructurale conditionnant le comportement en fissuration des microstructures lamellaires est bien la colonie de lamelle et ses frontières avec les colonies voisines. La fissure se propagerait à l'intérieur d'une même colonie de façon translamellaire, insensiblement aux lamelles individuelles, suivant des bandes de cisaillements en pointe de fissure. Avant que la fissure n'interagisse avec la frontière entre deux colonies, la vitesse de propagation de fissure est alors comparable à celle observée au sein de grains équiaxes pour le même alliage [20].

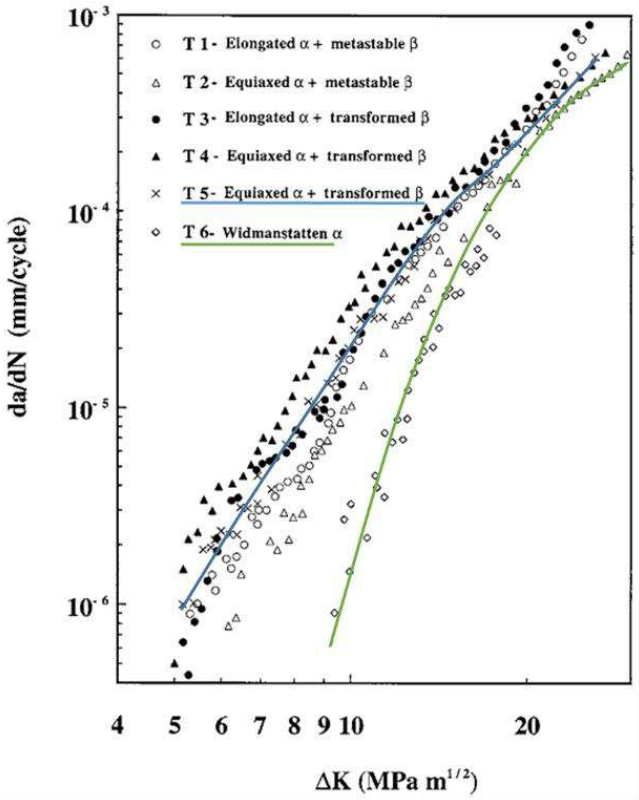
Il est cependant nécessaire d'être attentif aux échelles mises en jeu lors des examens fractographiques des éprouvettes rompues. Dans le cas de l'étude de Verdhan et al [21], la propagation au sein de la microstructure aciculaire ne semble pas être affectée par les ex-grains β, qui ne provoquent pas de changement marqué du chemin de fissure à l'échelle macroscopique. A l'échelle de l'enchevêtrement d'aiguilles de phase α cependant, la fissure subit une multitude de déviations suivant l'orientation aléatoire des aiguilles de phase α enchevêtrées (Figure I. 21.d). L'examen fractographique montre un comportement similaire au cas de la microstructure lamellaire, où la progression de la fissure est conditionnée par des groupements d'aiguilles α orientées différemment.

### 1.3.3. Paramètres connexes à la microstructure influençant la propagation de fissures

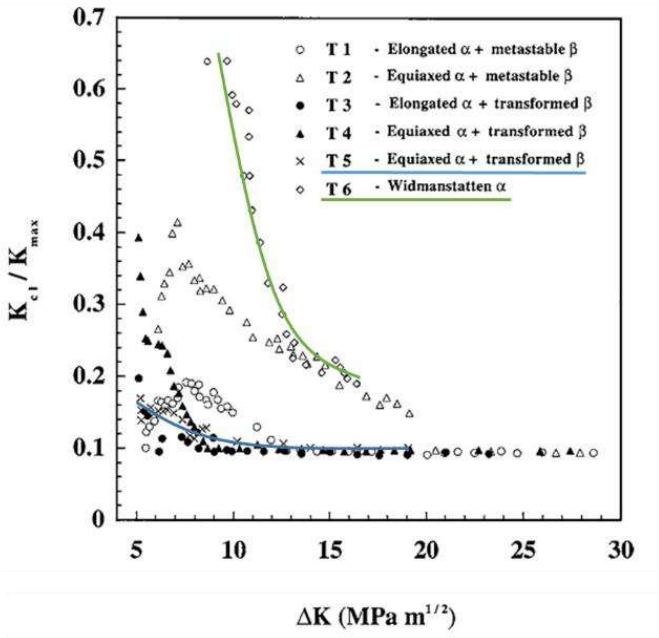
#### *1.3.3.1. Fermeture de fissure et influence de la géométrie du front de fissure*

La propagation de fissure plus lente dans la microstructure lamellaire vis-à-vis des microstructures bimodales doit non seulement être discutée au vu du chemin de fissure tortueux et des déviations de fissure retardant l'avancée de fissure (effet intrinsèque à la microstructure), mais également en prenant en compte le phénomène de fermeture de fissure (effet de sillage). La fermeture de fissure est responsable d'un ralentissement des vitesses de fissuration, en consommant une partie du chargement appliqué seulement pour ouvrir la fissure, sans qu'elle ne soit effectivement mise à contribution pour la propagation [25–27].

Saxena et. al [22] rapportent une propagation considérablement ralentie (d'un rapport 10 pour des valeurs de ΔK inférieures à 10 MPa.m$^{1/2}$) au sein d'une microstructure Widmanstätten (T6) vis-à-vis de la microstructure bimodale (T5) comme l'indique la Figure I. 23.a. Les auteurs associent à ce constat des valeurs de seuils de propagation plus élevées ainsi que de plus hauts niveaux de fermeture de fissure dans le cas d'une microstructure de type Widmanstätten par rapport au cas bimodal. La Figure I. 23.b montre en effet que, pour une même valeur de ΔK, la contribution de la fermeture caractérisée par le rapport $K_{cl}/K_{max}$ est plus élevée pour la microstructure Widmanstätten que pour le cas d'une structure bimodale ($K_{cl}$ etant la valeur du facteur intensité de contraintes au passage d'une fissure fermée à une fissure ouverte).




(*a*)




(*b*)

| Micro-structure | $\Delta K_{th}$ (MPa$\sqrt{m}$) | Crack Closure Data: Peak $K_{cl}/K_{max}$ | Peak $K_{cl}/K_{max}$ attained at $\Delta K$ (MPa$\sqrt{m}$) | $K_{cl}/K_{max} = 0.1$ Condition Attained at $\Delta K$ (MPa$\sqrt{m}$) |
|---|---|---|---|---|
| T1 | 5.2 | 0.20 | 7.5 | 12 |
| T2 | 6.2 | 0.40 | 7.3 | 20 |
| T3 | 5.2 | 0.20 | 5.2 | 18 |
| T4 | 5.1 | 0.40 | 5.1 | 8 |
| T5 | 5.2 | 0.15 | 6.4 | 8 |
| T6 | 9.4 | 0.65 | 9.0 | 20 |

(*c*)

*Figure I. 23: comparaison du comportement en fissuration de microstructures équiaxes (T5) et Widmanstätten (T6) dans l'étude de Saxena et al. [22], a) courbes de fissuration, b) tracé de la contribution de la fermeture Kcl/Kmax=f(ΔK), c) valeurs de seuil de fissuration et d'extinction de la contribution de la fermeture*

De même, les effets de la fermeture de fissure s'estompent rapidement dès $\Delta K$=8 MPa.m$^{1/2}$ dans le cas d'une structure bimodale ($K_{cl}/K_{max}$=0.1 étant considéré comme le seuil d'extinction de la contribution de la fermeture), alors que le cas Widmanstätten conserve une part élevée de fermeture, même à des valeurs de $\Delta K$ élevées (20 MPa.m$^{1/2}$) comme l'indique la Figure I. 23.c. Ces résultats font écho à ceux rapportés précédemment dans les travaux de Verdhan et al., où la différence entre la valeur de seuil avec et sans mesure de fermeture est plus importante pour la microstructure aciculaire que dans le cas bimodal, témoignant d'un fort effet de fermeture de fissure dans les microstructures lamellaires.

Ces forts niveaux de fermeture pour les microstructures lamellaires sont directement liés à la topographie accidentée développée après rupture. La tortuosité du chemin de fissuration laisse un fort relief et une forte rugosité propices à créer, par contact mécanique des deux bords de fissure, la fermeture de celle-ci (fermeture liée à la rugosité) [18].

Benedetti et al. [28] confirment une meilleure tenue à la fissuration dans le cas de microstructures lamellaires vis-à-vis de microstructures bimodales prises séparément. Cependant ces derniers mettent en avant l'influence de la géométrie du front de fissure, en considérant des éprouvettes à gradient de microstructure bimodale→lamellaire et lamellaire→bimodale, illustrées sur la Figure I. 24 pour deux alliages de l'étude : le TA6V et le Ti6242.

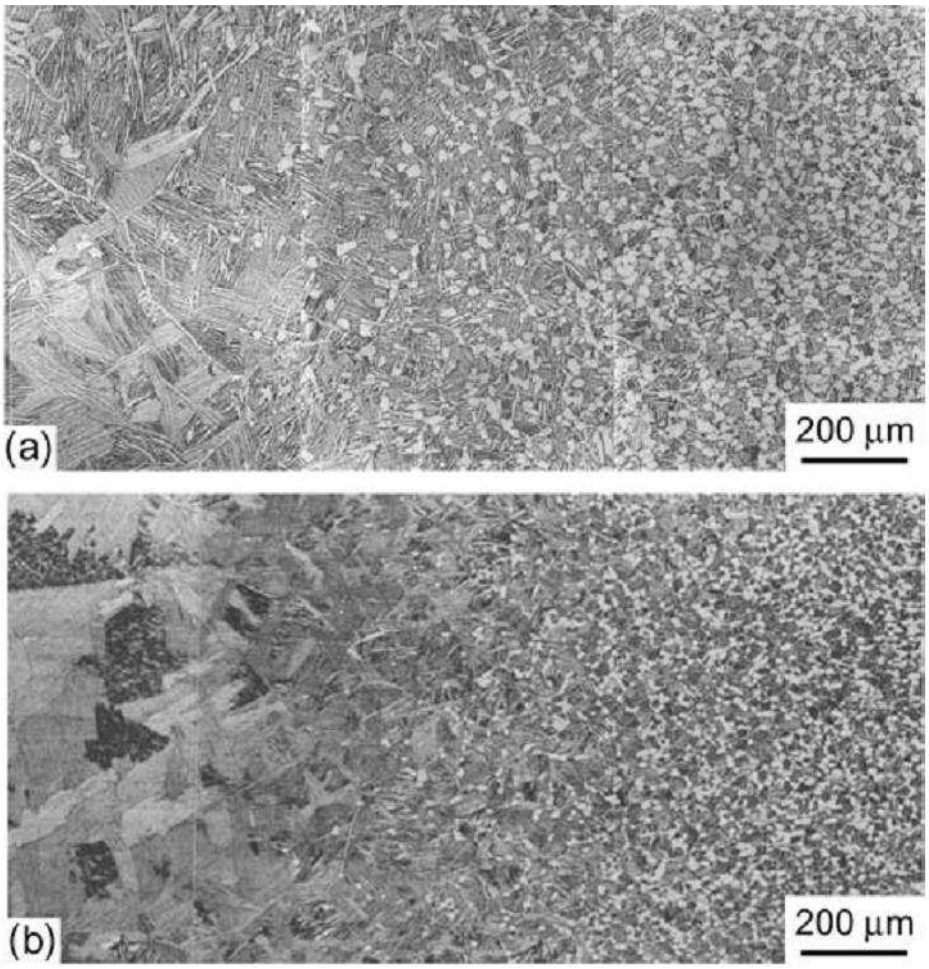



*Figure I. 24: détail des gradients de microstructure lamellaire→ bimodale de l'étude de Benedetti et al. [28] pour a) le TA6V, b) le Ti 6242*

En s'intéressant à la zone de transition de la microstructure, matérialisée par des traits discontinus sur les courbes de propagation sur la Figure I. 25, les auteurs remarquent que les vitesses de propagation au passage dans la seconde microstructure étaient similaires à celles développées dans la microstructure initiale pré-transitionnelle. Ce phénomène restant valable sur une zone de fissuration plus étendue que le gradient de microstructure, les auteurs imputent donc leurs résultats à des paramètres extrinsèques au gradient de microstructure en lui-même.

Ainsi Benedettti et al. concluent qu'en diminuant la rugosité du front de fissure (passage lamellaire→bimodal) ou en l'augmentant (passage bimodal→lamellaire), le facteur conditionnant la vitesse de fissuration, quelque soit le milieu de propagation, reste la géométrie du front de fissure issue de la microstructure initiale pré-transitionnelle. Les résistances intrinsèques aux microstructures post-transitionnelles, qu'elles soient purement lamellaires ou bimodales, sont alors de second ordre.

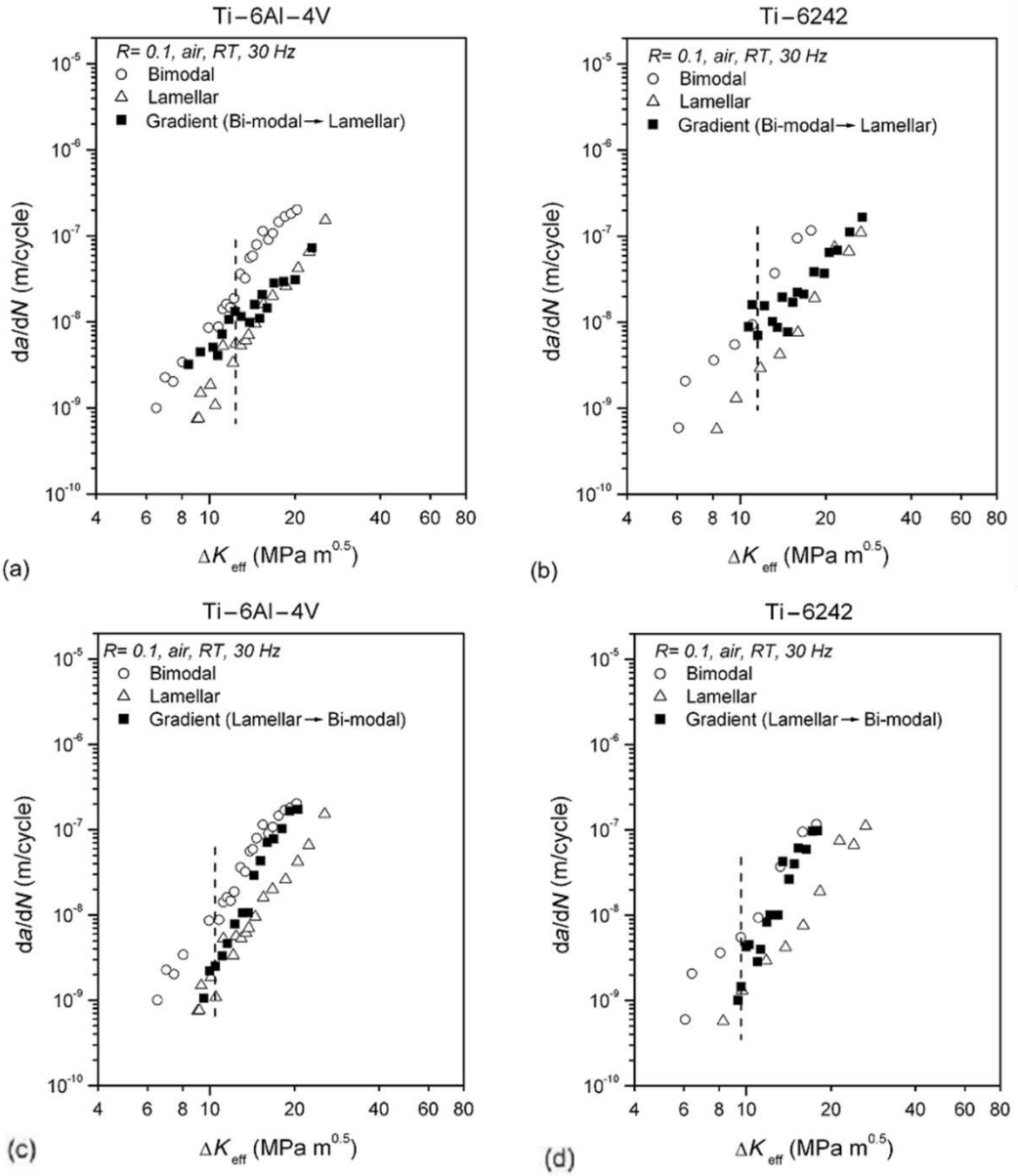



*Figure I. 25: courbes de fissuration des éprouvettes à gradient de microstructure bimodale→lamellaire pour le a) TA6V, b) Ti6242. Courbes de fissuration des éprouvettes à gradient de microstructure lamellaire →bimodale pour le c) TA6V, d) Ti6242 [28].*

### *1.3.3.2. Effet de la taille de la microstructure*

Au sein des microstructures équiaxes ou bimodales, l'effet de la taille de microstructure concerne principalement le durcissement par la taille de grains (nodules α) de type Hall et Petch. Dans le cas des microstructures lamellaires, l'influence de la taille de la colonie de lamelles α doit être prise en compte. De façon générale, Sinha et al. [29] ont démontré que les vitesses de fissuration dans un alliage TA6V présentant une microstructure lamellaire, étaient plus lentes dans le cas d'une taille de colonie importante (microstructure C sur la Figure I. 26) que dans le cas d'une microstructure plus fine (microstructure A ou B). L'examen fractographique de ces microstructures aux tailles de colonies différentes apportées sur la Figure I. 27 met en avant des facettes plus larges ainsi qu'une rugosité plus marquée dans le cas des microstructures aux tailles de lamelles plus élevées. Ces dernières sont plus propices aux déviations de fissures, à la fissuration secondaire et aux effets de fermeture, autant de paramètres ralentissant la propagation de la rupture pouvant expliquer les vitesses de fissuration plus lentes. Le Tableau I. 7 synthétise les paramètres microstructuraux de cette étude et la Figure I. 28 apporte les résultats des essais de fissuration évoqués précédemment.

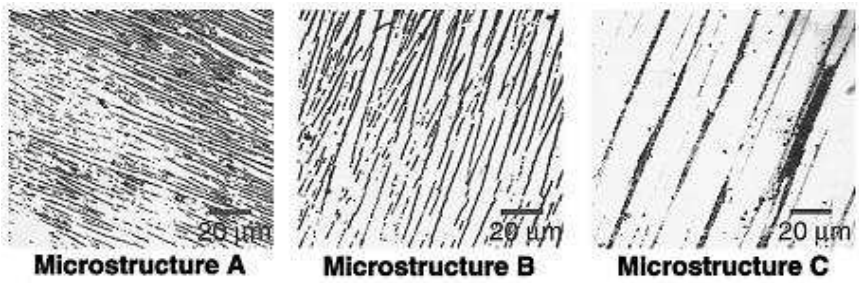



*Figure I. 27: microstructures avec différentes tailles de lamelles α obtenues dans l'étude de Sinha et al. [29]*

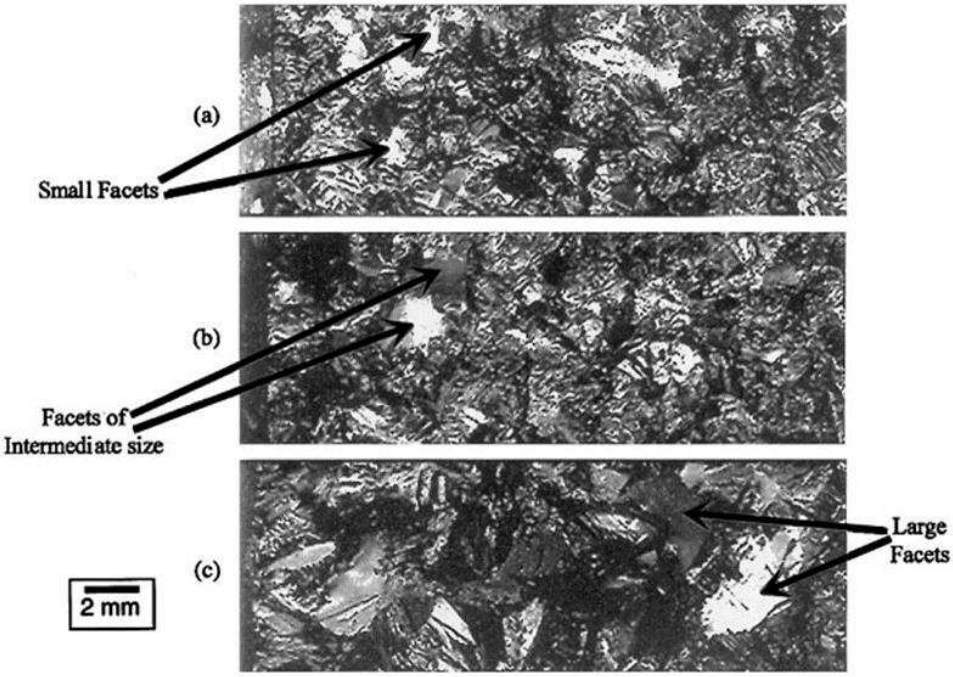



*Figure I. 26: faciès de rupture des microstructures a) A, b) B et c) C de l'étude de Sinha et al. [29]*

| Microstructure[a] | β layer continuity (yes/no) | Widmanstätten colony size (μm) | α lath size (μm) | Volume % α | Volume % β | UTS (MPa) | $\varepsilon_f$ (%) | Fracture toughness, $K_{Ic}$ (MPA$\sqrt{m}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| A | No | 118.20 ± 2.74 | 3.45 ± 0.61 | 66.65 | 33.35 | 912 | 7 | 121 |
| B | No | 168.88 ± 5.03 | 6.59 ± 0.21 | 78.56 | 21.44 | 878 | 11.9 | 109[b] |
| C | Yes | 312.50 ± 17.22 | 14.14 ± 0.88 | 77.91 | 22.09 | 934 | 7.6 | 152[b] |

*Tableau I. 7: synthèse des caractéristiques microstructurales et mécaniques des matériaux de l'étude de Sinha et al. [29]*

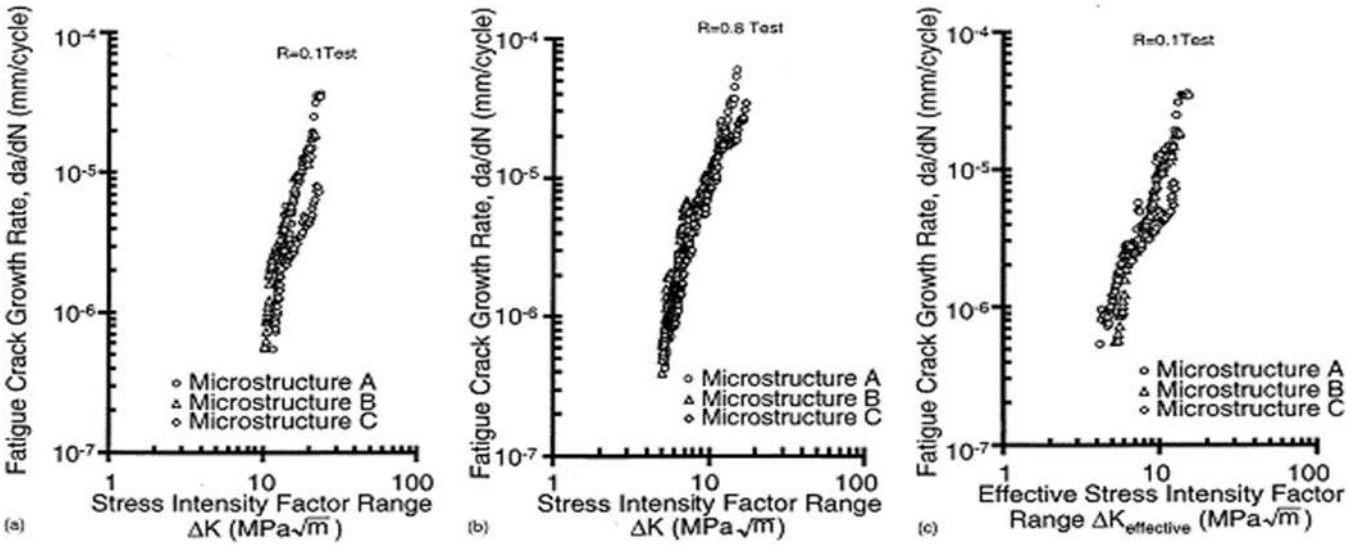



*Figure I. 28: essais de fissuration opérés sur les trois tailles de microstructure de l'étude Sinha et al. [29], pour des rapports de charge de a) 0.1, b) 0.8, c) 0.1 avec prise en compte des effets de fermeture de fissure*

Les résultats précédents ont été confimés par les études de Yoder et al. concernant un alliage de TA6V polycrystallin [19,30]. Pour une valeur de ΔK donnée, une baisse systématique des vitesses de propagation de fissure (donc une résistance à la fissuration croissante) a été observée avec les tailles de colonies croissantes comme l'indique la Figure I. 29.

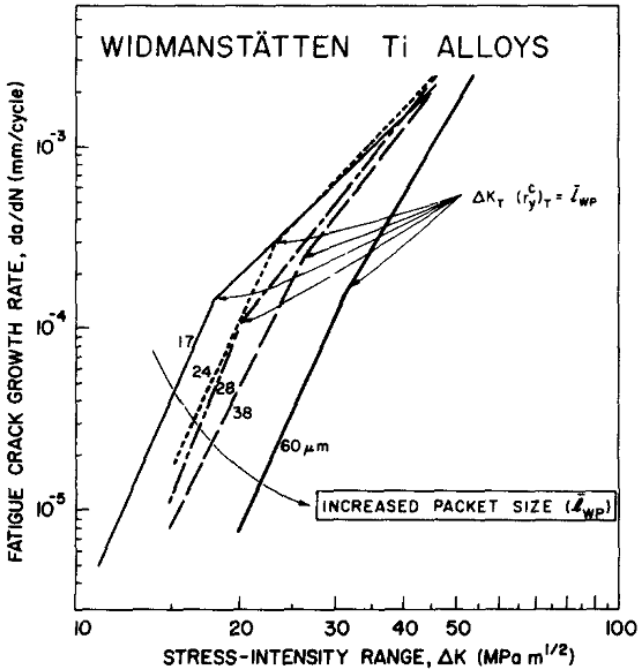



*Figure I. 29: influence de la taille de colonie de lamelles sur la résistance à la propagation de fissure au sein d'un alliage TA6V à microstructure Widmanstätten [30].*

Jin et al. [31] montrent sur la Figure I. 30 les mêmes tendances au sein d'un alliage Ti 6242 où la propagation des fissures longues est affectée par les variations dans la taille et l'orientation cristallographique des colonies voisines au sein desquelles la fissure doit progresser.

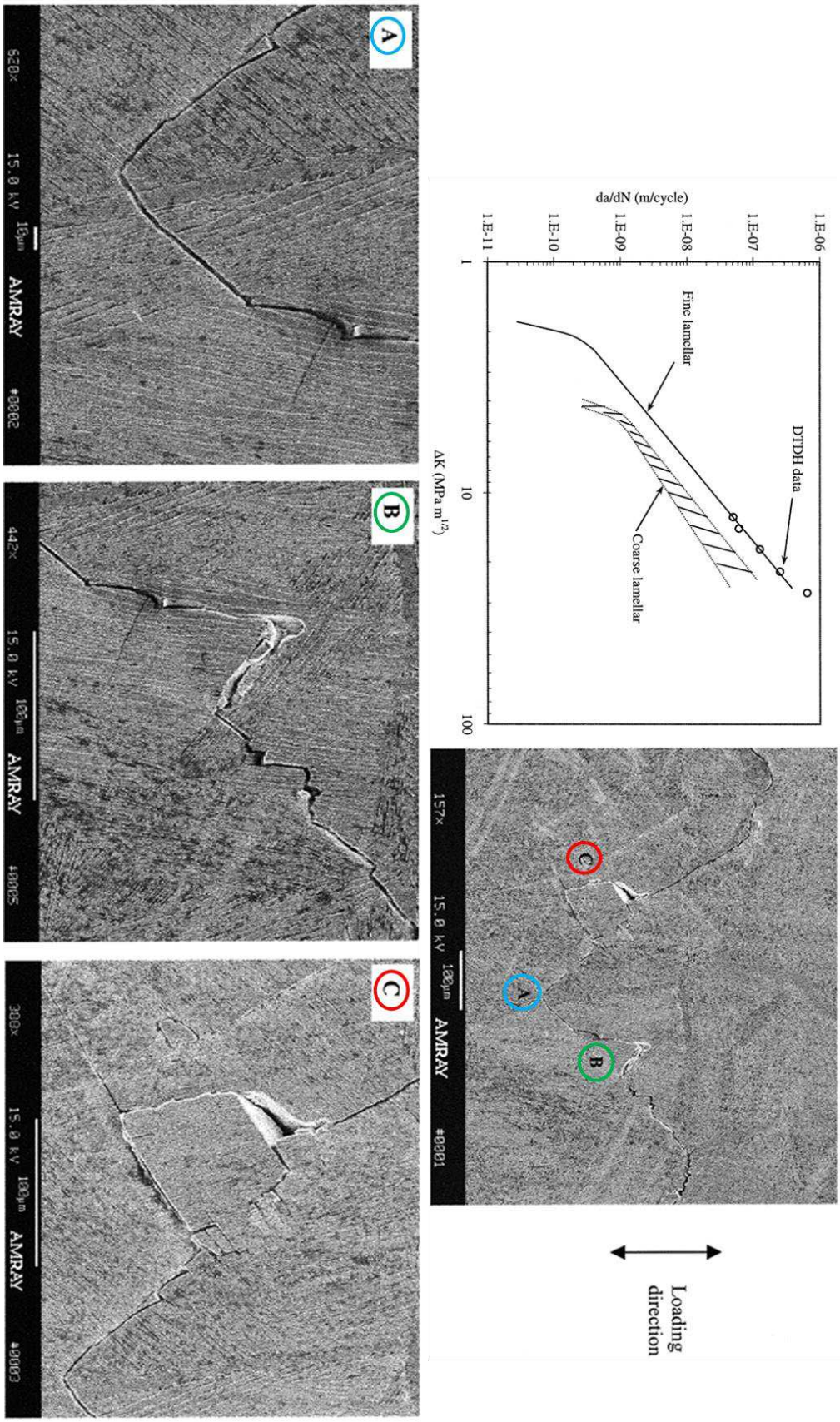



*Figure I. 30: influence de la taille de colonie de lamelles sur la propagation de fissure (avec des données issues du Damage Tolerant Design Handbook, DTDH) et illustration de l'interaction colonie -fissure dans les travaux de Jin et al. [31]*

#### *1.3.3.3. Rôle de la phase β*

Sinha et al.[29] notent que les différences dans les courbes da/dN=f(ΔK) entre différentes tailles de colonies de lamelles sont peu marquées une fois la correction de fermeture effectuée (Figure I. 28.c), mais la microstructure C (la plus large) se démarque avec une meilleure résistance. Des différences intrinsèques aux tailles de colonies de lamelles α existent donc, au-delà des effets de fermeture. Dans le Tableau I. 7, il peut être noté que le film de phase β entre lamelles est discontinu dans les cas A et B, le cas C étant le seul à contenir une couche de phase β continue. Ceci permet de retenir la piste de la morphologie continue de la phase β interlamellaire comme un des éléments à investiguer pour analyser la résistance à la fissuration de telles microstructures.

Il est à souligner ici le rôle de barrière microstructurale de la phase β dans la progression de la fissuration. De manière générale, la phase β est considérée comme plus ductile que la phase α [32]. Cette ductilité permet de freiner la progression de microfissures, d'autant plus que le film de phase β entre lamelles α est épais et en fraction volumique importante [32]. Saxena et al. [22] ont également reporté dans ses travaux l'influence de la phase β dans la résistance à la propagation. En comparant des microstructures contenant soit une phase β métastable (formée après une trempe rapide à l'eau depuis le domaine β), soit une phase β transformée (colonies de lamelles α au sein d'ex-grains β formée après un refroidissement lent à l'air), la phase β métastable a été identifiée comme ayant moins de résistance en traction et plus de ductilité que la phase β transformée. La ductilité de la phase β métastable lui confère une capacité à s'étirer et favoriser l'émoussement en pointe de fissure. Il en résulte une meilleure résistance à la propagation de fissure dans le cas de microstructures présentant une phase β métastable par rapport à celles contenant de la phase β transformée.

#### *1.3.3.4. Interaction entre microstructure et taille de la zone plastique*

Les études de Lankford [33], Irving et Beevers [34] ont mis en évidence la sensibilité de la fissuration à l'interaction entre la taille de zone plastifiée en pointe de fissure, et la taille moyenne de l'unité microstructurale considérée (épaisseur de lamelle, taille de colonie de lamelle, de nodule α ou ex-grain β). Les tailles de zone plastifiée monotone (maximum plastic zone) et cyclique (reverse plastic zone) en déformations planes sont données respectivement par les expressions [34]:

$$\text{Maximum plastic zone size} = \frac{K\max^2}{3\pi\sigma_y^2}$$

$$\text{Reverse plastic zone size} = \frac{\Delta K^2}{12\pi\sigma_y^2}.$$

où $\sigma_y$ est la limite d'élasticité du matériau.

En comparant différents travaux, Lankford [33] a pu établir une base de données pour comparer les comportements en fissuration de différents matériaux (aciers, alliages de titane). L'interaction possible entre trois paramètres, la taille de fissure, la taille d'élément microstructural caractéristique (taille de grain moyenne en général, taille des plaquettes de martensite dans le cas des aciers trempés et revenus) et la dimension de la zone plastique monotone, a ainsi été évaluée. Lankford conclut que le critère pertinent pour déterminer le cas d'une fissuration sensible ou non à la microstructure reste de considérer le rapport entre la taille de zone plastifiée et la dimension de l'unité microstructurale caractéristique.

La fissuration est alors sensible à la microstructure tant que la zone plastifiée reste de dimension inférieure à l'unité microstructurale considérée. Lorsque cette taille de zone plastique en pointe de fissure dépasse la dimension microstructurale en question, la propagation de fissure devient indépendante de la microstructure.

Dans la continuité, Irving et Beevers [34] ont pour leur part considéré différentes microstructures d'un alliage TA6V pour déterminer l'impact de la microstructure sur les propriétés en fissuration. Les caractéristiques des microstructures étudiées sont rappelées dans la Figure I. 31 et le Tableau I. 8:

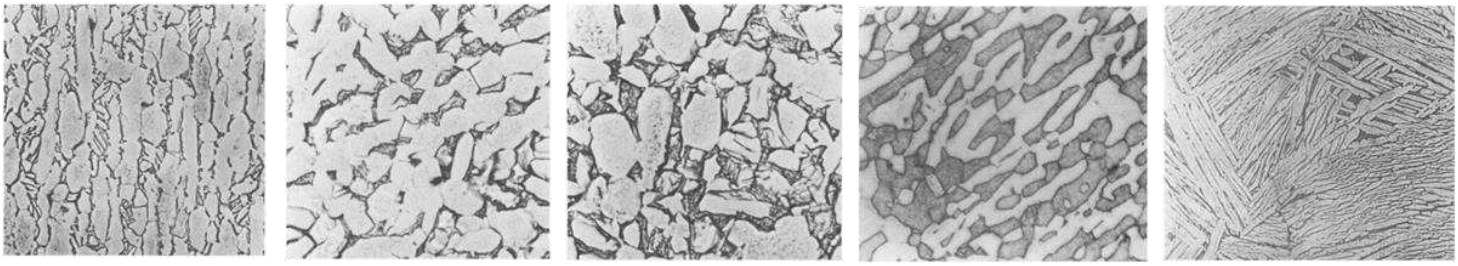


*Figure I. 31: microstructures étudiées dans les travaux d'Irving et Beevers [34], a) état de réception, b) transformed β-1, c) transformed β-2, d) martensitique, e) Widmanstätten, échelle non disponible.*

| *Microstructure* | *Heat treatment* | *α Grain size (μm)* | *β or Transformed β grain size (μm)* | *% Second phase* | *Yield strength (MN m⁻²)* |
|---|---|---|---|---|---|
| As received | Hot rolled ∿ 950°C 80—90% — air cool + 2 h at 700°C + air cool | 3.2 ± 2.1 | 0.8 ± 0.7 | 14 | 863 |
| Transformed β (1) | As received + 30 min at 800°C + air cool | 3.1 ± 2.2 | 1.4 ± 1.2 | 17 | 850 |
| Transformed β (2) | As received + 930°C 30 min + air cool | 3.4 ± 2.8 | 2.2 ± 1.7 | 25 | 835 |
| Martensitic | As received + 920°C 30 min + WQ + 8 h at 500°C | 3.5 ± 2.8 | 2.1 ± 1.5 | 50 | 1,000 |
| β Annealed | As received + 1020°C 20 min + 920°C 30 min + air cool | 8.0 ± 3.0 | Widmanstatten colony size 93 | 12 | 752 |

*Tableau I. 8: synthèse des caractéristiques des microstructures étudiées dans les travaux d'Irving et Beevers [34].*

Irving et Beevers ont noté que la fissuration sensible à la microstructure se caractérise par des fissures irrégulières déviant souvent du plan de fissuration principal, le degré d'irrégularité des faciès de fissuration étant relié à la taille de la microstructure considérée, ici la taille de grain α.

Il est possible de constater sur la Figure I. 32 regroupant les courbes da/dN=f(ΔK) des différentes microstructures présentes, que la propagation de fissure est effectivement sensible aux différences microstructurales pour des valeur de ΔK inférieures à 10-12 MPa.m$^{1/2}$. Au-delà de cette valeur de ΔK, la fissuration devient indépendante de la microstructure.

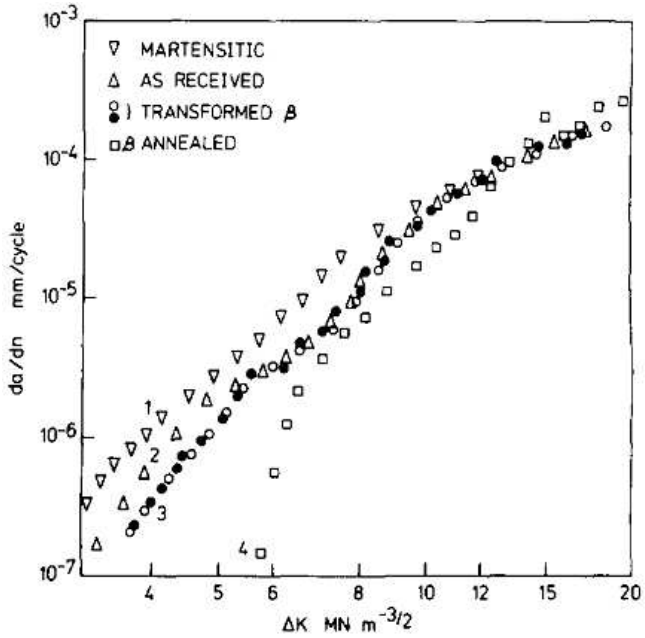



*Figure I. 32: courbes de fissuration obtenues pour les différentes microstructures de l'étude d'Irving et Beevers [34].*

Irving et Beevers ont évalué que la transition entre le domaine de fissuration sensible puis indépendant à la microstructure intervient lorsque les tailles de zone plastifiée cyclique sont effectivement de l'ordre de grandeur des détails microstructuraux en présence, la taille de grain α en l'occurrence. Ces résultats indiqués sur le Tableau I. 9 sont en cohérence avec les résultats de Lankford cités précédemment.

| *Micro-structure* | *α G.s. (μm)* | *β G.s. (μm)* | *Max plastic zone size (μm)* | *Reverse plastic zone size (μm)* |
|---|---|---|---|---|
| As received | 3.2±2.1 | 0.8±0.7 | 32.0 | 3.6 |
| Trans β (1) | 3.1±2.2 | 1.4±1.2 | 33.0 | 3.7 |
| Trans β (2) | 3.4±2.8 | 2.2±1.7 | 34.2 | 3.8 |
| Martensitic | 3.5±2.8 | 2.1±1.5 | 24.0 | 2.9 |
| β Annealed | 8.0±3.0 | Widman-statten colony size 93 | 42 | 6.8 |

*Tableau I. 9: comparaison des tailles des éléments microstructuraux avec les tailles de zone plastique monotone et cyclique, développées lors de la transition fissuration sensible/insensible à la microstructure [34].*

Il est intéressant de noter les analyses fractographiques menées dans l'étude d'Irving et Beevers [34] sur les faciès de rupture sensibles à la microstructure (Figure I. 33). Ces derniers se distinguent par la présence de facettes formées au sein des grains α, et au niveau de la phase β par une rupture ductile par décohésion aux interfaces α/β. L'apparition de ces facettes serait liée à la formation d'une zone plastifiée de taille supérieure à la taille de grain α. Les zones de ruptures insensibles à la microstructure sont quant à elles d'apparence amorphe, plus régulière, homogène et moins accidentée. Irving et Beevers mettent en avant un modèle de rupture suivant deux stades :

- Une rupture sensible à la microstructure avec formation de facettes en pointe de fissure, contrôlée par le chargement cyclique ΔK.
- La séparation des ligaments entre facettes, contrôlé par la composante statique $K_{max}$.

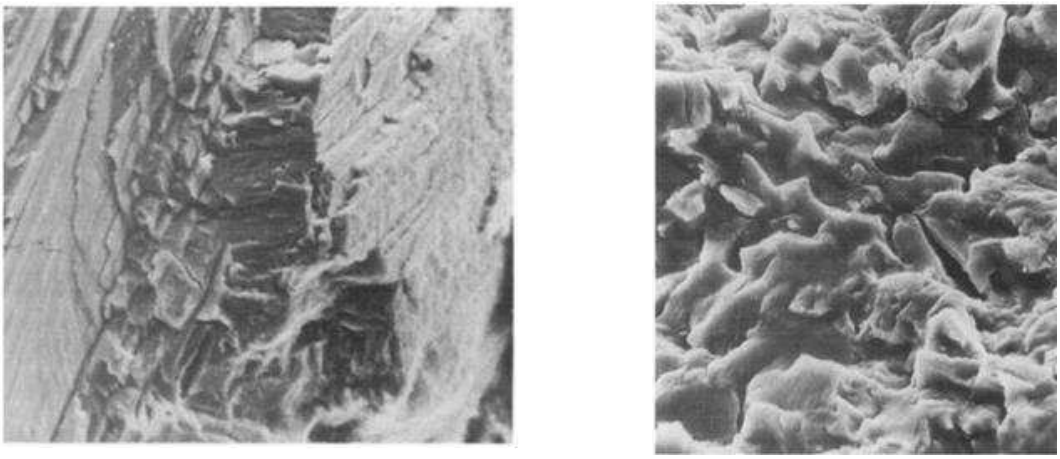


*Figure I. 33: faciès de rupture sensible à la microstructure (gauche, microstructure β annealed), et faciès de rupture insensible à la microstructure (droite, microstructure transformed β), échelle non disponible [34].*

La conclusion des études de Lankford, d'Irving et Beevers est reprise et vérifiée par Wanhill et al. [8] ainsi que Yoder et al. [30] qui observent des transitions dans le comportement en fissuration entre une première partie sensible à la microstructure et une seconde partie insensible, caractérisée par un changement de pente des courbes de fissuration. Ce comportement bilinéaire matérialisé par une valeur de $\Delta K_T$ de transition, ou l'une des tailles de zone plastifiée (monotone ou cyclique) devient égale et excède la taille d'unité microstructurale, est fréquemment rapportée au sein des alliages de titane [8,30]. Ce fait est illustré sur la Figure I. 34.

Enfin, Ravichandran [32] a étudié l'évolution de la valeur effective du seuil de fissuration en fonction du rapport entre la taille d'un paramètre microstructural caractéristique (taille moyenne des lamelles α dans le cas d'un alliage TA6V de microstructure Widmanstätten, taille de grain α moyen dans les autres cas) et la taille de zone plastifiée cyclique. La courbe obtenue est reportée sur la Figure I. 35: elle présente une asymptote verticale lorsque le rapport taille de microstructure/taille de zone plastifiée cyclique atteint l'unité. Cette observation montre qu'en ne considérant que l'effet de taille d'élément microstructural, la résistance à la fissuration est maximale lorsque la dimension de la zone plastifiée est de l'ordre de celle de l'élément.

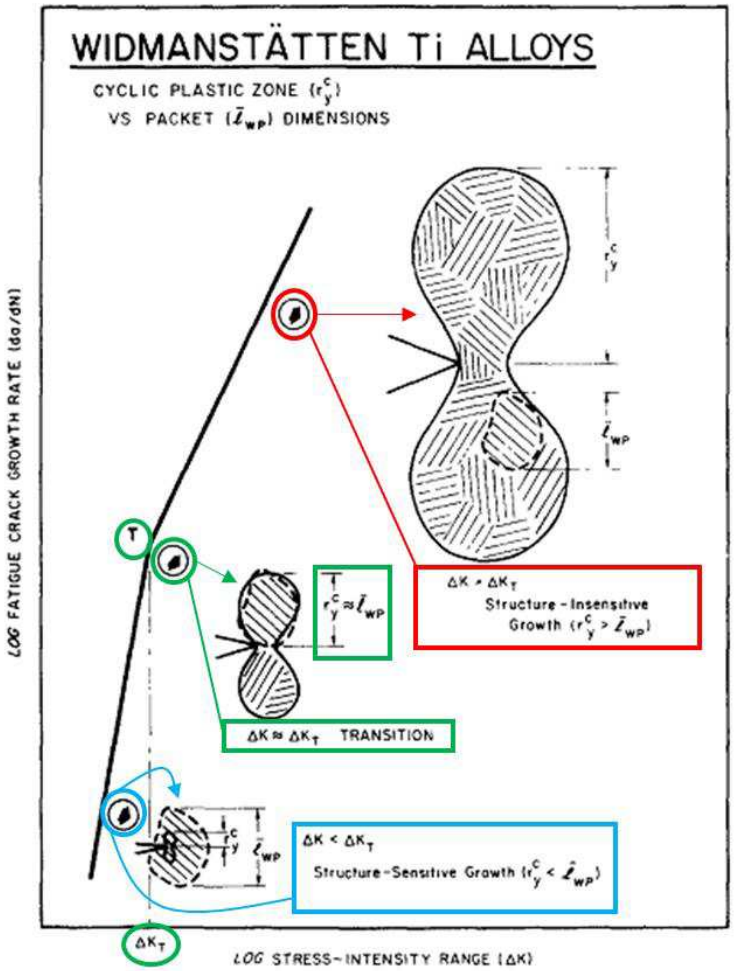



*Figure I. 34: illustration du comportement bilinéaire observé au sein d'alliages de titane à la microstructure Widmanstätten. L'évolution de la taille de zone plastique cyclique en pointe de fissure et son interaction avec l'unité microstructurale qu'est la colonie de lamelle est également indiquée près de la courbe de fissuration théorique [30].*

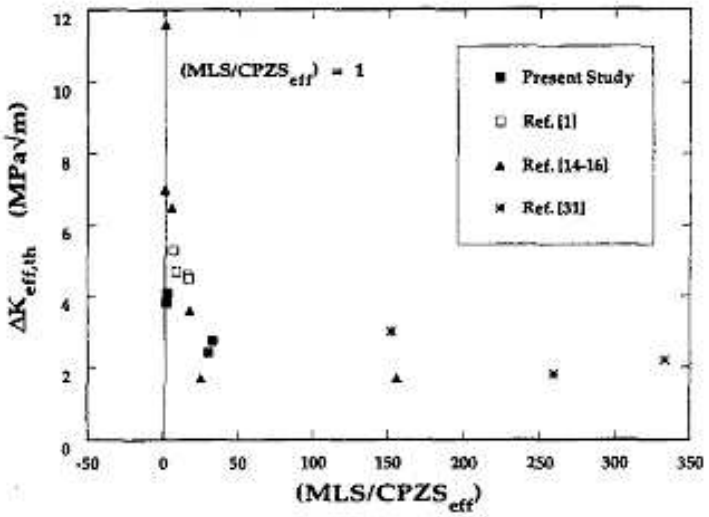



*Figure I. 35: évolution du seuil de fissuration effectif en fonction du rapport entre la taille de l'unité microstructure et la taille de zone plastique cyclique au sein d'un alliage TA6V, dans l'étude de Ravichandran [32].*

## 1.4. Mécanismes de rupture en pointe de fissure

Les parties précédentes se sont attachées à détailler les différentes microstructures obtenues dans les alliages de titane, ainsi que la réponse des éléments qui les composent face à la propagation de fissure. La suite s'attache à apporter des éléments de compréhension des mécanismes de la rupture, conduisant aux détails caractéristiques rencontrés sur les faciès.

### 1.4.1. Rupture transgranulaire et interaction avec les colonies de lamelles

Ward-Close et Beevers [23] ont recensé trois principaux mécanismes de rupture transgranulaire et ont mis en évidence le lien entre ces mécanismes et l'orientation cristalline dans un alliage commercialement pur (IMI 155). Le premier mode de rupture, par clivage, est illustré sur la Figure I. 36.

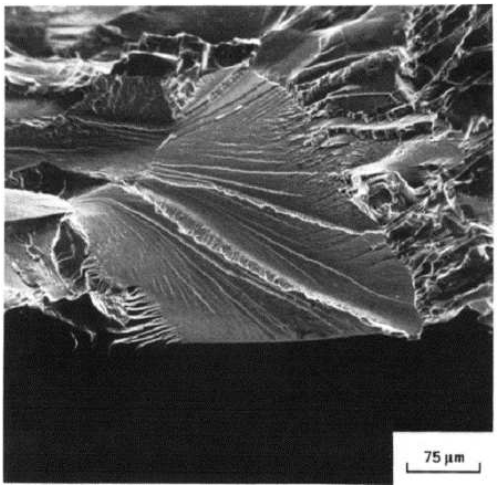



*Figure I. 36: exemple de rupture par clivage au sein d'un alliage IMI 155 [23].*

Il se distingue par des facettes nettes, parcourues de lignes de rivière plus ou moins parallèles à la direction de propagation, émergeant le plus souvent d'un seul point d'initiation. Du point de vue cristallographique, ce mode de rupture se produit le long de plans de glissements planaires orientés à 45° vis-à-vis du chargement où la valeur facteur de Schmid, et par conséquent la valeur de la cission critique résolue sont les plus élevées [35].

La rupture par clivage adopte principalement le plan basal comme plan de rupture. Ce mécanisme d'avancement de fissure intervient principalement lorsque le grain présente une orientation positionnant le plan basal dans le plan de fissuration.

En effet, la probabilité de relaxation de contraintes par activation de systèmes de glissement prismatiques est alors minimisée, la contrainte de traction étant maximale au sein du plan basal, conduisant à une rupture caractéristique suivant les plans (0002), illustrée sur la Figure I. 37. Pilchak et al. [35] insistent cependant sur le fait qu'une facette de clivage n'est pas nécessairement le résultat d'une rupture se produisant en un seul cycle de chargement, mais plutôt le résultat d'un processus de

dégradation progressif s'étalant sur plusieurs cycles. Dans le cas d'un alliage TA6V élaboré par la métallurgie des poudres, les auteurs ont mis en avant qu'une facette d'orientation apparemment non-basale résultait dans les faits d'une progression de la rupture suivant une succession de ruptures suivant le plan de base (0001). Ces facettes successives forment des terrasses, reliées entre elles par des changements de plans suivant des plans prismatiques $(0\bar{1}10)$ formant des marches caractéristiques.

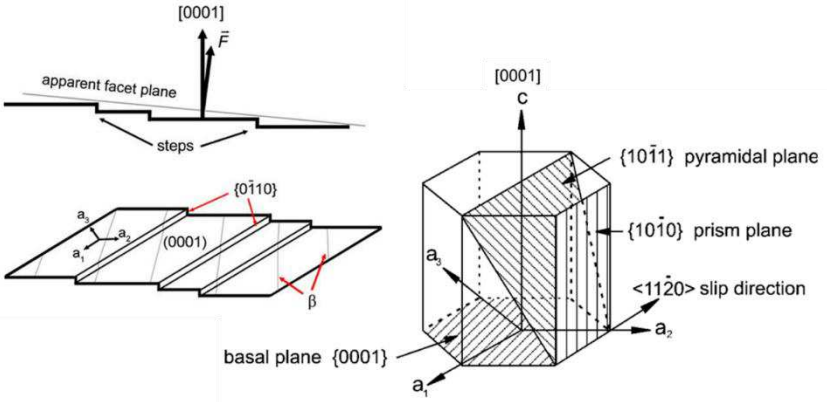



*Figure I. 37: mécanismes de formation de facettes rapportées par Pilchak et al. [35]. Les plans de glissement au sein de la maille hexagonale sont également rappelés [2]*

Les autres mécanismes de propagation de fissure observés au sein de l'IMI 155 mettent en jeu des plans orientés à 90° du plan basal. De par le faciès de rupture qu'ils produisent, Ward Close et Beevers [23] ont distingué un second mécanisme de formation de stries fines globalement perpendiculaires à la direction de fissuration. Les stries peuvent adopter des morphologies régulières avec un espacement entre deux lignes successives de quelques microns ou se présenter sous forme de fissures irrégulières où l'espacement entre fissures est plus important que dans le premier cas. A certains points et pour de fortes valeurs de $\Delta K$ (>19 MPa.m$^{1/2}$ dans l'étude de Ward-Close et Beevers), des morphologies formant des hachures ont été constatées, regroupées sous le terme « cross-hatch ».

Egalement, des changements de plan de fissuration ont été observés au sein de zones développant des stries comme illustré sur la figure Figure I. 38.c. Cristallographiquement, les stries décrivent des lignes parallèles à la direction [0001]. Elles sont caractéristiques d'un mode de rupture par activation de 2 plans de glissement parmi les plans prismatiques. Les lignes successives témoignent de la succession entre activité plastique et émoussement en pointe de fissure.

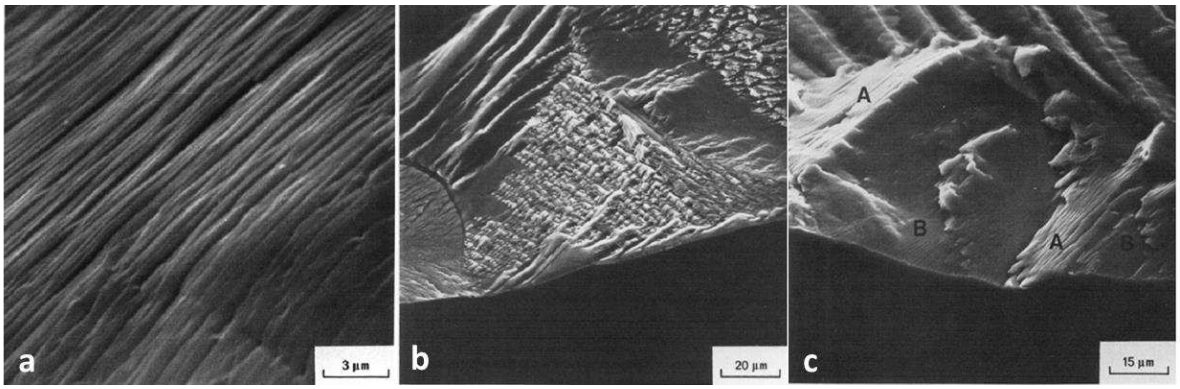



*Figure I. 38: détails des mécanismes de rupture par formation de stries, a) stries régulières, b) morphologie hachurée ou « cross-hatch », c) changement de plan de rupture entre deux régions marquées par des stries de fissuration [23]*

Le troisième mécanisme de fissuration est caractérisé par la formation de sillons plus ou moins parallèles à la direction de propagation. Ces sillons sont espacés d'une dizaine de microns, suivant des directions également parallèles à la direction [0001]. Ces morphologies se forment préférentiellement dans les grains ayant l'axe c faiblement désorienté vis-à-vis de la direction initiale de propagation de fissure. Sur la Figure I. 39, ces sillons sont associés de manière systématique à des bandes de glissement très fines espacées de 0.5 microns, formant un angle de 30° avec les sillons (flèches).

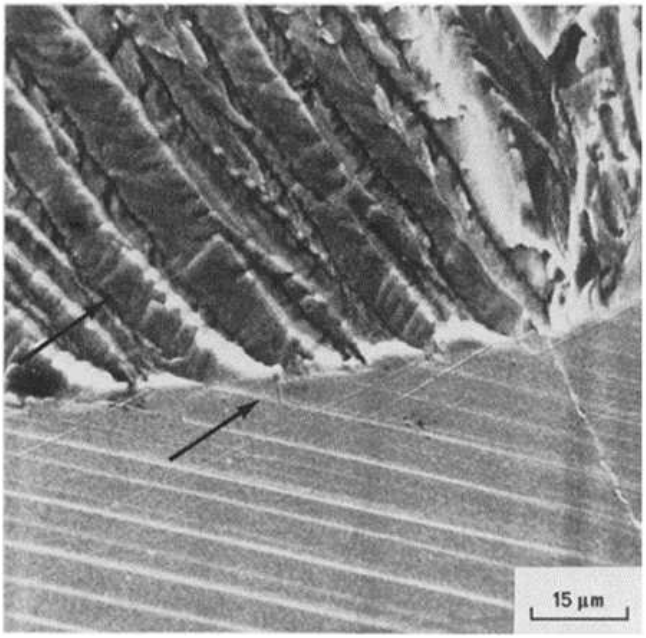



*Figure I. 39: illustration du mode de rupture par formation de sillons au sein d'un alliage IMI 155 [23]*

Le mode de rupture par clivage est quant à lui le mécanisme pour lequel la vitesse de propagation de fissure est la plus élevée. Les résultats sur la Figure I. 40 montrent qu'au sein de grains individuels, la rupture cristallographique par clivage peut atteindre des vitesses supérieures d'un facteur 10 aux autres modes de fissuration.

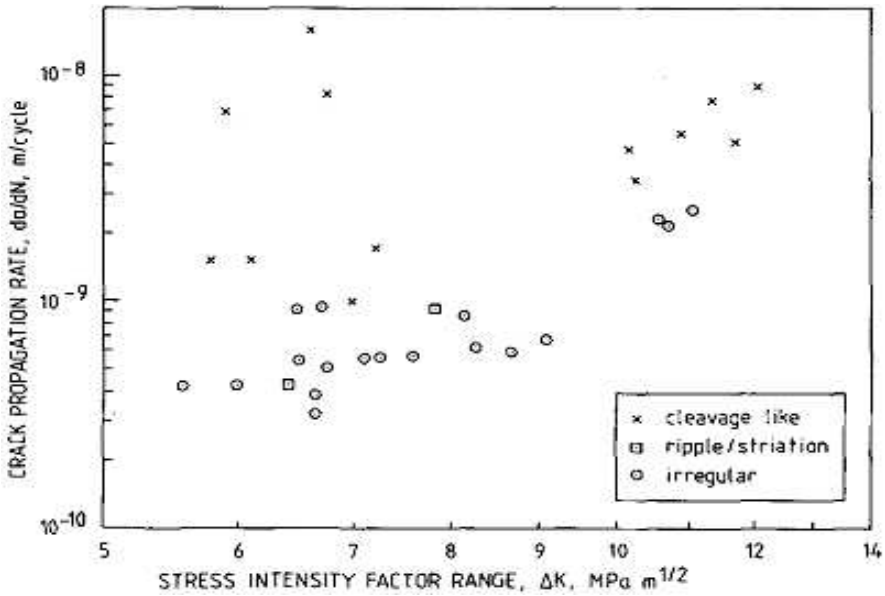



*Figure I. 40: vitesses de fissuration associées à chaque mode de rupture de l'étude de Ward-close et Beevers [23]*

Ce constat est appuyé par les résultats de Brown et Hicks [36] sur l'alliage IMI 685, qui classent le mode de rupture cristallographique au premier rang en termes de vitesse de fissuration associée, les autres modes de rupture arrivant dans l'ordre de vitesses de fissuration décroissant : séparation entre colonies de lamelles α et interfaces α/β, rupture non-cristallographique. La mesure des vitesses de propagation de fissures des différents mécanismes (nuages de points) a été effectuée par le suivi de répliques à faible fréquence (0.25 Hz) et à R=0, tandis que le comportement macroscopique moyen du matériau a été évalué pour un chargement à 100 Hz et R=0.33 (lignes continues), comme illustré sur la Figure I. 41. En croisant les données des courbes de propagation de la Figure I. 41 et l'observation de l'avancée de la fissure sur la Figure I. 42, il est possible de constater en deux temps :

- La fissuration trans-colonie au départ avec un mode de rupture cristallographique (C) pour de faibles valeurs de ΔK, associée à des vitesses d'avancée de fissure plus élevées (nuage de points bleus)
- L'évolution vers un mode de propagation inter-colonies le long des joints des ex-grains β (B), avec des vitesses de propagation plus lentes (nuage de points rouge).

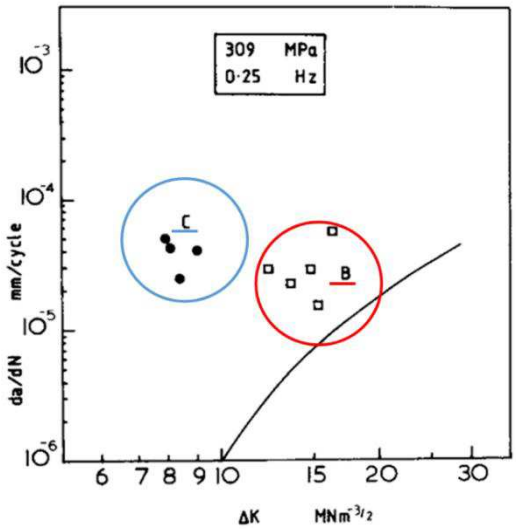



*Figure I. 41: comparaison des vitesses de fissuration par rupture cristallographique (C), par séparation au niveau des joints de colonies (B), comportement macroscopique moyen (traits continus) pour l'étude de Brown et Hicks [36].*

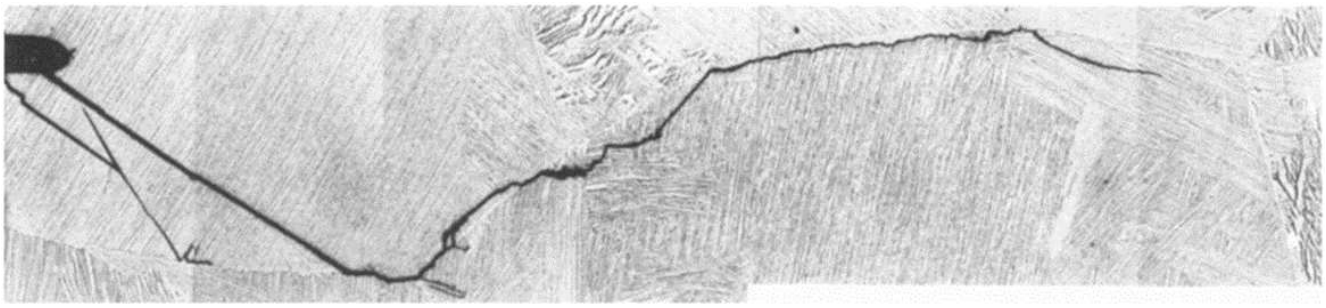


*Figure I. 42: étapes de la propagation de fissure dans l'étude de Brown et Hicks [36]: mécanisme cristallographique trans-colonie puis propagation le long des joints de colonies de lamelles (échelle non disponible)*

Dans les faits, l'identification des mécanismes de rupture est plus complexe que ces trois cas observés dans le cas idéal de grains alpha équiaxes et fait intervenir de nombreux modes mixtes. Dans ce registre, les travaux de Wanhill et al. [37] ont dressé un bilan des divers modes de rupture liés à la microstructure, observés au sein d'un alliage TA6V bimodal. On retrouve ainsi :

- Des modes cristallographiques, principalement des facettes de clivage à la fois au sein de grains $\alpha$ mais aussi d'ex-grain $\beta$ à travers les colonies de lamelles. Parfois ces facettes de clivage forment des terrasses associées à des sillons. La nature fortement géométrique de ces détails suggère une rupture suivant des bandes de glissement ou à l'intersection de ces bandes. Ces détails sont illustrés sur la Figure I. 43.a.
- Des détails sensibles à la microstructure, notamment au passage de la fissure au sein de colonies de lamelles dans les ex-grains $\beta$ transformés. Ces détails forment des reliefs irréguliers, moins géométriques que le cas précédent, formés par la rupture des paquets de lamelle.
- A de plus fortes valeurs de $\Delta K$, la présence de stries de fatigue dont l'espacement peut être relié à l'avancée de fissure durant un cycle, comme l'indique la Figure I. 43.c.

Wanhill et al. [37] observent conformément à ce qui a été décrit précédemment, une transition dans le comportement en fissuration de l'alliage TA6V lorsque la taille de zone plastifiée cyclique atteint la taille de l'unité microstructurale prépondérante, ici la taille de colonie de lamelles $\alpha$ au sein des ex-grains $\beta$. Cependant, l'intérêt de ces travaux réside dans le fait que les auteurs arrivent à relier cette transition dans le comportement en fissuration avec une modification dans les modes de rupture. De manière générale, avant que la taille de la zone plastifiée cyclique n'atteigne celle des colonies de lamelles, la topographie du faciès de rupture présente alors une relative rugosité marquée par des déviations de fissure importantes (Figure I. 44.a). Les modes de rupture impliquent des facettes de clivage ((Figure I. 44.b), des détails associés à une rupture cristallographique ainsi que des modes mixtes sensibles à la microstructure (Figure I. 44.c).

Après la transition, la rugosité ainsi que les déviations de fissure sont amoindries (Figure I. 45.a). La persistance de certains modes cristallographiques est observée, mais la tendance générale est à une rupture moins sensible à la microstructure, moins accidentée et plus régulière, définie par le terme de « mode continu ». Ces modes continus incluent principalement des sillons ainsi que des stries de fatigue.

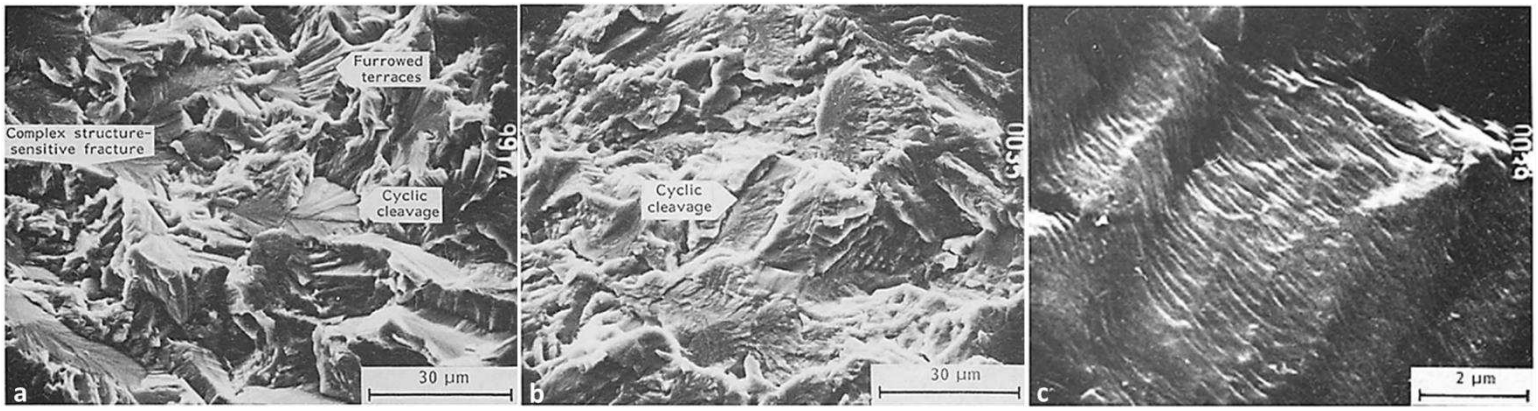



*Figure I. 43: illustration des différents mécanismes de rupture rencontrés dans l'étude de Wanhill et al. [37], a) zone pré-transitionnelle marquée de détails sensibles à la microstructure et avec des ruptures cristallographiques, b) zone post-transitionnelle avec une forte diminution de la topographie de surface, c) stries de fatigues observées dans la zone post-transition.*

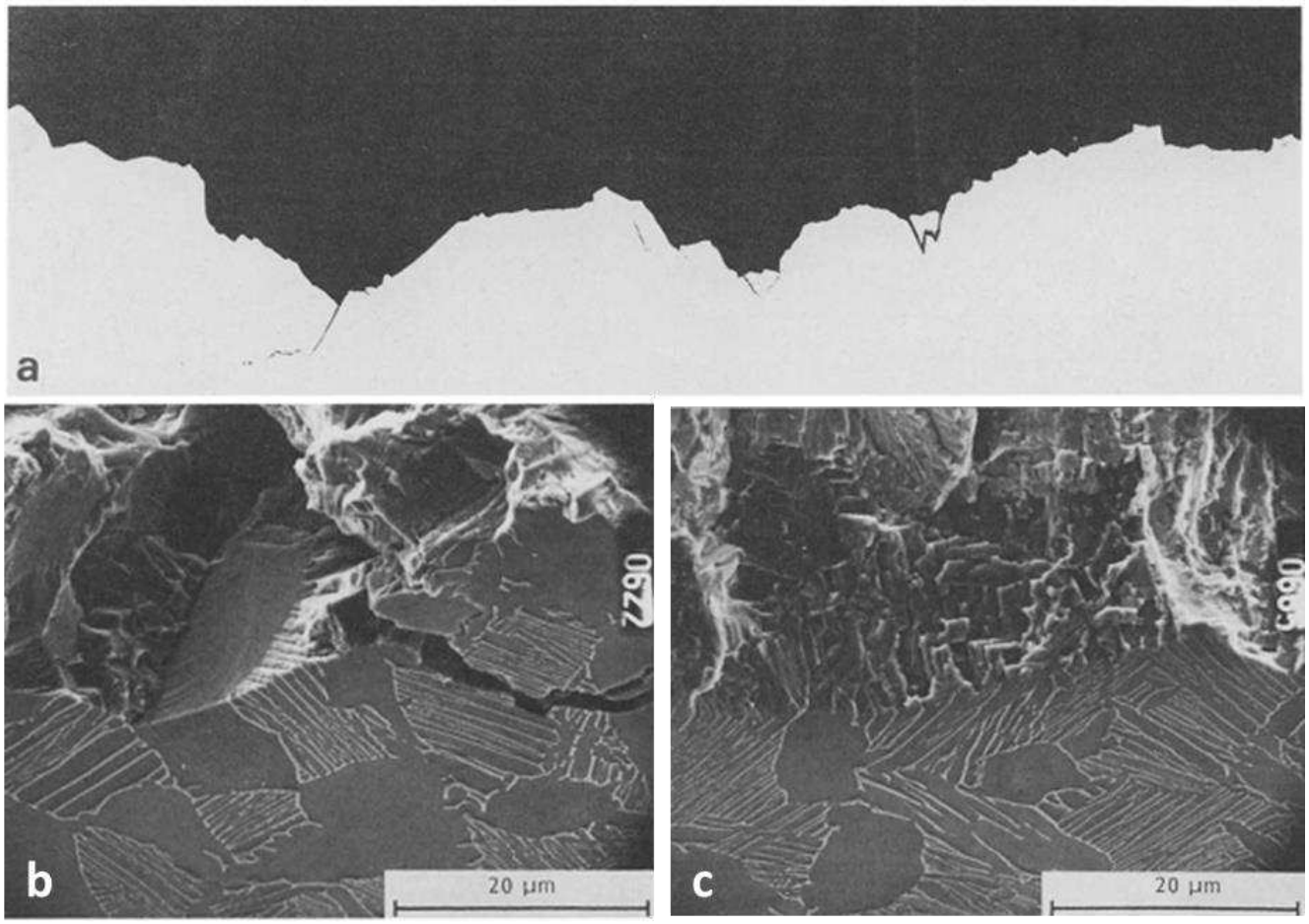



*Figure I. 44: fractographie de la zone pré-transitionnelle pour ΔK= 10 MPa.m$^{1/2}$, a) observation du profil du faciès de rupture (échelle non disponible), b) observation d'une rupture de nodule par clivage et formation d'un relief géométrique cristallographique, c) relief irrégulier sensibles à la microstructure au passage de la fissure dans un ex-grain β transformé [37] .*

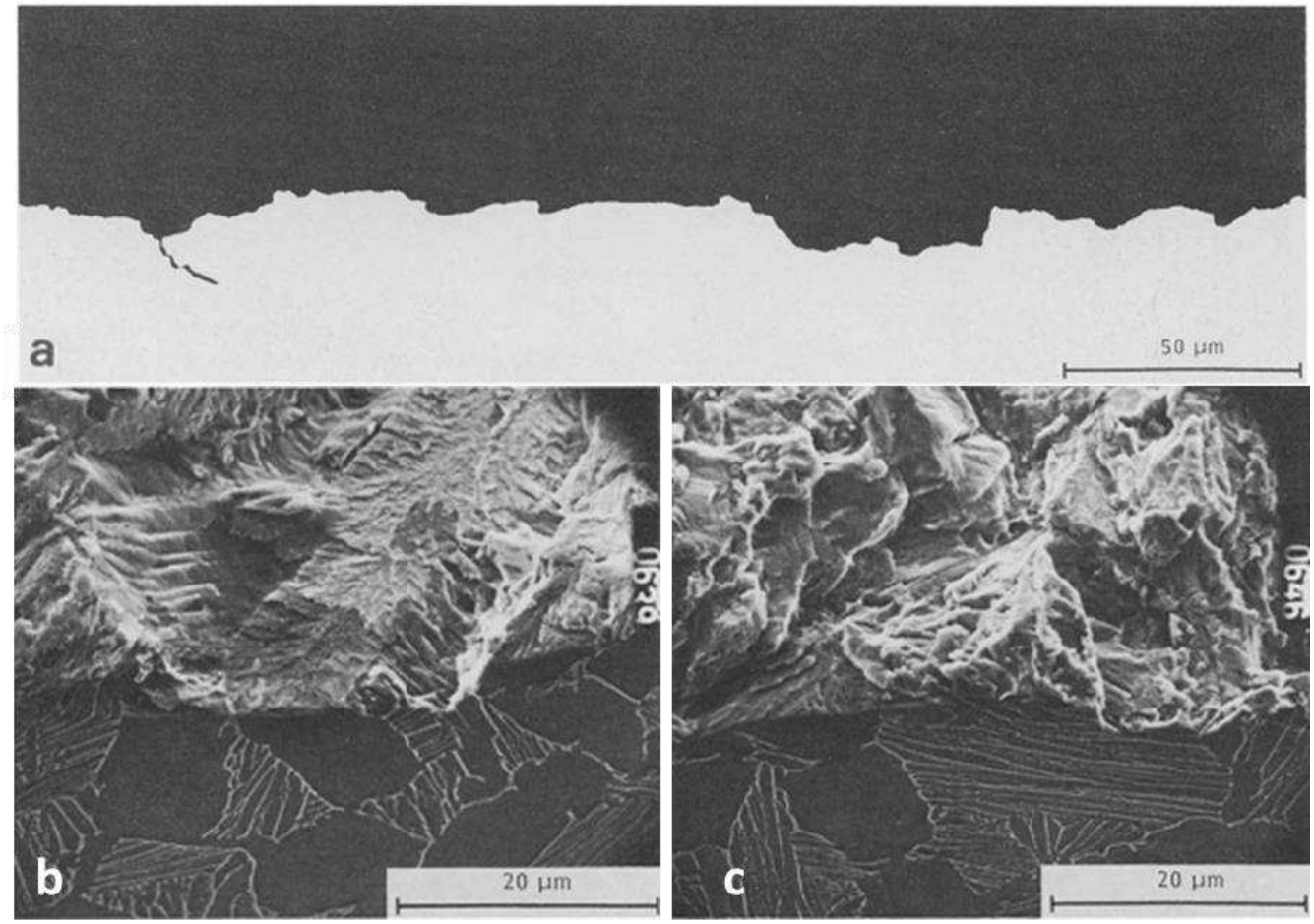



*Figure I. 45: fractographie de la zone post-transitionnelle pour ΔK= 18 MPa.m$^{1/2}$, a) observation du profil du faciès de rupture (échelle non disponible) avec une diminution de la rugosité, b) observation d'une rupture de nodule par clivage, c) observation de détails de rupture irréguliers appartenant à des modes continus [37].*

### 1.4.2. Interfaces α/β et phase $\alpha_{GB}$

A une échelle plus fine, les travaux de Funkenbusch et al. [38] mettent en lumière l'endommagement se produisant aux interfaces α/β au sein d'un alliage Ti 17. Les auteurs ont identifié ces interfaces comme des sites d'amorçage de fissure potentiels, par la formation d'extrusions de lamelles, illustrées Figure I. 46. Funkenbush et al. relient ces décohésions aux interfaces à des bandes de glissement venant intercepter les interfaces entre les lamelles α et la matrice β et conduisant à une accumulation locale de la déformation, provocant la nucléation de micro-fissures.

L'orientation géométrique de ces lamelles vis-à-vis de la fissure a également été présentée comme un paramètre clé dans la formation de ces extrusions, la fissure suivant le contour de l'interface lamelle/matrice β lorsque l'angle entre la lamelle et la fissure principale était inférieure à 45°. Le déchaussement de lamelles favorablement orientées a également été reporté dans les travaux de Kim et al. [39] au sein d'un alliage Ti-15-3 vieilli au-delà de 450 °C. La localisation et l'accumulation de la

déformation préférentiellement à ces interfaces a été également avancée afin de justifier les déchaussements de lamelles. Jha et Ravichandran [40] ont également fait part de ces décohésions de lamelles au sein d'un alliage Ti-10-2-3 vieilli.

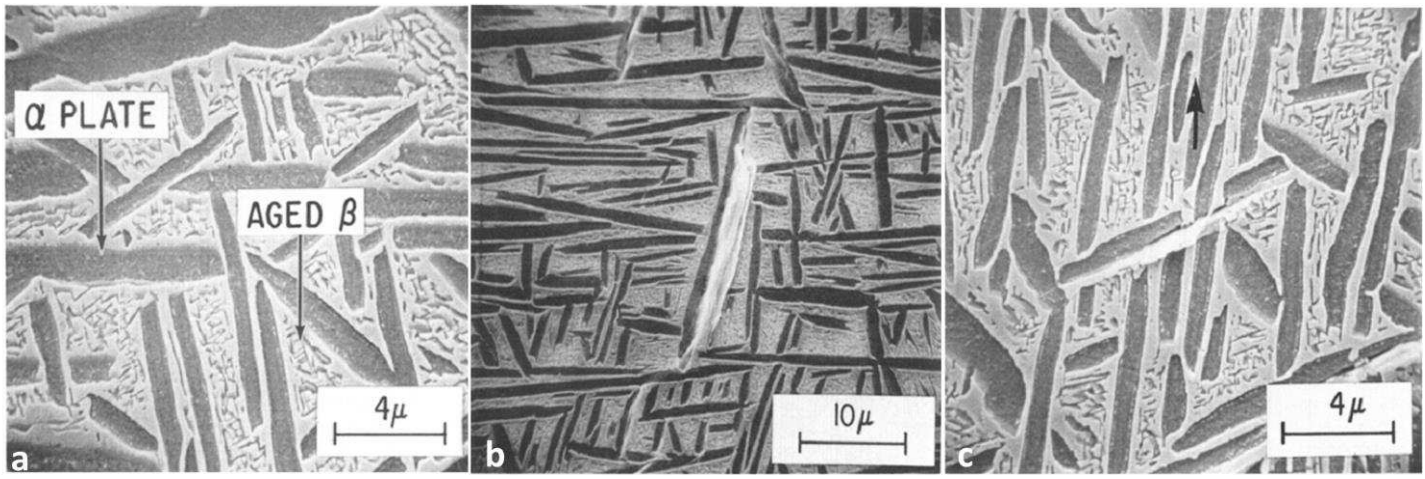



*Figure I. 46: détail de la microstructure de l'alliage Ti 17 de l'étude de Funkenbush et al. [38], a) détails à l'échelle des lamelles α montrant une fine précipitation de phase α au sein de la matrice β retenue, b) formation d'une extrusion de lamelle, c) extrusion et amorce d'une fissure à l'interface lamelle/matrice*

Outre l'endommagement aux interfaces α/β des lamelles, les joints de grains recouverts de phase $\alpha_{GB}$ continue constituent également des points sensibles à l'amorçage et à la propagation de fissures [41]. Sauer et al. [42] ont décrit au sein d'un alliage Ti 6246 un endommagement précoce ainsi qu'une propagation de fissure préférentielle au niveau d'une couche de phase $\alpha_{GB}$ favorablement orientée vis-à-vis du chargement, comme l'illustre la Figure I. 47. Il est possible de constater la déformation préférentielle de cette phase intergranulaire sous l'effet de la contrainte alors que le reste du matériau semble relativement épargné par l'endommagement.

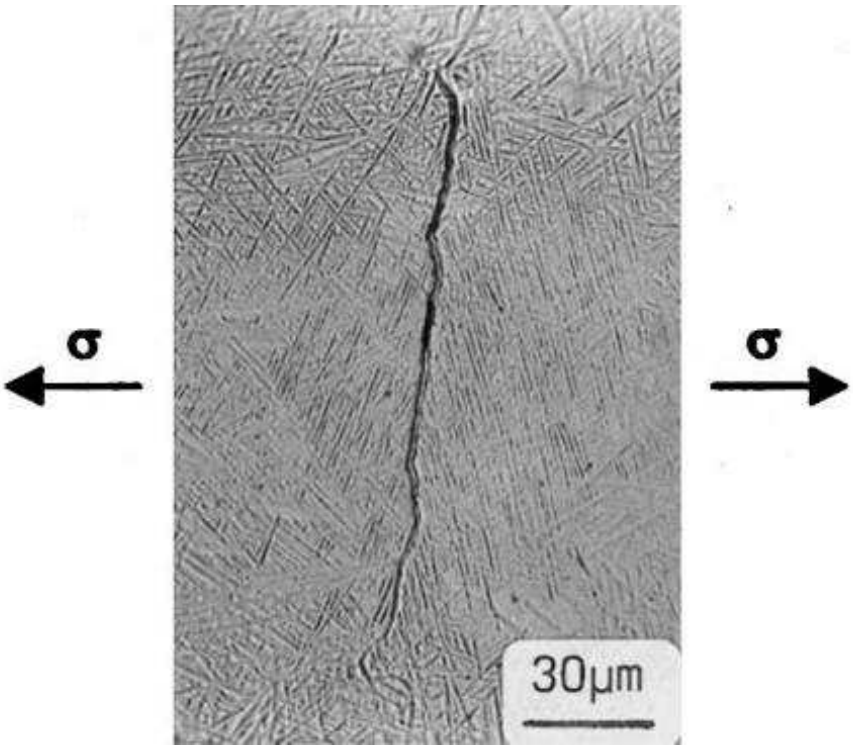



*Figure I. 47: endommagement préférentiel au niveau d'une phase $\alpha_{GB}$ orientée favorablement vis à vis du chargement [42].*

Dans le cas de joints de grain recouverts de phase $\alpha_{GB}$, la déformation plastique monotone comme cyclique est considérée comme principalement concentrée au niveau de cette couche de phase α intergranulaire [43]. Il en résulte une ductilité en traction réduite et un mode de rupture principalement intergranulaire. Pour ces raisons, Schmidt et al [43] définissent la phase $\alpha_{GB}$ comme le facteur le plus délétère vis-à-vis de la résistance à la fissuration au sein de l'alliage β-métastable Ti 38-644 (β-C$^{TM}$). Si cette couche de phase $\alpha_{GB}$ est suffisamment étendue pour recouvrir la dimension d'un ex-grain β, ceci peut conduire à une rupture préférentielle le long du liseré $\alpha_{GB}$ conduisant à la formation de larges facettes et à des vitesses de fissuration plus élevées.

## 1.5. Effets du vieillissement prolongé sur les alliages de titane

Dans le travail présent, le vieillissement se définit par une exposition prolongée à des températures intermédiaires vis-à-vis de $T_\beta$. Dans la littérature, le terme « vieillissement » ou « aging » est souvent employé pour désigner des traitements qui seraient mieux définis par le terme de revenu ou annealing, à savoir des expositions courtes (<24 h) à des températures plus élevées au regard de $T_\beta$. Cette précision établie, les traitements longs à des températures intermédiaires seront qualifiés de « vieillissement » et feront l'objet d'un intérêt premier. Les traitements définis comme des revenus ne seront toutefois pas écartés de l'étude, en cela qu'ils induisent des modifications métallurgiques accélérées (températures plus élevées au regard de $T_\beta$ qu'un « vieillissement ») et peuvent indiquer des pistes de recherche intéressantes. Les paragraphes suivants s'attacheront à détailler l'impact du vieillissement sur la stabilité métallurgique du matériau ainsi que son impact sur les propriétés mécaniques.

### 1.5.1. Précipitation de composés intermétalliques

#### *1.5.1.1. Phase $Ti_3Al$ et siliciures*

L'impact du vieillissement prolongé sur les alliages de titane quasi-α a été étudié par Woodfield et al [44] et Madsen et al [45] respectivement pour les alliages Ti5331S (ou IMI829) et Ti1100. Ces études ont mis l'accent sur les phases précipitantes apparaissant au cours d'une exposition en température prolongée. Elles reportent notamment que les principales phases précipitantes sont les précipités de type $Ti_3Al$ (ou $\alpha_2$) ainsi que des siliciures.

La précipitation de phase $Ti_3Al$ est souvent définie par le terme « ordering », pour traduire la notion de la création d'un ordre atomique à courte distance, avec la répétition de motifs chimiques plus compacte que dans le reste de la matrice.

Durant le revenu dans le domaine α+β, les éléments composant la phase α subissent une partition, enrichissant la matrice en éléments α-stabilisants tels l'aluminium, l'oxygène ou l'étain et conduisant à la précipitation de la phase $Ti_3Al$ [1]. Lütjering cite quelques températures de formation de la phase $Ti_3Al$ au sein de différents alliages : 500°C pour le TA6V et l'IMI 550, 550°C pour l'IMI 685, 595°C pour le Ti 6242, 700°C pour l'IMI 834 [1]. La phase $Ti_3Al$ adopte une structure hexagonale. La précipitation de cette phase au sein de la matrice α se distingue de celle des siliciures selon plusieurs points. Les précipités $Ti_3Al$ précipitent de manière homogène dans la matrice α, en adoptant une morphologie sphérique, et sont cohérents avec la matrice.

Les siliciures quant à eux précipitent de manière hétérogène au sein de la matrice β, préférentiellement aux interfaces des lamelles α et de la phase β interlamellaire [44–46]. Il est à noter que les étapes d'élaboration antérieures, notamment les conditions de refroidissement ont des conséquences importantes dans la précipitation de siliciures. Woodfield et al. [44] ont constaté en comparant deux échantillons de Ti5661S refroidis sous air et à l'huile depuis le domaine β, qu'une plus grande densité de dislocations était observée dans le cas d'un refroidissement rapide à l'huile.

Ces dislocations, résultantes de défauts d'empilement créés durant la croissance de l'interface α/β, constituent des sites privilégiés de précipitation des siliciures. Ces derniers présentent des morphologies ellipsoïdales, et ne sont pas cohérents avec la matrice α [45]. La Figure I. 48 illustre la présence de ces deux types de précipités au sein d'un alliage Ti1100, durant une exposition prolongée à 593°C [45].

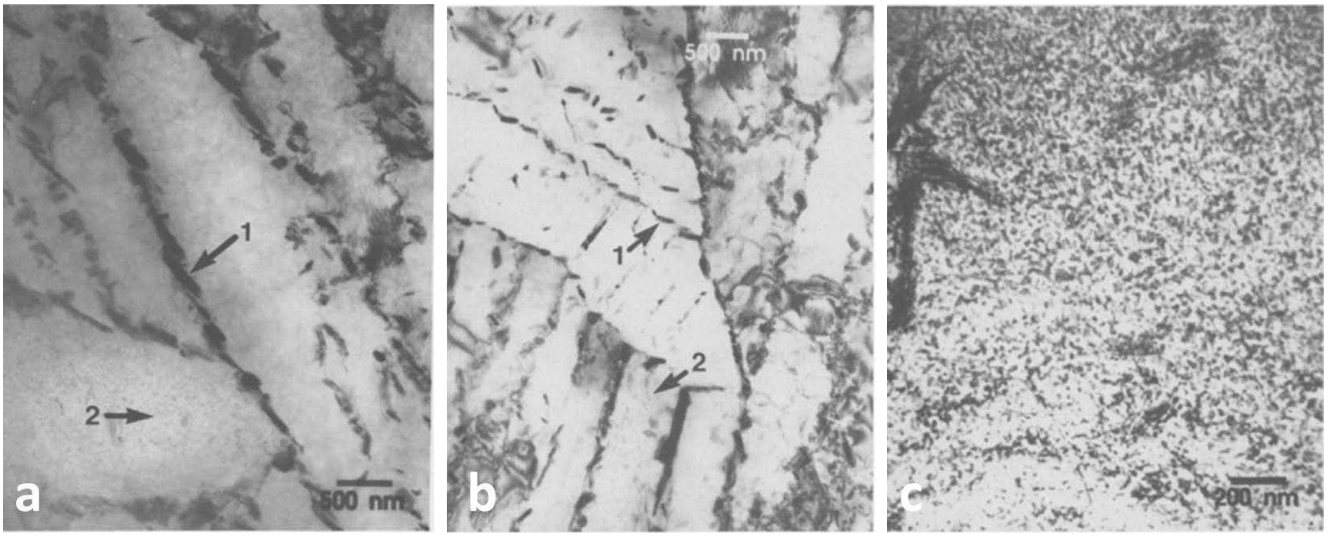



*Figure I. 48: observations MET au sein d'un alliage Ti 1100 vieilli à 593°C durant, a) 1500 h, b) et c) 6000 h illustrant la présence de siliciures (1) et de phase Ti3Al (2).Gros plan en c) sur la phase Ti3Al [45].*

### *1.5.1.2. Phase ω et laves*

De manière similaire aux études de Woodfield et al. [44] et Madsen et al. [45], les siliciures $(Ti,Zr)xSi_3$ (avec $5 \leq x \leq 6$) ainsi que la phase $Ti_3Al$ ($\alpha_2$) ont été observés dans les travaux de Zhang et al [47] au sein d'un alliage α+β Ti-6-22-22, comme l'indique la Figure I. 49. D'autres phases intermétalliques ont également été répertoriées lors d'expositions prolongées en température : les phases ω et des phases qualifiées de laves, de formule $(Ti,Zr)Cr_2$.

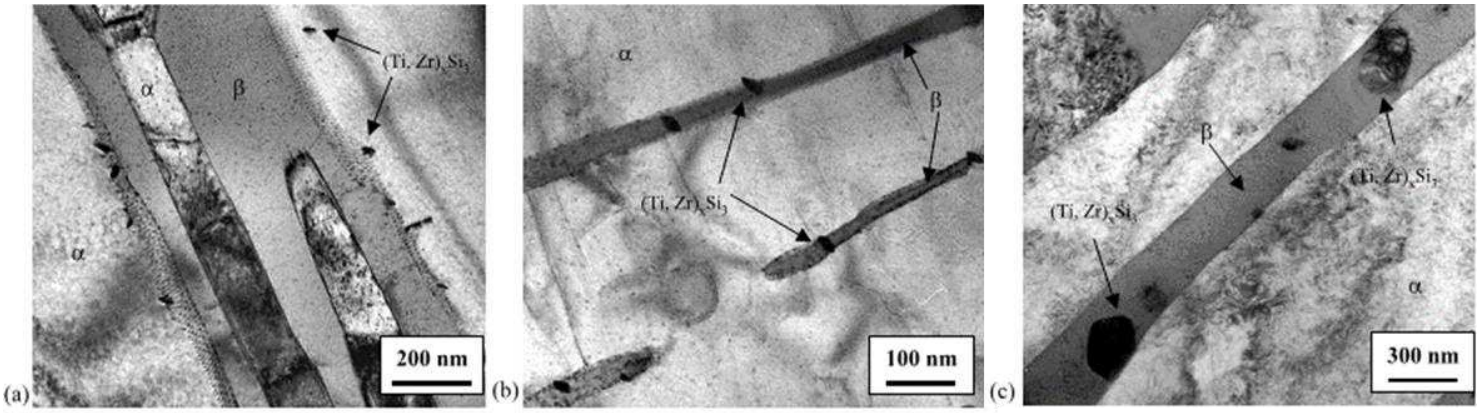



*Figure I. 49: observation au MET de siliciures au sein d'un alliage Ti-6-22-22 vieilli à 550°C durant a) 500 h, b) 1000 h. L'image c montre cette précipitation dans le cas d'un échantillon vieilli 1000 h à 650°C [47].*

A des températures de 450°C, 550°C et 600°C, Zhang et al. remarquent que des échantillons exposés sur des durées de 8, 500 et 1000 h, montrent tous la présence d'une fine précipitation de phase $\alpha_2$, dont la taille des particules atteint 30 nm de diamètre après 1000 h d'exposition à 550°C. Les siliciures n'apparaissent cependant pas à 450°C. Leur présence n'est vérifiée que pour les températures supérieures de l'étude et pour des durées supérieures à 8 h. Le Tableau I. 10 récapitule les conditions ou la présence de siliciures est confirmée ainsi que les tailles des particules observées.

| | 8 h | 500 h | 1000 h |
|---|---|---|---|
| 450 °C | No | No | No |
| 550 °C | No | Yes (20–30 nm) | Yes (20–50 nm) |
| 650 °C | No | Yes (100–300 nm) | Yes (100–400 nm) |

*Tableau I. 10: conditions de vieillissement pour lesquelles les siliciures ont été observés au sein d'un alliage Ti-6-22-22 et estimation de leur taille [47].*

Les phases qualifiées de « laves » sont des précipités intermétalliques riches en chrome, de taille très fine d'environ 20 nm dans le cas d'échantillons vieillis 500 h à 450°C, 300 nm dans le cas d'un vieillissement de 500 h à 550°C, et localisées aux interfaces α/β. Leur morphologie aplatie est illustrée Figure I. 50. Le Tableau I. 11 résume les dimensions et les conditions nécessaires à la formation de telles phases dans l'alliage Ti6-22-22:

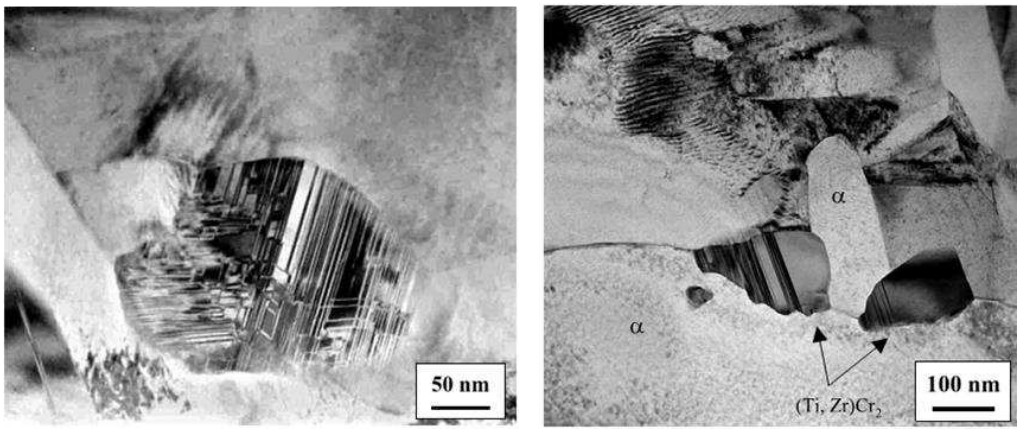



*Figure I. 50: images MET de phases dites « laves » observées au sein d'un alliage Ti-6-22-22 après vieillissement 500 h à 550°C [47].*

| | 8 h | 500 h | 1000 h |
|---|---|---|---|
| 450 °C | No | Yes (10–30 nm) | Yes (10–40 nm) |
| 550 °C | No | Yes (200–400 nm) | Yes (200–600 nm) |
| 650 °C | No | No | No |

*Tableau I. 11: conditions de vieillissement pour lesquelles les phases « laves » ont été observés au sein d'un alliage Ti-6-22-22 et estimation de leur taille [47].*

En étudiant une condition en température de 650°C, relativement élevée en ce qui concerne les domaines de mise en œuvre des alliages de titane, Zhang et al. ont par ailleurs remarqué un accroissement de la taille des phases précipitantes (coarsening) conformément aux résultats du Tableau I. 10 et du Tableau I. 11. Pour une exposition à 650°C, les auteurs ont également remarqué que la fine précipitation de α secondaire alignés, observée au sein de la matrice β interlamellaire subissait un accroissement en taille au bout de 8 h puis disparaissait au profit d'une fine couche de phase β au bout de 1000 h. Ces propos sont illustrés sur la Figure I. 51.

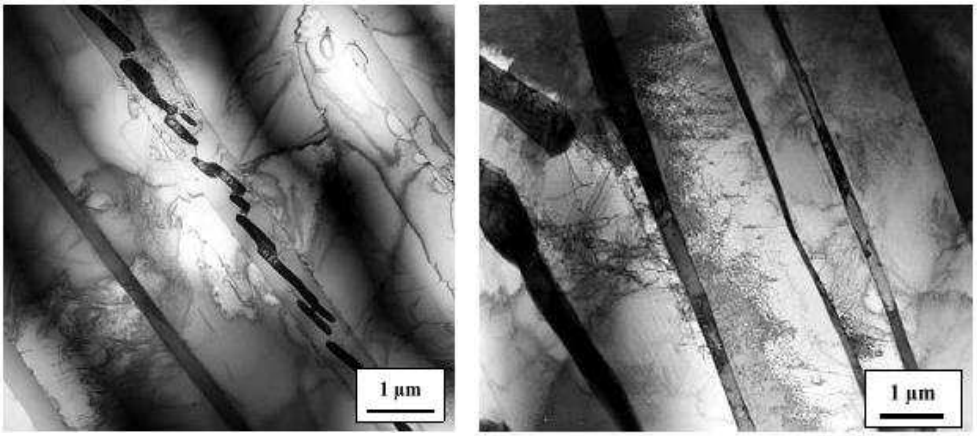



*Figure I. 51: observations MET de la phase α secondaire dans le cas d'un échantillon de Ti-6-22-22 exposé 8 h à 650°C (gauche), puis disparition de cette phase après vieillissement 1000 h à 650°C (droite) [47].*

La précipitation de la fine phase ω (2-4 nm [1]) est également reportée au sein de la phase β, principalement dans les alliages β. Selon l'étape du procédé thermo-mécanique considéré, deux types de phase ω sont formées :

- Une phase ω dite athermique : la précipitation de cette phase lors du refroidissement du matériau depuis le domaine β a été décrite dans la littérature [1,48]. Cette phase athermique est de structure trigonale au sein des alliages riches en éléments β-stabilisants, et hexagonale au sein des alliages allégés en éléments d'addition [48]. La phase ω athermique est le fruit d'un mécanisme de transformation displacive (par déplacement des plans $(222)_\beta$ dans la direction $<111>_\beta$). La Figure I. 52 détaille la formation de la phase ω athermique [1].
- Une phase ω dite isotherme : cette phase est observée cette fois lors des traitements de vieillissement. Elle résulte d'une transformation diffusive [49]. La phase ω isotherme conserve une cristallographie hexagonale, avec une morphologie ellipsoïdale dans le cas où le désaccord dans les paramètres de maille entre précipité et matrice est faible, ou avec une morphologie cuboïdale le cas échéant [1]. Ces deux morphologies sont illustrées sur la Figure I. 53.

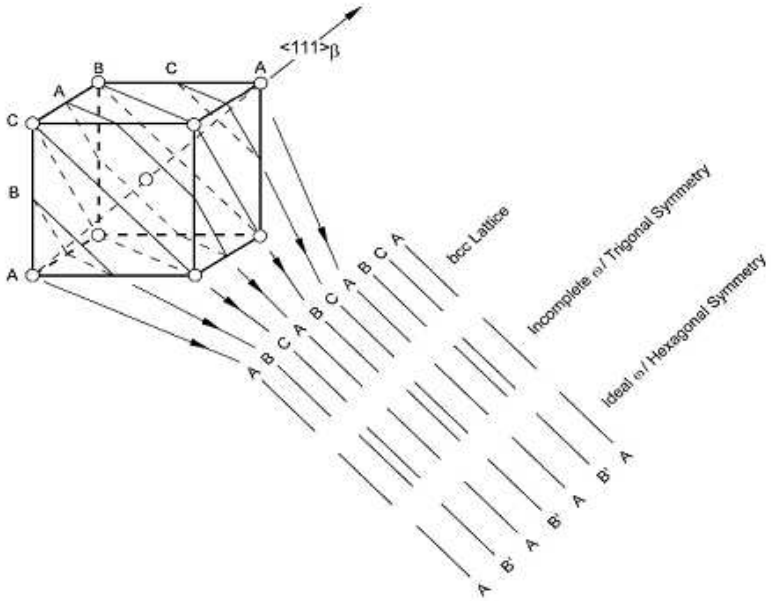



*Figure I. 52: schéma détaillant la formation de la phase ω athermique [1]*

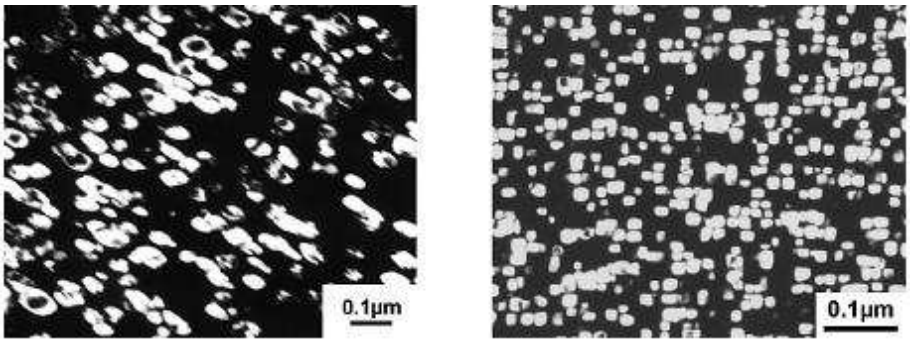



*Figure I. 53: images MET de précipités ω isothermes ellipsoïdaux dans un alliage Ti-16Mo exposé 48 h à 450°C (gauche), précipités ω cuboïdaux (droite) observés dans un alliage Ti-8Fe exposé 4 h à 400°C [1]*

Prima et al. [49] avancent dans leurs travaux sur un alliage Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5A1 que la phase ω athermique disparaît suite à l'exposition en température (au-delà de 150°C pour l'alliage en question), en laissant des défauts dans la maille cristalline de la matrice β. Ces défauts agiraient comme des sites de nucléation de précipités ω isotherme lors du vieillissement. La précipitation de ω isotherme présente un caractère irréversible, dans la mesure où elle prend place dans les sites initialement occupés par la phase ω athermique, qui ne peut donc plus y re-précipiter.

### *1.5.1.3. Zones appauvries en éléments d'addition*

Les alliages biphasés peuvent présenter une phase $\alpha_{GB}$ interganulaire sous forme de couche continue, fait particulièrement observé au sein des alliages β. Le vieillissement et la précipitation induisent alors localement au niveau de cette phase $\alpha_{GB}$ des modifications de la concentration en éléments d'addition. Ainsi, Lütjering et al. [50] ont décrit au sein de la matrice β la présence de zones déplétées en éléments d'addition ou « Precipitate-Free Zones » (PFZs) le long de la phase $\alpha_{GB}$. Les éléments α stabilisants diffusant de la matrice β vers la phase $\alpha_{GB}$ avoisinante, la phase β est par conséquent moins durcie par solution solide et subit un adoucissement. Le schéma de la Figure I. 54 illustre ce phénomène de partition des éléments α-gènes et l'adoucissement de la matrice β [51].

Ainsi, la différence de résistance mécanique entre les PFZs relativement ductiles et le reste de la matrice durcie par solution solide conduit à d'importantes différences en termes d'aptitude à la déformation et résultant en une rupture avec formation de traces ductiles. La Figure I. 55 montre la présence de PFZ au sein des travaux de Schmidt et al. [43].

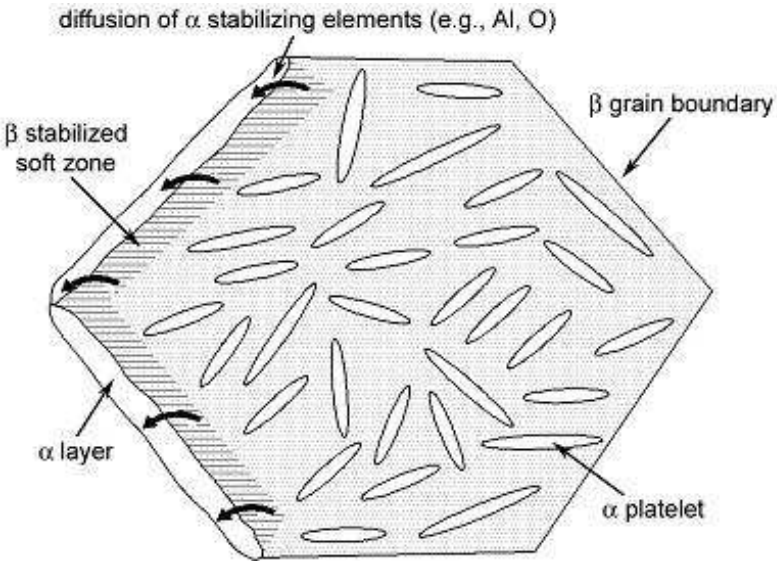



*Figure I. 54: représentation schématique de la formation de PFZs au voisinage de la phase $\alpha_{GB}$ [51].*

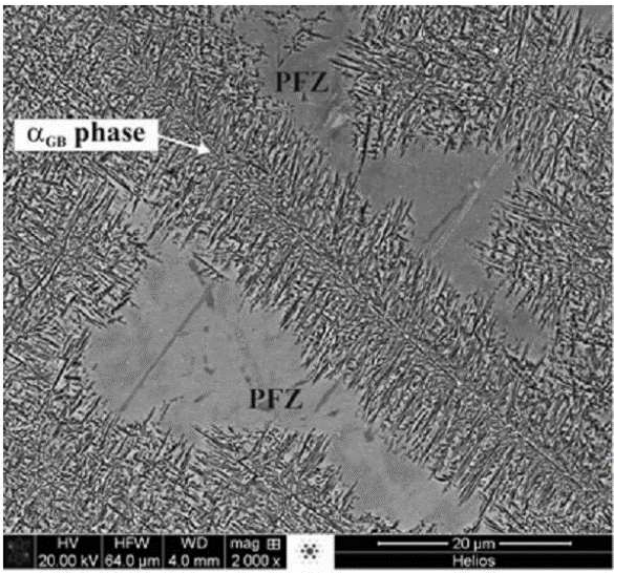



*Figure I. 55: PFZs observées au sein d'un alliage Ti 38-644 [43].*

En résumé de cette partie, le Tableau I. 12 récapitule les modifications métallurgiques documentées dans l'état de l'art et présentées précédemment.

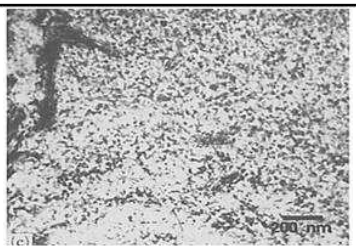
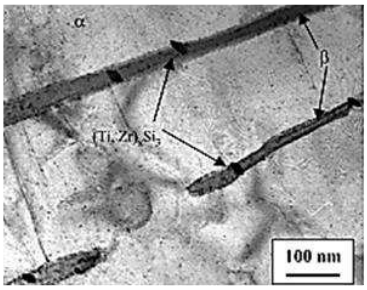
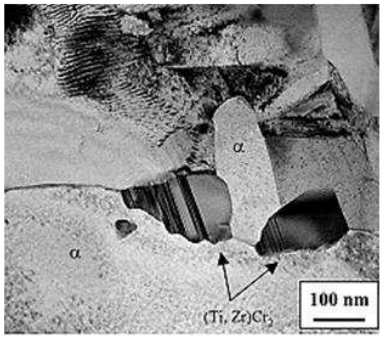
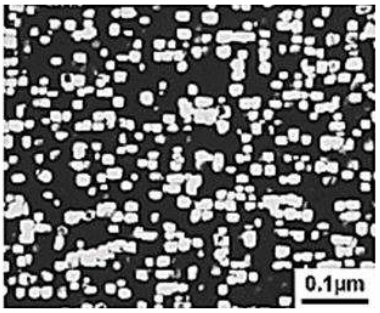
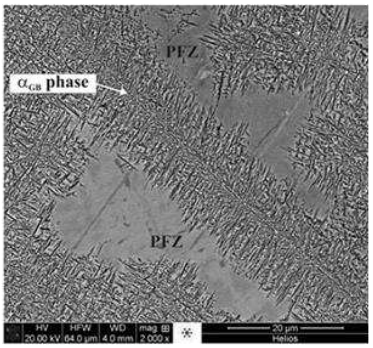
| Nature | Taille/Morphologie/ Cohérence | Caractéristiques | Illustration | Références |
|---|---|---|---|---|
| $Ti_3Al$ ($\alpha_2$) « Ordering » | Fine (<50 nm), sphérique/ cohérente | Distribution homogène, au sein de la matrice α |   | [44], [45] |
| Siliciures $(Ti,Zr)_xSi_3$ $5 \leq x \leq 6$ | Large, ellipsoïdale/ incohérente | Distribution hétérogène, en premier lieu aux interfaces α/β, puis au sein des plaquettes α en liaison avec des dislocations |   | [44-47] |
| Laves $(Ti,Zr)Cr_2$ | Le plus souvent présents aux interfaces des phases α secondaires, avec dans certains cas spécifiques de présence au sein de la matrice α en relation avec des dislocations (morphologies aplaties suivant le plan basal α) | |   | [47] |
| Phase ω | Fine (2-4 nm ), morphologie ellipsoïdale dans le cas où le désaccord dans les paramètres de maille entre précipité et matrice est faible, ou avec une morphologie cuboïdale le cas échéant | ω athermique : précipitation liée à une transformation displacive, à l'étape de refroidissement depuis le domaine β<br>ω athermique : suite à une exposition en température, précipitation au niveau des défauts laissés par la phase ω athermique , suivant un mécanisme diffusif |   | [1,47-49] |
| « precipitate-free zones » (PFZ) | Zones ponctuelles au voisinage des liserés de phase $\alpha_{GB}$ | Zones déplétées en éléments alpha stabilisants suite au vieillissement |   | [41, 43, 50-51] |

*Tableau I. 12: récapitulatif des phases précipitantes ainsi que des modifications métallurgiques évoquées dans cette partie.*

### 1.5.2. Vieillissement : impact sur les propriétés mécaniques

#### *1.5.2.1. Dureté*

Dans l'étude menée par Madsen et al. [45] sur un alliage Ti 1100 vieilli à 593°C pour des durées allant jusqu'à 6000 h, l'évolution de la dureté est tracée en fonction de la durée d'exposition en température, dans le but de suivre la cinétique de précipitation (Figure I. 56). Les observations au microscope électronique en transmission à différents temps de vieillissements couplés à ces mesures montrent en outre que les siliciures apparaissent avant les précipités $Ti_3Al$, sans donner le temps précis de formation de ces phases au cours du vieillissement. De plus, la faible augmentation de dureté, de 2.6 HRC entre l'état non vieilli et le pic de dureté à 10 000 min, rend difficile l'attribution de l'augmentation de dureté à l'un des deux types de précipité en particulier.

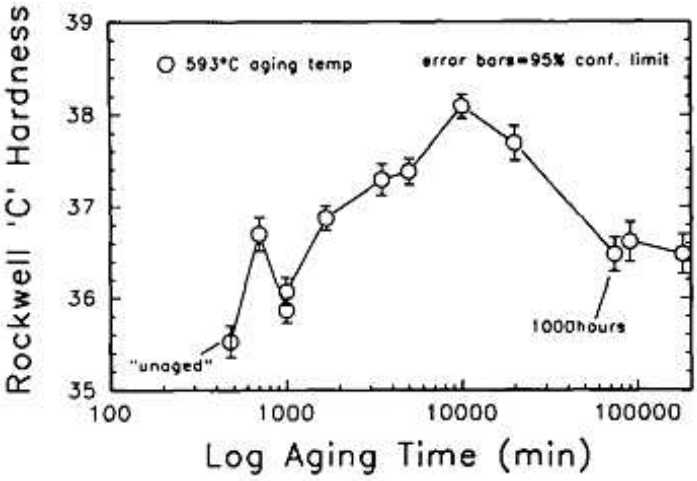



*Figure I. 56: évolution de la dureté au cours du vieillissement d'un alliage Ti 1100 à 593°C [45].*

Parallèlement à cela, les mesures de micro-dureté menées par Zhang et al. [47] montrent également une augmentation des valeurs en fonction de la durée du vieillissement, dans le cas d'un alliage Ti-6-22-22. Les résultats de dureté exprimés en HV sont reportés dans le Tableau I. 13. Il est à noter que ces suivis de cinétique de précipitation mettent en jeu des températures relativement élevées au regard des domaines de mise en œuvre de tels alliages, mais permettent d'obtenir une meilleure compréhension de la stabilité métallurgique des matériaux étudiés et d'anticiper ce qui pourra éventuellement se produire au cours de l'étude.

| | 8 h | 500 h | 1000 h |
|---|---|---|---|
| 450 °C | 343.5 | 354.1 | – |
| 550 °C | 338.0 | 348.7 | 358.9 |
| 650 °C | 313.5 | 335.3 | 330.2 |

*Tableau I. 13: évolution de la dureté HV au cours du vieillissement au sein d'un alliage Ti-6-22-22, sous différentes conditions [47].*

### *1.5.2.2. Propriétés en traction*

Woodfield et al. [44] ont montré que l'exposition de l'alliage Ti5331S à 575°C durant 100 h et 1000 h conduisait à une légère augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale en traction. Cependant, la ductilité suit une tendance inverse et chute consécutivement au vieillissement, comme le montre la Figure I. 57 :

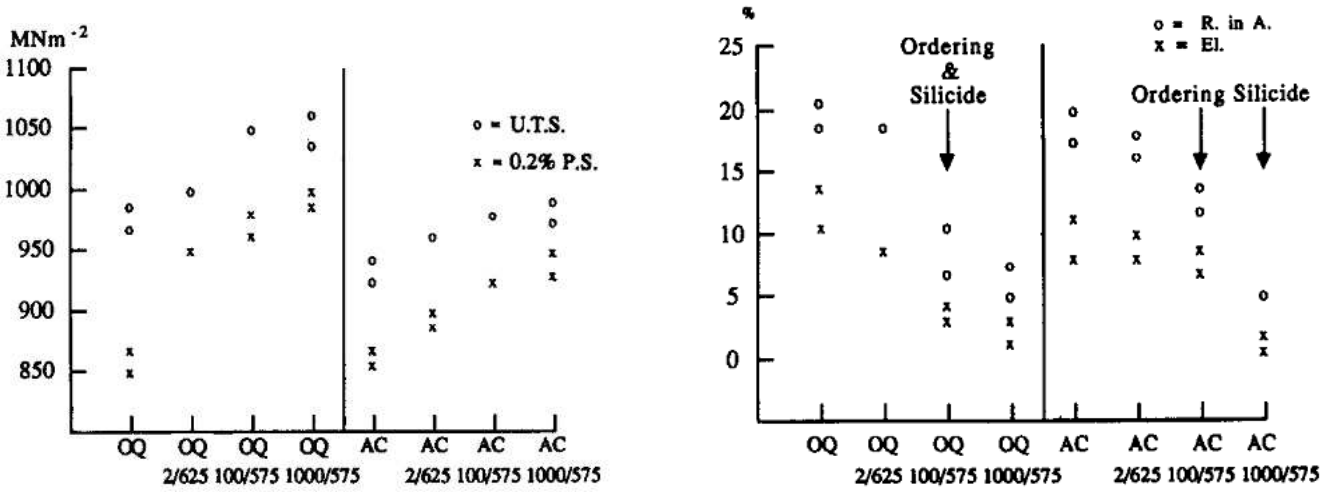



*Figure I. 57: propriétés en traction de l'alliage Ti 5331S obtenu par une trempe à l'huile (OQ) ou à l'eau (AQ), en fonction du vieillissement opéré (durée en h/température en °C). Sur le graphique de gauche, la contrainte à la rupture (UTS) et la limite d'élasticité à 0.2%. Sur le graphique de droite l'allongement à la rupture (El.) ainsi que la réduction de section (R. in A.) [44].*

Madsen et al. [52] rapportent les mêmes tendances en considérant l'alliage Ti 1100 ayant subi une exposition à 593°C durant 10 000 min (167 h), 60 000 min (1000 h) et 180 000 min (3000 h). Les essais de traction à température ambiante (vitesse de déformation de $10^{-4}$ $s^{-1}$) donnent une limite d'élasticité de 915, 950 et 955 MPa pour les conditions non-vieillie, vieillie 167 h et 3000 h respectivement. L'échantillon vieilli durant 167 h montre à température ambiante quasiment la même valeur de limite d'élasticité que l'échantillon vieilli 3000 h, indiquant une saturation de l'effet du vieillissement au-delà d'une certaine durée d'exposition. Les essais de traction à 593°C montrent également un durcissement du matériau après vieillissement, avec une limite d'élasticité à 500 MPa pour le cas non-vieilli, de 530 MPa pour le cas vieilli 167 h et à 565 MPa pour le cas vieilli durant 3000 h. Ces résultats sont reportés sur la Figure I. 58 et synthétisés dans le Tableau I. 14.

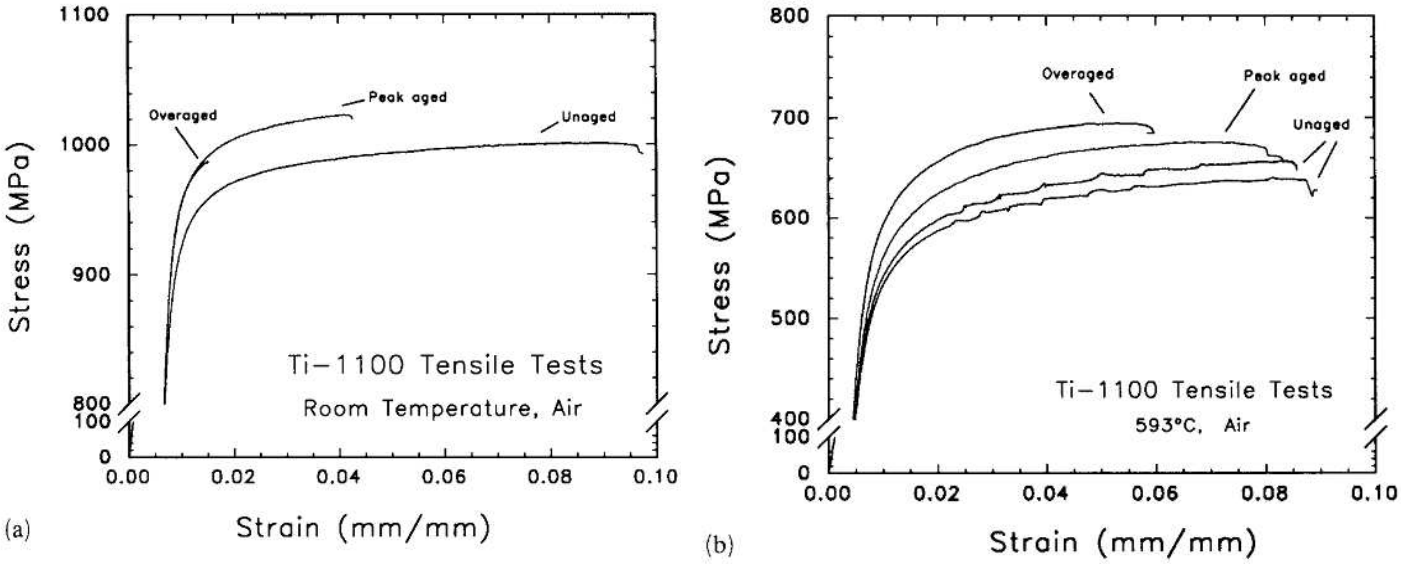



*Figure I. 58: courbes des essais de traction à température ambiante (gauche) et à 593°C (droite), effectués sur des échantillons d'alliage Ti 1100 non vieilli (unaged), vieilli 167 h à 593°C (peak aged), et vieilli 1500 h à 593°C (overaged) [52].*

| Ti 1100 vieilli à 593°C, testé à $T_{ambiante}$ | | |
|---|---|---|
| Durée de vieillissement (h) | Limite d'élasticité (MPa) | Déformation plastique vraie à rupture (%) |
| Non vieilli | 915 | 5.46 |
| 167 | 950 | 2.87 |
| 3000 | 955 | 0.18 |

| Ti 1100 vieilli à 593°C, testé à 593°C | | |
|---|---|---|
| Durée de vieillissement (h) | Limite d'élasticité (MPa) | Déformation plastique vraie à rupture (%) |
| Non vieilli | 500 | 5.84 |
| 167 | 530 | 6.61 |
| 3000 | 565 | 4.77 |

*Tableau I. 14: synthèse des données de traction de l'étude de Madsen et al. [52].*

Madsen et al. valident également les conclusions de Woodfield et al. quant à la perte de ductilité consécutive au vieillissement. Pour les essais à température ambiante, la déformation plastique vraie chute de 5.46% pour le cas non vieilli à 0.18% pour le cas exposé durant 3000 h. Cependant, lors des essais à 593°C, cette tendance s'estompe nettement (Tableau I. 14).

Le vieillissement provoque donc principalement une augmentation modérée des niveaux de contraintes (durcissement) accompagnée d'une perte importante de ductilité (fragilisation) à température ambiante. La perte plus prononcée en termes de ductilité lors des essais à température ambiante par rapport aux essais menés à 593°C suppose un effet fragilisant du vieillissement plus actif à température ambiante qu'à chaud. Madsen et al. justifient cette différence par une modification dans l'interaction dislocation-précipité, qui passerait d'un mécanisme de cisaillement à température ambiante à un mécanisme de

contournement en température. Ceci aurait pour conséquence d'homogénéiser la déformation et d'augmenter le rôle renforçant des précipités en température.

Les études menées par Williams and al. [53] sur des alliages Ti-Mo ont mis en évidence les cinétiques d'apparition de la phase ω ainsi que leur impact sur les propriétés mécaniques en traction. La Figure I. 59 considère un alliage Ti 10% at. Mo [53]. Un tracé de l'évolution de la limite d'élasticité à température ambiante y est reporté, en faisant le lien avec la fraction volumique de phase ω à l'équilibre à la température considérée (graphique a). Le graphique b insiste quant à lui sur les données obtenues pour la température spécifique de 450°C, en s'intéressant à l'impact de la durée du vieillissement. Il est possible de constater que sur le graphique b, la fraction volumique de phase ω tout comme l'augmentation des niveaux de contraintes et la chute d'allongement sont prononcés pour les temps courts (jusqu'à 10 h) puis saturent pour les temps plus longs. Ces éléments serviront notamment de référence pour critiquer les cinétiques d'évolution des propriétés mécaniques au cours du vieillissement, développés dans les chapitres 4 et 5.

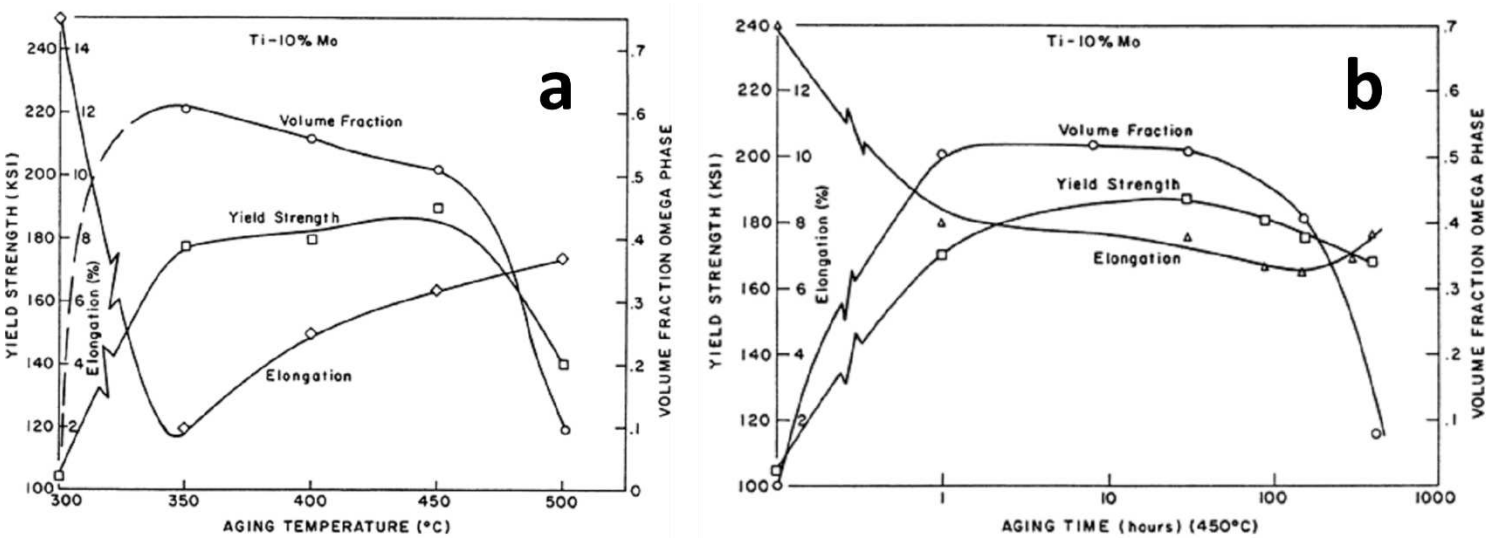



*Figure I. 59: a) évolution des propriétés en traction à température ambiante ainsi que de la fraction volumique de phase ω en fonction de la température de vieillissement, pour des durées d'exposition conduisant à une fraction volumique de phase ω à l'équilibre, b) évolution des propriétés en traction en fonction du temps à la température spécifique de 450°C, dans le cas d'un alliage Ti-10% at. Mo [53].*

Williams and al. proposent de décomposer l'augmentation des propriétés mécaniques en une composante liée au durcissement par précipitation, une seconde liée à un durcissement par solution solide de la matrice qui s'enrichit en molybdène lorsque la fraction volumique de phase ω devient constante. La troisième composante est liée aux contraintes de cohérence entre matrice et précipité.

Il est possible de constater que l'augmentation de la limite d'élasticité est en lien direct avec l'augmentation de la fraction volumique de phase ω, indiquant un effet durcissant de cette phase. Parallèlement, la présence de la phase ω induit une perte en ductilité. Au-delà de 500°C, la phase ω ne se forme cependant pas au sein de l'alliage de l'étude de Williams et al., la phase α se formant directement. La Figure I. 60 illustre la possibilité d'éviter la formation de la phase ω au-delà d'une

certaine température et durée d'exposition [54]. La formation de la phase α plus ductile que la phase ω explique le regain relatif en termes de ductilité ainsi que la chute conjuguée de la fraction volumique de précipités ω et de la limite d'élasticité, pour des températures dépassant les 450°C. Par ailleurs à 450°C, une durée d'exposition supérieure à 100 h provoque également la formation directe de phase α expliquant également l'augmentation de la ductilité et la chute de la limite d'élasticité.

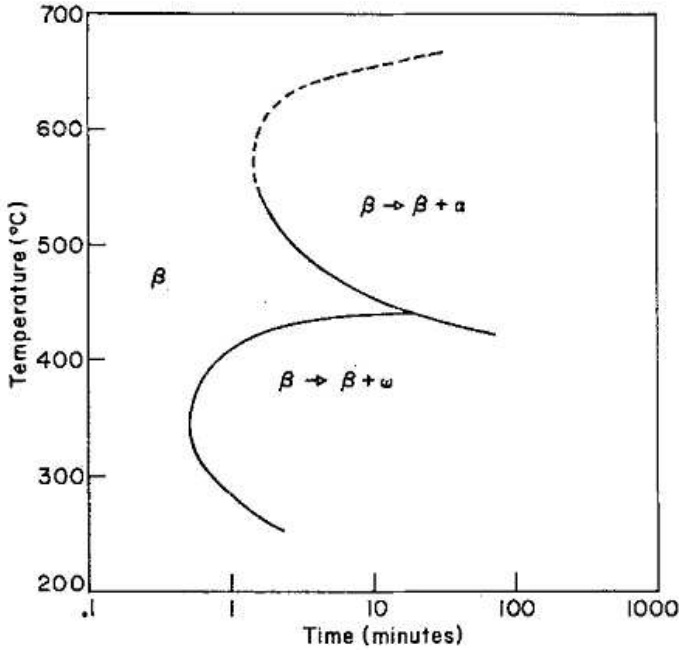



*Figure I. 60: diagramme TTT représentant schématiquement les domaines de présence de la phase ω au sein d'un alliage Ti-20% massiques en V [54].*

Les résultats des travaux de Gysler et al. sur un alliage Ti-11% Mo exposé à 350°C [55] viennent établir la synthèse des constats précédents sur l'effet du vieillissement sur les propriétés de traction. D'une part, la cinétique de précipitation de phase ω à 350°C indiquée sur la Figure I. 61.a montre une évolution marquée pour des temps courts (100 premières heures d'exposition) avant saturation pour des temps longs. Après 200 h, la fraction volumique de phase ω sature à 35%.

D'autre part, l'effet fragilisant de la précipitation de phase ω est confirmé sur la Figure I. 61.b avec l'augmentation des niveaux de contraintes et une diminution notable de la ductilité avec les durées croissantes d'exposition à 350°C. Très peu d'écrouissage est alors constaté au sein des matériaux testés. Enfin la cinétique de durcissement et de perte d'allongement en traction est reportée sur la Figure I. 61.c, montrant une nouvelle fois des évolutions marquées pour des temps courts (<10 h pour l'allongement) avant saturation pour des temps longs. Il est intéressant de constater que la durée de 10 h, qui correspond sur les Figure I. 61.b et Figure I. 61.c à l'atteinte des minima d'allongement à la rupture, correspond également sur la Figure I. 61.a au point ou la distance inter-précipité D devient égale à la taille des particules 2r.

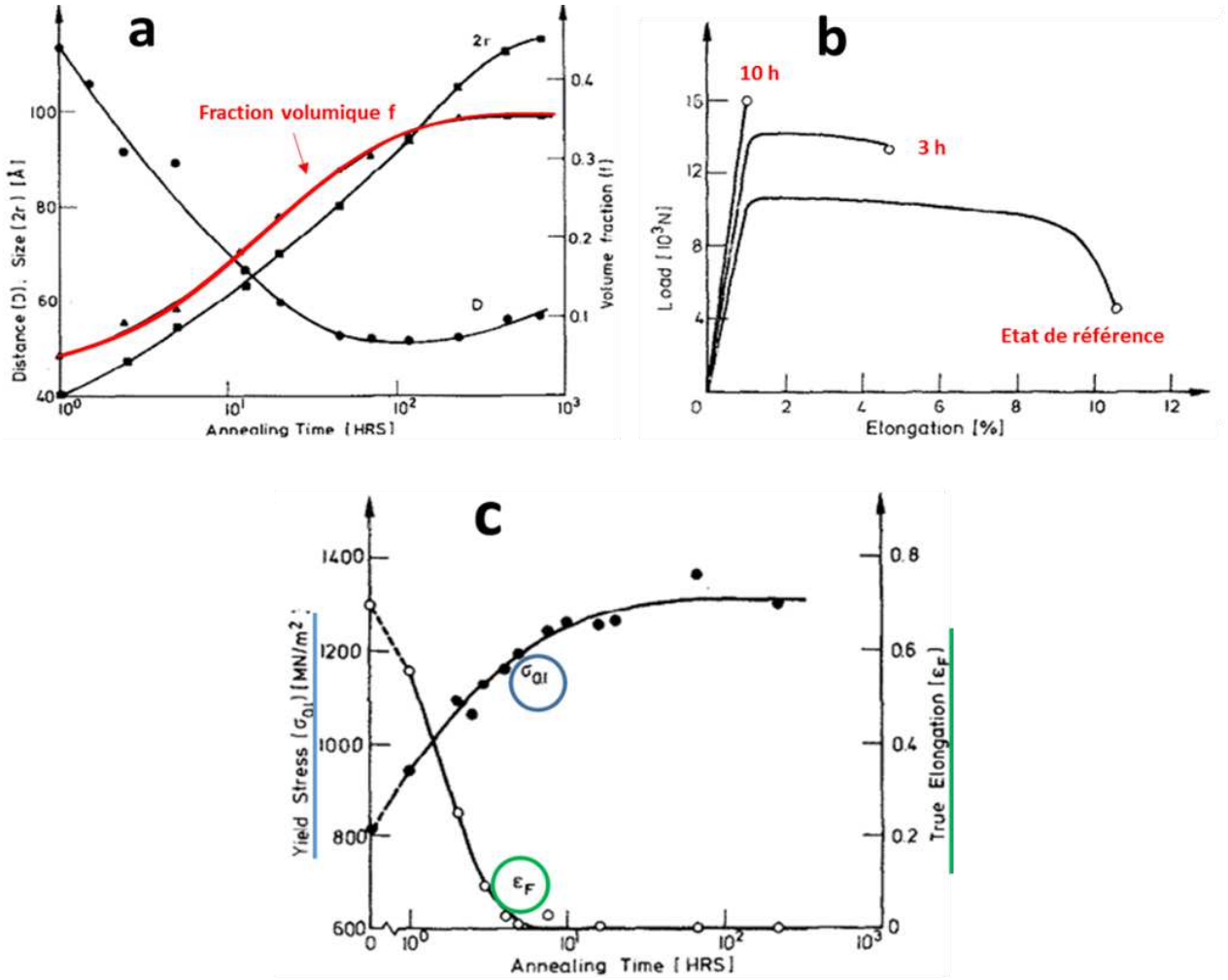



*Figure I. 61 : données liées à la précipitation de la phase ω dans un alliage Ti-11% Mo vieilli à 350°C, a) évolution temporelle de la fraction volumique de précipité, b) courbes de traction pour différentes durées d'exposition, c) évolution temporelle de la limite d'élasticité et de l'allongement à la rupture [55].*

### *1.5.2.3. Résistance à la fissuration*

Pour les essais de fissuration à température ambiante, le vieillissement produit une augmentation des vitesses de fissuration au sein de l'alliage Ti 1100 étudié par Madsen et al. [52]. A 593 °C, l'effet du vieillissement s'estompe et n'est que faiblement sensible pour des valeurs les plus basses de ΔK. Pour des valeurs de ΔK supérieures à 20 MPa.m$^{1/2}$, les vitesses de fissuration pour les échantillons vieillis sont même inférieures à celles mesurées sur les échantillons non vieillis. Ces résultats sont rapportés sur la Figure I. 62. Madsen et al. émettent plusieurs hypothèses pour expliquer les différences observées à température ambiante, sans pouvoir toutefois tirer de conclusion. Les différences observées lors des essais à 593°C par rapport aux tendances observées à température ambiante sont également expliquées par la modification dans l'interaction dislocations/précipités évoquée précédemment.

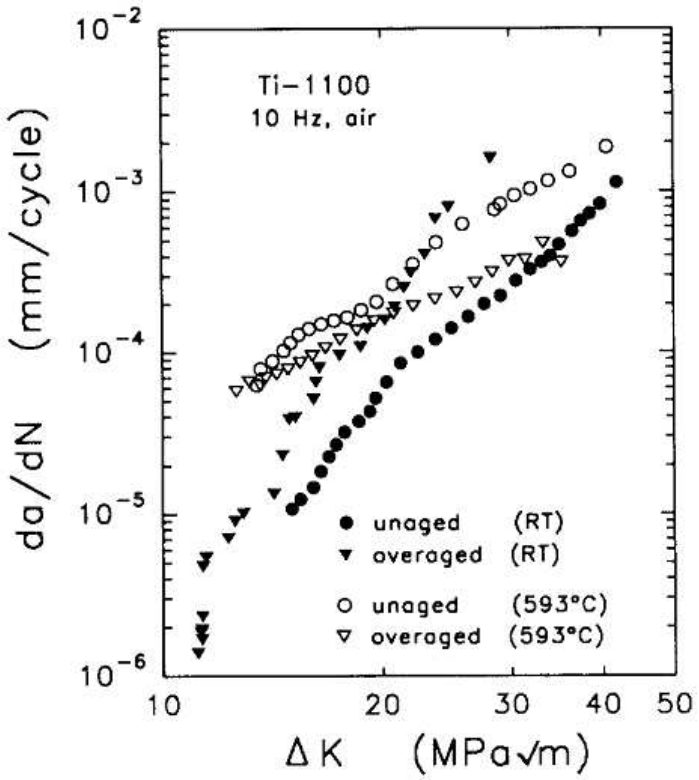



*Figure I. 62: courbes des essais de fissuration menés dans l'étude de Madsen et al. à température ambiante et à 593°C, sur des échantillons de Ti 1100 non-vieillis (unaged) et vieillis plus de 1000 h à 593°C (overaged) [52].*

Les résultats avancés par Madsen et al. peuvent être pertinents dans la prédiction du comportement de l'alliage Ti 6242, au vu de la proximité des compositions chimiques entre ce dernier et le Ti 1100 (Tableau I. 15).

| Alloy | Al | Sn | Zr | Mo | Nb | Si | Fe | O | C |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ti-1100 | 6.0 | 2.9 | 4.2 | 0.39 | — | 0.41 | 0.017 | 0.078 | 0.022 |
| 6242-Si | 6.0 | 2.0 | 4.0 | 2.0 | — | 0.2 | 0.02–0.03 | 0.11 | — |
| IMI685 | 6.0 | — | 5.0 | 0.5 | — | 0.3 | 0.02–0.03 | 0.15 | — |
| IMI834 | 6.0 | 4.0 | 3.5 | 0.5 | 0.7 | 0.35 | 0.02–0.03 | 0.1 | 0.06 |
| IMI829 | 5.5 | 3.5 | 3.0 | 0.3 | 1.0 | 0.3 | 0.02–0.03 | 0.1 | 0.03 |

*Tableau I. 15: composition comparée de divers alliages de titane [52].*

Dans la continuité des résultats précédents, Liu et al. [56] mettent également en avant au sein d'un alliage Ti-5.6Al-4.8Sn-2.0Zr-1.0Mo-0.32Si-0.8Nd avec des morphologies bimodales et lamellaires, une augmentation des vitesses de propagation de fissure à température ambiante consécutivement à un revenu jusqu'à 12 h à 700°C (Figure I. 63). Les auteurs remarquent également la présence de phase $\alpha_2$ et de siliciures après vieillissement. De manière générale, plus les durées d'exposition augmentent et plus les vitesses de propagation sont élevées.

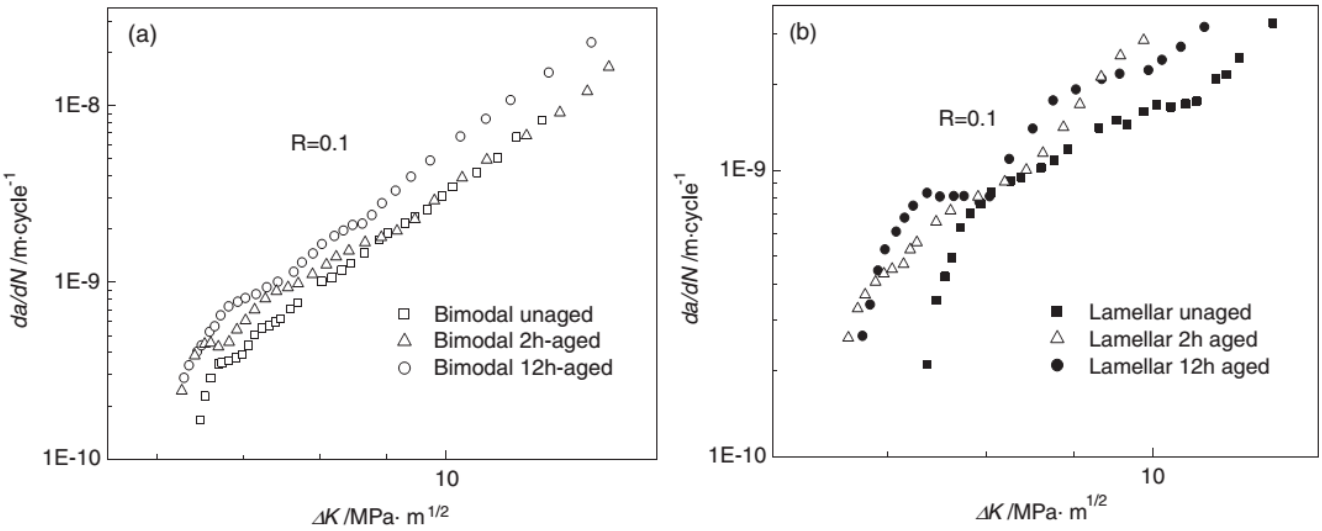



*Figure I. 63: effet de d'une exposition à 700°C jusqu'à 12 h sur le comportement en fissuration à température ambiante d'un alliage Ti-5.6Al-4.8Sn-2.0Zr-1.0Mo-0.32Si-0.8Nd [56].*

### *1.5.2.4. Découplage des rôles respectifs de la phase $Ti_3Al$ et siliciures*

Par la suite, Madsen et al. [57] de même que Sai Srinadh [58] se sont attachés à découpler les effets de ces deux formes de précipitation sur les propriétés mécaniques et d'imputer à chacune de ces particules leur rôle. Dans l'étude de Madsen et al., en parallèle des échantillons contenant les deux précipités $Ti_3Al$ et siliciures, des échantillons contenant uniquement des siliciures ont été élaborés sur la base d'un traitement thermique post-vieillissement. Ce traitement consiste à exposer les échantillons vieillis à une température au-delà de laquelle les précipités $Ti_3Al$ subissent une dissolution (critical ordering temperature) sans que les siliciures ne soient affectés. Le principe de cette technique, désignée « Post Aging Heat Treatment » (PAHT) est explicité sur la Figure I. 64.

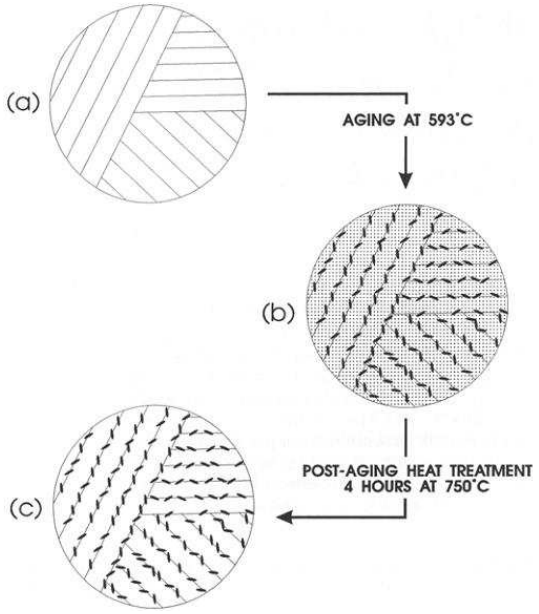



*Figure I. 64: schéma du principe de PAHT [57].*

Les auteurs ont déterminé qu'une exposition de 4 h à 750°C suffisait à passer en solution la phase concernée tout en conservant la stabilité métallurgique du matériau en termes de composition, microstructure et siliciures. La Figure I. 65 compare un état de référence vieilli 1000 h à 593°C sans PAHT (présence de la phase $Ti_3Al$ répartie de manière homogène dans la matrice α) avec un état ayant subi ce traitement thermique post-vieillissement durant 2 h, avec déjà à ce stade la disparition complète de la phase $Ti_3Al$.

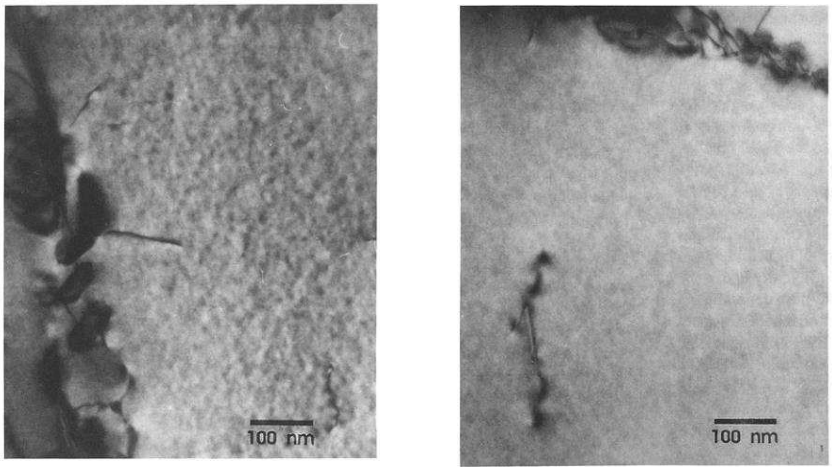



*Figure I. 65: images MET d'un échantillon vieilli "classique" (1000 h à 593°C) et d'un échantillon vieilli de manière classique puis traité par PAHT [57].*

Des essais de traction réalisés à température ambiante dans l'étude, il ressort que l'augmentation des niveaux de limite d'élasticité est entièrement imputable aux précipités $Ti_3Al$. En effet les courbes de la Figure I. 66 montrent des niveaux de contrainte bien inférieurs dans le cas de l'échantillon traité par PAHT ne contenant que des siliciures (895 MPa) vis-à-vis du cas contenant aussi la phase $\alpha_2$ (955 MPa). Cette tendance est confirmée lors des essais à 593°C, avec un écart moindre dû à l'activation du rôle renforçant des siliciures en température.

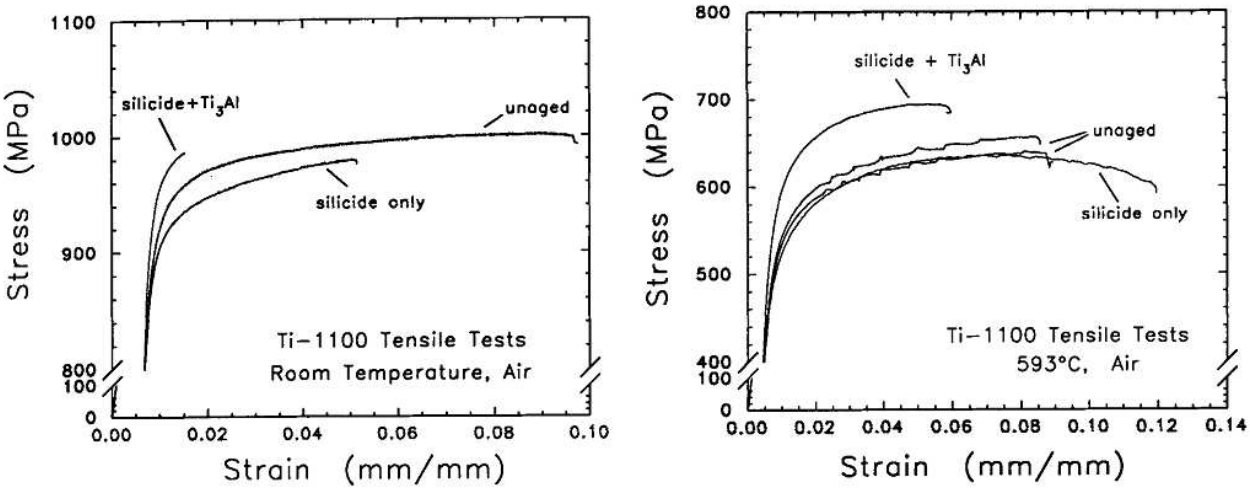



*Figure I. 66: courbes des essais de traction menés dans l'étude de Madsen et al. [57].*

Concernant la perte en ductilité consécutive au vieillissement, les précipités $Ti_3Al$ sont également présentés comme les principaux responsables de la diminution de l'allongement à la rupture. La tendance est la même en température.

Sai Srinadh et al. [58] confirment que les précipités $Ti_3Al$ sont largement responsables de la perte en ductilité devant les siliciures. Dans leur étude, l'effet fragilisant des précipités $Ti_3Al$ est plus marqué à température ambiante et s'estompe en température. L'activation en température de systèmes de glissements supplémentaires au sein des précipités est avancée, conduisant à la réduction du glissement planaire et à l'augmentation de l'homogénéité de la déformation.

Par la suite, Madsen et al. ont également comparé la résistance à la fissuration d'échantillons vieillis de manière classique et ayant subi un traitement PAHT. Il en ressort que les vitesses d'avancée de fissure sont similaires dans les deux cas (Figure I. 67). Les auteurs supposent qu'une destruction des précipités $Ti_3Al$ se produit au sein de la zone plastifiée en pointe de fissure du fait de cisaillements répétés de ces particules par les dislocations au cours de la sollicitation cyclique. De ce fait, la microstructure de l'échantillon vieilli de manière classique tendrait à se rapprocher de celle de l'échantillon traité par PAHT, expliquant les résultats énoncés précédemment et qu'aucune conclusion définitive ne peut être tirée quant au rôle spécifique joué par la phase $Ti_3Al$ et les siliciures dans le comportement en fissuration.

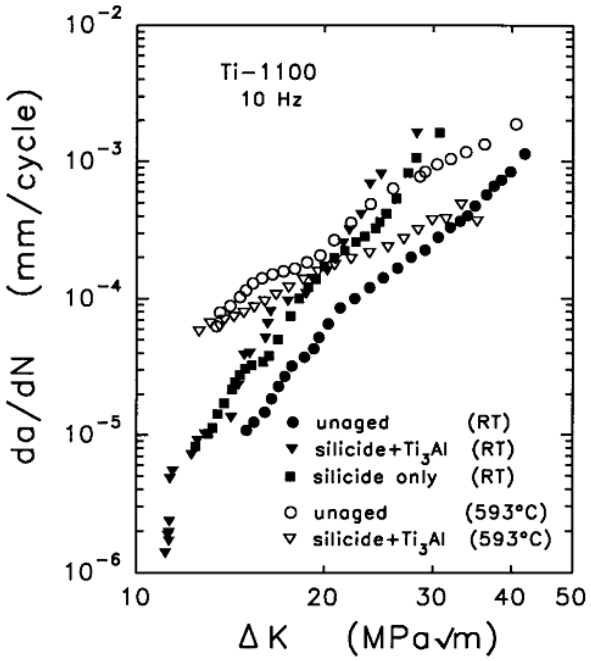



*Figure I. 67: courbes des essais de fissuration effectués à l'ambiante et à 593°C sur des éprouvettes non-vieillies, vieillies de manière classique et ayant fait l'objet d'un traitement PAHT [57].*

Le bilan dressé par Madsen et al. au sujet de la phase $Ti_3Al$ indique que cette phase est délétère vis-à-vis des propriétés mécaniques en sollicitation monotone comme la ductilité, que ce soit à température ambiante ou à température élevée. Le bilan au sujet des siliciures est toutefois nuancé, au regard des propriétés en propagation de fissure par fatigue. Si à température ambiante, les siliciures sont responsables d'une fragilisation du matériau, ils contribuent cependant selon les auteurs à une

augmentation de la ductilité et de la résistance en fissuration en température. La suppression de ces deux phases précipitantes est donc souhaitable pour les sollicitations à l'ambiante, tandis qu'à haute température la présence de siliciures serait bénéfique vis à vis de ses deux propriétés.

### *1.5.2.5. Influence de la phase $\alpha_{GB}$ et des PFZs*

Du point de vue des propriétés mécaniques, Schmidt et al. [43] ont mis en avant le rôle néfaste joué par la phase $\alpha_{GB}$ et les PFZ sur les propriétés en traction et en fatigue cyclique, ces détails microstructuraux jouant le rôle de points d'amorçage de fissure. Santhosh et al. [59] ont comparé un alliage Ti-15-3 ayant subi un traitement thermique unique « single aged » (SA, exposition « monopalier » de 10h à 500°C) contenant à la fois de la phase $\alpha_{GB}$ phase ainsi que des micro-PFZs, avec le même alliage ayant subi un traitement thermique dit « duplex aged» (DA, exposition « bipalier » de 24h à 250°C puis 8 h à 500°C) dépourvu de micro-PFZs et avec peu de $\alpha_{GB}$. Les auteurs ont ainsi observé dans le cas traité « duplex » une hausse de la durée de vie en fatigue ainsi que de meilleures propriétés en traction sans détériorer notablement la ductilité du matériau, soulignant l'effet délétère la phase $\alpha_{GB}$ et des PFZ sur les propriétés mécaniques. Ces résultats sont synthétisés sur la Figure I. 68.

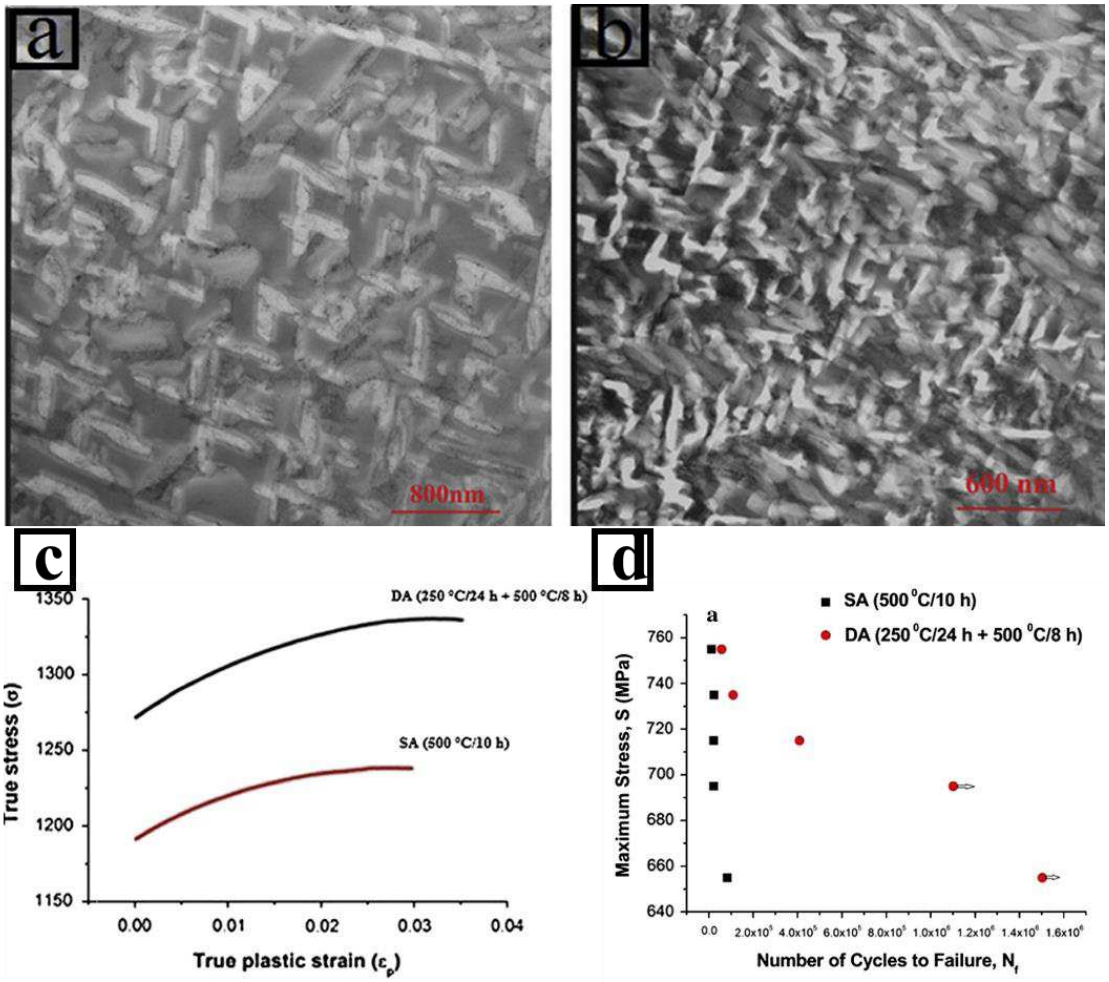



*Figure I. 68: microstructure de l'alliage Ti-15-3 de l'étude de Santhosh et al. a) single-aged, b) duplex, c) propriétés en traction de ces microstructures, d) durées de vie en fatigue cyclique [59].*

### 1.5.3. Mécanismes d'endommagement en lien avec la précipitation

#### *1.5.3.1. $Ti_3Al$ et siliciures*

Il peut être retenu que le rôle des précipités dans l'évolution des propriétés mécaniques est plus souvent néfaste en termes de ductilité et de résistance à la fissuration à température ambiante. En ce qui concerne les précipités $Ti_3Al$, du fait de leur cohérence avec la matrice, les précipités sont sécables par les dislocations. Une fois cisaillés, les précipités $Ti_3Al$ sont susceptibles d'être mis en solution. Ceci a pour conséquence d'amoindrir le durcissement structural et diminuer la cission critique résolue [47,52], rendant ainsi le passage de dislocations supplémentaires plus aisé (favorisant ainsi le glissement planaire). La déformation se localise et devient hétérogène, sous la forme d'importantes bandes de glissement planaires largement espacées. Ces bandes de glissement intense ainsi que des dislocations s'accumulent aux joints des ex-grains β [1]. Des cavités apparaissent préférentiellement au sein de la phase α située aux joints des ex-grains β, engendrant un mode de rupture intergranulaire. Ce mode de rupture intergranulaire lié à la présence de $Ti_3Al$ est également rapporté par Evans [60].

L'étude de Woodfield et al. [44] a comparé la réponse au vieillissement de deux échantillons de Ti 5331S trempés à l'huile et refroidis à l'air respectivement, au terme de la mise en solution dans le domaine β. Une plus grande quantité de siliciures a été observée dans le cas de l'échantillon trempé à l'huile, qui montrait également une ductilité plus réduite que le cas refroidi à l'air. Woodfield et al. insistent alors sur le couplage entre les rôles des siliciures et de la phase $Ti_3Al$ dans le mécanisme de déformation. Tandis que les précipités $Ti_3Al$ une fois cisaillés favorisent la déformation hétérogène par formation de bandes de glissement intense, ces bandes de glissement progressent et sont stoppées à un certain degré par les siliciures, générant l'accumulation de dislocations aux interfaces. Cette accumulation de dislocations conduit à la rupture des siliciures, ce qui permet de poursuivre le glissement suivant d'autres bandes de glissement spécifiques. La rupture par fissuration se propage ainsi par jonction de ces zones ou les siliciures interceptent les bandes de glissement concentrées et sont fracturées.

Il suffit donc que d'une quantité limitée mais suffisante de précipités $Ti_3Al$ pour localiser la déformation puis concentrer les dislocations aux interfaces des siliciures, qui par rupture successives entrainent une propagation de ces bandes de glissements et de la rupture par fissuration. Ce processus est illustré sur la Figure I. 69, où les siliciures sont sectionnés par ces bandes de glissement planaires. Zhang et Evans [47,60] rapportent que les siliciures sont plus souvent associés à des modes de rupture transgranulaire, favorisant ainsi un comportement macroscopique fragile, constat confirmé par comme Madsen et al. [52].

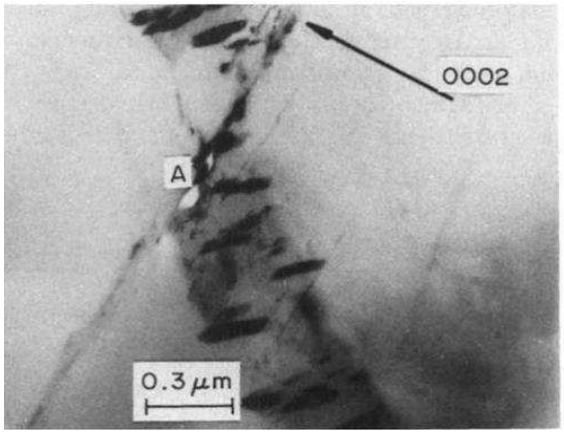



*Figure I. 69: image MET montrant des siliciures sectionnés par des bandes de glissement, au sein d'un alliage Ti 5331S vieilli 1000 h à 575°C [44].*

### *1.5.3.2. Rôle de la phase ω*

Williams et al. [53] proposent sur l'interaction dislocations/précipités ω, que ces dernier ne sont pas déformables et ne sont pas cisaillés par les dislocations. Il en résulte une accumulation de dislocations à l'interface matrice/précipité, conduisant à une haute densité de dislocations au sein de la matrice β, ainsi qu'à la nucléation de micro-cavités. Parallèlement, l'étude de Gysler et al. [55] a montré au sein d'échantillons rompus, des décalages dans la ligne décrite par les bandes de glissement. Ces décalages sont dus à des bandes de glissement secondaires venant sectionner les premières bandes de glissement évoquées, phénomène illustré Figure I. 70. De plus ces bandes de glissements créent également des discontinuités de l'ordre du micron dans les joints de grain qu'elles sectionnent (Figure I. 70.c et d).

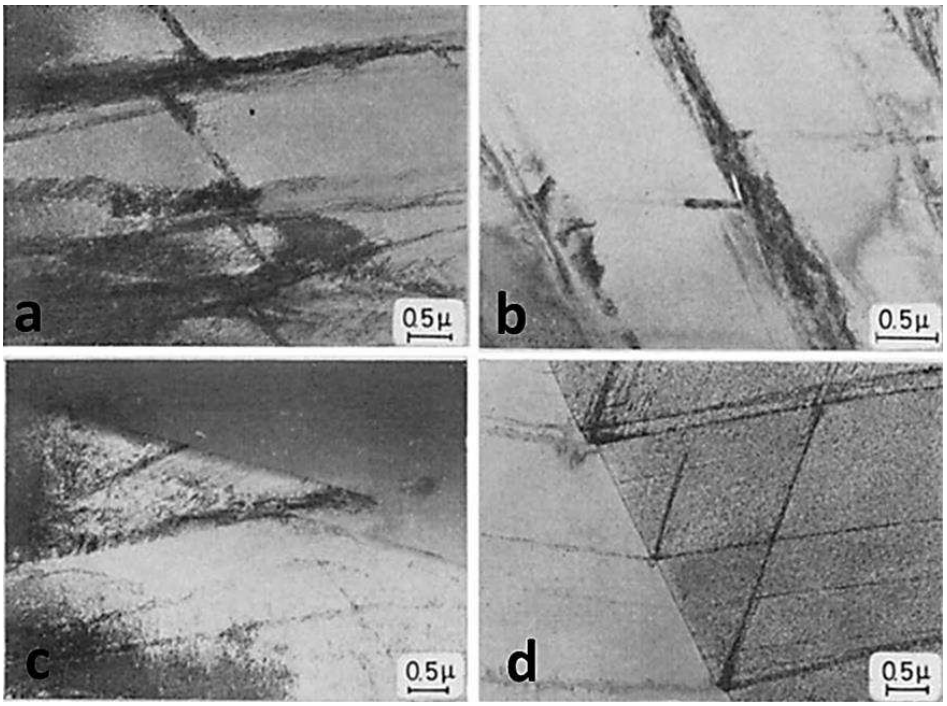



*Figure I. 70: alliage Ti-11%Mo déformé à un stade proche de la rupture montrant de larges décalages dus à l'intersection de bandes de glissement, b) nucléation de micro-cavités aux intersections des bandes de glissement, c) et d) intersection de bandes de glissement créant des décalages au niveaux des joints de grain [55].*

A l'endroit où les bandes de glissement sectionnent soit d'autres bandes de glissement, soit des joints de grain, des micro-cavités se forment. Ces micro-cavités croissent ensuite et coalescent pour former des cupules caractéristiques d'un mode d'endommagement ductile, où dans le cas d'intersection de bandes au niveau du joint de grain à une rupture intergranulaire. L'examen fractographique des échantillons sur la Figure I. 71 montre qu'à mesure que les durées d'exposition en température augmentent, le mode de rupture initialement ductile avec formation de cupules passe par un stade intergranulaire avant d'adopter un mode de rupture décrivant des marches, avec une déformation plastique macroscopique très limitée.

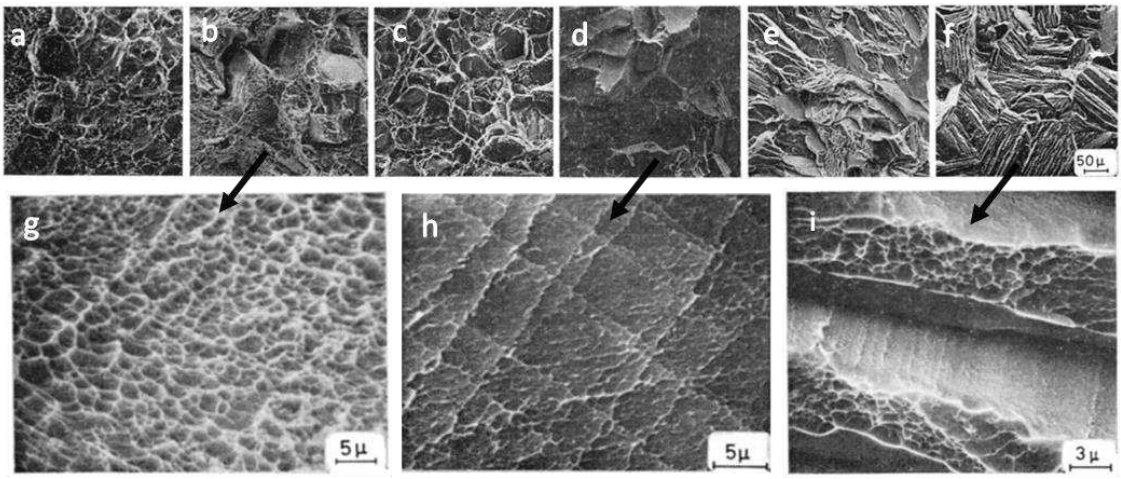



*Figure I. 71: faciès de rupture obtenus au sein d'un alliage Ti-11%Mo après vieillissement à 350°C. (a) non-vieilli, (b) et (g) 1 h, (c) 3 h, (d) et (h) 20 h, (e) 60 h, (f) et (i) 220 h. Les clichés MEB de a à f ont la même échelle [55].*

En réponse à l'exposition en température, la déformation et le glissement planaire sont de moins en moins homogènes : les densités de dislocation, donc la déformation plastique, se concentrent au sein de certaines bandes de glissement, confinant l'écoulement plastique et produisant localement des hauts niveaux de contrainte. La rupture peut alors intervenir, même à des niveaux de déformation macroscopique faibles.

Les études de Williams and al. et Gysler and al. vont toutes deux dans le sens d'une rupture localement ductile par formation et coalescence de micro-cavités laissant des cupules, et ce même si macroscopiquement, le comportement apparait comme fragile. Cependant, les deux études divergent sur l'interaction entre précipités ω et dislocations. Dans l'étude de Wiliams and al., les précipités ω sont présentés comme non déformables et non-cisaillés par les dislocations, la rupture étant justement liée au fait que les dislocations ne traversent pas les précipités, se concentrent à leur interface et initient la rupture par formation de micro-cavités. Le rôle des précipités dans la formation des cavités et la rupture est donc, ici, direct. Gysler et al affirment à l'inverse que les précipités ω sont cisaillés. Un abaissement de la résistance au mouvement des dislocations (adoucissement) le long des plans de glissements sectionnant les précipités serait alors observé. Par conséquent, des bandes de glissement intense se forment à ces emplacements. Les précipités ω jouent dans ce cas un rôle indirect dans la rupture, en favorisant en premier lieu les glissements inhomogènes, et l'intersection des bandes de glissement intenses feraient par la suite naitre et croitre les cavités responsables de la rupture.

## 1.6. Conclusion du chapitre 1

Le bilan de cette synthèse bibliographique est résumé au sein du schéma sur la Figure I. 72 :

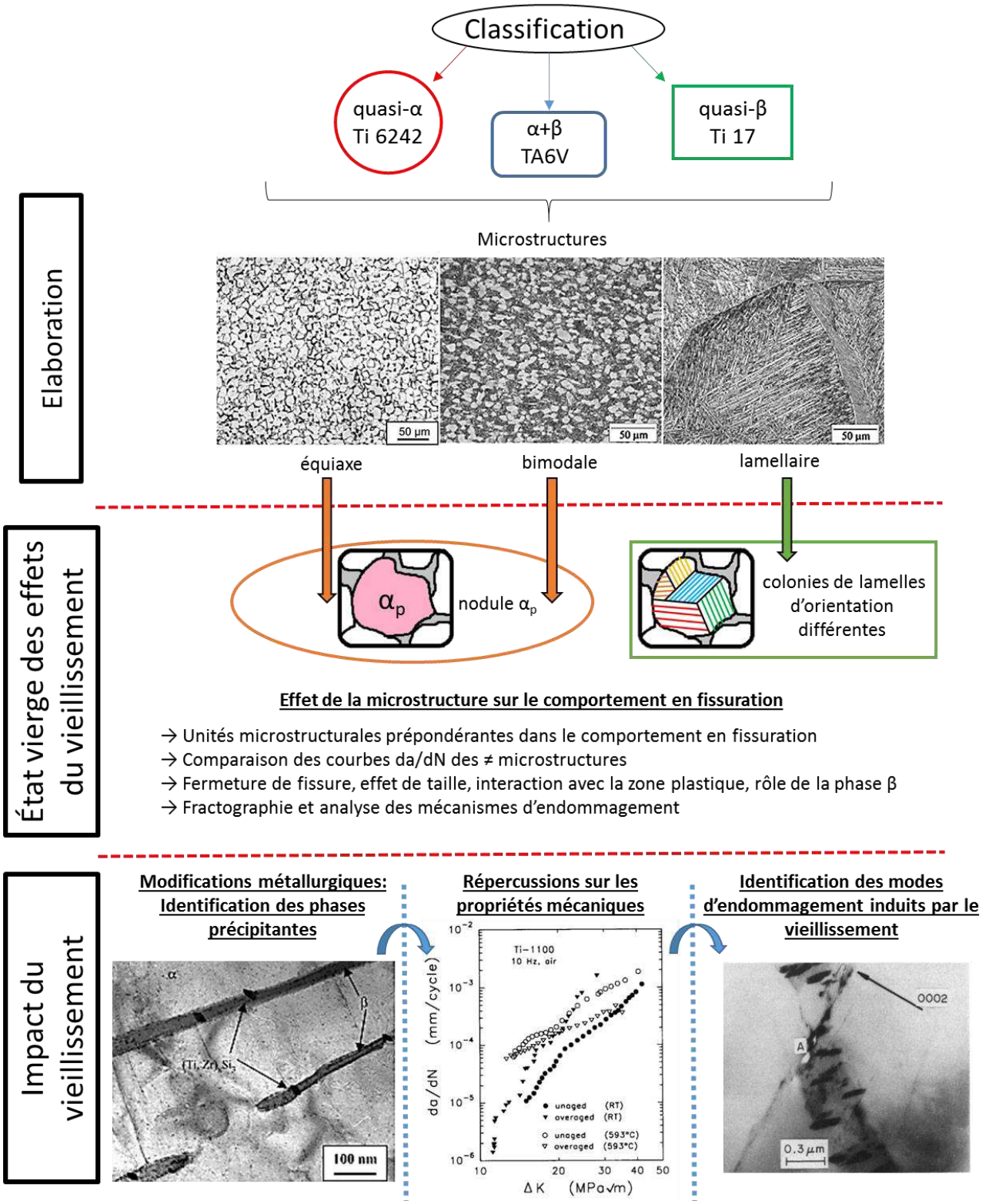



*Figure I. 72: bilan schématique de la partie bibliographique*

Au terme de cette partie, les classifications des alliages de titane ont été présentées, positionnant chaque alliage de l'étude dans sa catégorie : le Ti 6242 en tant qu'alliage quasi-α, le TA6V en tant qu'alliage α+β, le Ti 17 en tant qu'alliage quasi- β. La distinction est principalement été établie en se basant sur des critères de composition, de fractions de phases en présence en fonction de la température et de réponse face aux traitements thermomécaniques.

Les trois microstructures principalement rencontrées au sein des alliages de titane ont été explicitées en même temps que les voies thermo-mécaniques conduisant à leur obtention. La prise en compte des températures de déformation et de maintien est cruciale pour resituer à chaque étape d'élaboration le domaine de croissance de chaque phase en particulier. Egalement le caractère prépondérant de la vitesse de refroidissement dans l'obtention de la microstructure finale aura été souligné.

Du point de vue de la fissuration, une attention particulière a été portée sur l'unité microstructurale conditionnant la propagation de fissure au sein des différentes microstructures détaillées. Ceci a permis de retenir le nodule $\alpha_p$ pour les microstructures équiaxes et bimodales, la colonie de lamelle pour les microstructures lamellaires.

A l'état vierge de tout effet du vieillissement les microstructures lamellaires présentent par ailleurs de meilleures tenues à la propagation de fissure. Les nombreuses interactions de la fissure avec les colonies de lamelles d'orientation différentes expliquent pour une grande partie cette résistance accrue. Les tailles de colonies importantes, la rugosité du front de fissure, l'accroissement de la zone plastique, ainsi que de la ductilité de la phase β sont autant de paramètres ralentissant la propagation de fissures au sein alliages de titane. Dans l'anticipation des travaux expérimentaux à venir, des démarches d'analyse fractographique disponibles dans la littérature ont été présentées afin de pouvoir critiquer les faciès de rupture développés dans les alliages de l'étude.

L'effet du vieillissement proprement dit a été détaillé dans une partie finale en insistant sur les transformations métallurgiques renseignées dans la littérature. Les phases précipitantes et la formation de PFZ ont été étroitement liées aux modifications observées dans les propriétés mécaniques à savoir :

- Durcissement et augmentation des niveaux de limite d'élasticité.
- Chute de la ductilité et hétérogénéisation de la déformation.
- Augmentation des vitesses de propagation à température ambiante.
- Effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques estompés en température.
- Cinétiques de fragilisation (durcissement en traction et de chute d'allongement à rupture) marquées pour des durées de vieillissement courtes puis saturant pour des durées plus longues.

Enfin, les interactions entre dislocations et phases précipitantes ont été abordés mettant en avant une localisation de la déformation causant la perte de ductilité rapportée précédemment. Le croisement des observations à différentes échelles a permis de révéler que si à l'échelle macroscopique, le

comportement du matériau devient globalement fragile suite au vieillissement, une rupture ductile avec la formation de cupules peut occasionnellement être observée à une échelle plus fine.

Il est à préciser que si les relations classiques microstructure-propriétés en fissuration au sein des alliages de titane sont relativement bien documentées, l'état de l'art concernant spécifiquement l'impact d'un vieillissement long, de plusieurs centaines à milliers d'heures, sur la propagation de fissure des alliages de titane est en quantité relativement réduite. Les travaux suivants s'attacheront ainsi à éclairer un certain nombre de sujets, suivant plusieurs objectifs parmi lesquels :

- Evaluer de façon paramétrique l'impact du vieillissement sur la résistance à la fissuration d'alliages de titane (plusieurs alliages, différentes conditions de vieillissement et d'essais).
- Dissocier l'effet de la microstructure initiale de l'effet du vieillissement.
- Identifier les mécanismes d'endommagement en fissuration ainsi que leurs éventuelles modifications consécutivement au vieillissement.
- Proposer un scénario global de l'effet du vieillissement en croisant des caractérisations de nature différentes (statiques et cycliques), à différentes échelles (macroscopiques, in-situ).
- Etablir une vision plus large du phénomène de vieillissement en discutant d'éventuelles équivalences temps – température d'exposition, des cinétiques d'évolution des propriétés.

## 1.7. Bibliographie du chapitre 1

[1] G. Lütjering, J.C. Williams, Titanium, Springer, 2007.
[2] C. Leyens, M. Peters, Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons, 2003.
[3] P.J. Bania, JOM 46 (1994) 16–19.
[4] J.D. Cotton, R.D. Briggs, R.R. Boyer, S. Tamirisakandala, P. Russo, N. Shchetnikov, J.C. Fanning, Jom 67 (2015) 1281–1303.
[5] I. Weiss, S.L. Semiatin, Mater. Sci. Eng. A 263 (1999) 243–256.
[6] A. Guerrero-Tovar, T.K. Heckel, H.-J. Christ, (2008).
[7] M. Peters, J. Kumpfert, C.H. Ward, C. Leyens, Adv. Eng. Mater. 5 (2003) 419–427.
[8] R. Wanhill, S. Barter, in:, Fatigue Beta Process. Beta Heat-Treat. Titan. Alloys, Springer, 2012, pp. 1–3.
[9] R.R. Boyer, Mater. Sci. Eng. A 213 (1996) 103–114.
[10] I. Weiss, S.L. Semiatin, Mater. Sci. Eng. A 243 (1998) 46–65.
[11] H. Ghonem, Int. J. Fatigue 32 (2010) 1448–1460.
[12] J.D.C. Teixeira, B. Appolaire, E. Aeby-Gautier, S. Denis, F. Bruneseaux, Acta Mater. 54 (2006) 4261–4271.
[13] D. Eylon, J.A. Hall, Metall. Trans. A 8 (1977) 981–990.
[14] G. Lütjering, Mater. Sci. Eng. A 243 (1998) 32–45.
[15] R.S. Sandala, Deformation Mechanims of Two-Phase Titanium Alloys, University of Manchester, 2013.
[16] G. Schroeder, J. Albrecht, G. Luetjering, Mater. Sci. Eng. A 319 (2001) 602–606.
[17] F.C. Campbell, (2008).

[18] R.K. Nalla, R.O. Ritchie, B.L. Boyce, J.P. Campbell, J.O. Peters, Metall. Mater. Trans. A 33 (2002) 899–918.
[19] G.R. Yoder, D. Eylon, Metall. Mater. Trans. A 10 (1979) 1808–1810.
[20] D. Eylon, P.J. Bania, Metall. Trans. A 9 (1978) 1273–1279.
[21] N. Verdhan, D. D. Bhende, R. Kapoor, J. K. Chakravartty, Effect of Microstructure on the Fatigue Crack Growth Behaviour of a Near-α Ti Alloy, 2015.
[22] V.K. Saxena, V.M. Radhakrishnan, Metall. Mater. Trans. A 29 (1998) 245–261.
[23] C.M. Ward-Close, C.J. Beevers, Metall. Mater. Trans. A 11 (1980) 1007–1017.
[24] R. Filip, K. Kubiak, W. Ziaja, J. Sieniawski, J. Mater. Process. Technol. 133 (2003) 84–89.
[25] E. Wolf, Eng. Fract. Mech. 2 (1970) 37–45.
[26] W. Elber, in:, Damage Toler. Aircr. Struct., ASTM International, 1971.
[27] W. Elber, (1975).
[28] M. Benedetti, J. Heidemann, J.O. Peters, G. Lütjering, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 28 (2005) 909–922.
[29] V. Sinha, W.O. Soboyejo, Mater. Sci. Eng. A 319 (2001) 607–612.
[30] G.R. Yoder, L.A. Cooley, T.W. Crooker, Eng. Fract. Mech. 11 (1979) 805–816.
[31] O. Jin, S. Mall, Mater. Sci. Eng. A 359 (2003) 356–367.
[32] K.S. Ravichandran, Acta Metall. Mater. 39 (1991) 401–410.
[33] J. Lankford, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 8 (1985) 161–175.
[34] P.E. Irving, C.J. Beevers, Mater. Sci. Eng. 14 (1974) 229–238.
[35] A.L. Pilchak, A. Bhattacharjee, A.H. Rosenberger, J.C. Williams, Int. J. Fatigue 31 (2009) 989–994.
[36] C.W. Brown, M.A. Hicks, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 6 (1983) 67–76.
[37] R.J.H. Wanhill, R. Galatolo, C.E.W. Looije, Int. J. Fatigue 11 (1989) 407–416.
[38] A.W. Funkenbusch, L.F. Coffin, Metall. Trans. A 9 (1978) 1159.
[39] S.J. Kim, M. Hagiwara, Y. Kawabe, S.S. Kim, Mater. Sci. Eng. A 334 (2002) 73–78.
[40] S.K. Jha, K.S. Ravichandran, Metall. Mater. Trans. A 31 (2000) 703–714.
[41] R. Benjamin, M.N. Rao, J. Phys. Conf. Ser. 843 (2017) 012048.
[42] C. Sauer, G. Lütjering, Mater. Sci. Eng. A 319–321 (2001) 393–397.
[43] P. Schmidt, A. El-Chaikh, H.-J. Christ, Effect of Duplex Aging on the Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in the Solute-Rich Metastable Beta Titanium Alloy Ti 38-644, 2011.
[44] A.P. Woodfield, P.J. Postans, M.H. Loretto, R.E. Smallman, Acta Metall. 36 (1988) 507–515.
[45] A. Madsen, E. Andrieu, H. Ghonem, Mater. Sci. Eng. A 171 (1993) 191–197.
[46] W. Jia, W. Zeng, J. Liu, Y. Zhou, Q. Wang, Mater. Sci. Eng. A 530 (2011) 511–518.
[47] X.. Zhang, D.. Evans, W.. Baeslack III, H.. Fraser, Mater. Sci. Eng. A 344 (2003) 300–311.
[48] S. Ankem, C.A. Greene, Mater. Sci. Eng. A 263 (1999) 127–131.
[49] F. Prima, J. Debuigne, M. Boliveau, D. Ansel, J. Mater. Sci. Lett. 19 (2000) 2219–2221.
[50] G. Lütjering, J. Albrecht, C. Sauer, T. Krull, McEvily Symp. Fatigue Fract. Tradit. Adv. Mater. TMS 2006 468–470 (2007) 201–209.
[51] Matteo Benedetti, Initiation and Propagation Behaviour of Fatigue Cracks in Titanium Alloys, PhD Thesis, Universita degli studi di trento, 2004.
[52] A. Madsen, H. Ghonem, Mater. Sci. Eng. A 177 (1994) 63–73.
[53] J.C. Williams, B.S. Hickman, H.L. Marcus, Metall. Trans. 2 (1971) 1913–1919.
[54] B.S. Hickman, J. Mater. Sci. 4 (1969) 554–563.
[55] A. Gysler, G. Lütjering, V. Gerold, Acta Metall. 22 (1974) 901–909.
[56] J. Liu, S. Li, D. Li, R. Yang, Effect of Aging on Fatigue-Crack Growth Behavior of a High-Temperature Titanium Alloy, 2004.
[57] A. Madsen, H. Ghonem, J. Mater. Eng. Perform. 4 (1995) 301–307.
[58] K.V. Sai Srinadh, N. Singh, V. Singh, Bull. Mater. Sci. 30 (2007) 595–600.
[59] R. Santhosh, M. Geetha, V.K. Saxena, M. Nageswara Rao, Int. J. Fatigue 73 (2015) 88–97.
[60] D.J. Evans, T.F. Broderick, J.B. Woodhouse, J.R. Hoenigman, Int. Symp. Metall. Technol. Titan. Alloys 213 (1996) 37–44.

# Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

# 2. Matériaux et méthodes

## 2.1. Matériaux

Les alliages de titane considérés dans cette étude ont été fournis par le métallurgiste Aubert & Duval. L'alliage TA6V a été forgé à 950°C avant de subir un traitement de détentionnement à 730°C afin d'obternir la microstructure qualifiée de « traitée α+β ». Une partie du matériau forgé a été mis en solution au dessus du transus β estimé à 1005°C puis trempé à l'air avant de subir le même traitement de détentionnement à 730°C, afin d'obtenir la microstructure qualifiée de « traitée β ». Le détail de ces microstructures « traitée α+β » et « traitée β » sera apporté par la suite, et ces microstructures seront qualifiées de α+β et β, respectivement. La composition mesurée pour l'alliage TA6V est rappelée dans le Tableau II. 1.

| *Ti* | *Al* | *V* | *Fe* | *C* | *H* | *O* | *N* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *base* | *6.298* | *4.195* | *0.146* | *0.003* | *0.003* | *0.191* | *0.010* |

*Tableau II. 1 : composition du TA6V (% massiques, données Aubert & Duval)*

Dans le cas de l'alliage Ti6242, le matériau a été forgé à 950 °C, mis en solution durant 1h45 min à 985°C, en dessous de la température de transus β estimée à 1004°C. Le matériau a été par la suite trempé à l'air soufflé avant de subir un traitement de revenu de 9 h à 593°C afin d'obtenir une microstructure bimodale. La composition de l'alliage Ti6242 est rappelée dans le Tableau II. 2.

| *Ti* | *Al* | *Sn* | *Zr* | *Mo* | *Si* | *Fe* | *C* | *Ni* | *H* | *0* | *N* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *base* | *6.125* | *2.000* | *4.000* | *1.975* | *0.080* | *0.030* | *0.005* | *0.010* | *0.004* | *0.124* | *0.001* |

*Tableau II. 2: composition du Ti6242 (% massiques, données Aubert & Duval)*

L'alliage Ti 17 a quant à lui été forgé au dessus du transus β estimé à 917°C, trempé à l'eau puis traité thermiquement à 800°C durant 5h. L'alliage a subi par la suite une seconde trempe à l'eau, avant un revenu final de 9 heures à 620°C. La composition de l'alliage Ti 17 est rappelée Tableau II. 3.

| *Ti* | *Al* | *Sn* | *Zr* | *Mo* | *Cr* | *Fe* | *C* | *O* | *N* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *Base* | *4.980* | *2.010* | *2.135* | *4.130* | *4.105* | *0.035* | *0.008* | *0.115* | *0.001* |

*Tableau II. 3: composition du Ti 17 (% massiques, données Aubert & Duval)*

Les histoires thermomécaniques ainsi que les données microstructurales relatives à chaque alliage sont consignées dans le Tableau II. 4. Les alliages TA6V et Ti6242 ont été réceptionnés sous forme de méplats, puis débités en blocs en veillant à conserver la trace des sens long (L), travers-long (TL) et travers-court (S) liées au forgeage, définis sur la Figure II. 1. Le Ti17 à quant à lui été forgé puis receptionné sous forme de « pancakes », repérés par la direction de forgeage (sens de l'épaisseur) et une direction radiale perpendiculaire à la première. Ces informations sont illustrées sur la Figure II. 1.

| Alliage | Transus β (°C) | Gamme thermomécanique | Type de microstrucure |
|---|---|---|---|
| TA6V traité αβ | 1005 | Forgeage à 950°C + détentionnement à 730°C | bimodal |
| TA6V traité β | 1005 | Forgeage à 950°C + Mise en solution $T_\beta$ +25°C, trempe air + détentionnement à 730°C | Widmanstätten - lamellaire |
| Ti6242 | 1004 | Forgeage à 950 °C + Mise en solution à $T_\beta$-20°C, trempe air + revenu 9h à 593°C | bimodal |
| Ti17 | 882 | Forgeage à 917°C, trempe eau + mise en solution 5h à 800°C, trempe eau + Revenu 9h à 620°C, trempe air | Morphologie type « basketwave » |

*Tableau II. 4: données des traitements thermo-mécaniques des alliages étudiés*

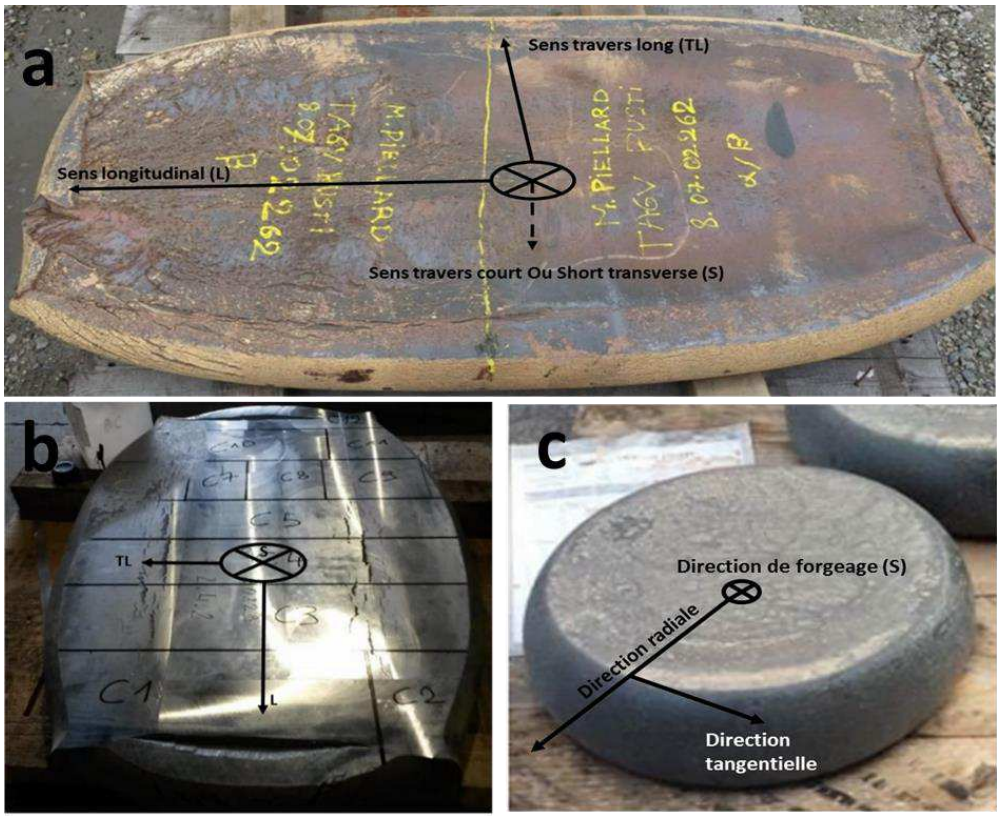



*Figure II. 1: matériaux dans leurs conditions de réception. a) méplat de TA6V. b) méplat de Ti6242. c) pancake de Ti17*

## 2.2. Microstructures

Afin d'observer les quatre microstructures considérées dans les présents travaux, les échantillons ont été polis jusqu'à une granulométrie de 1 micron, puis ont subi une finition avec une suspension de silice colloïdale. Les échantillons ont ensuite été attaqués au réactif de Kroll afin de révéler la microstructure des grains. Les quatre microstructures de l'étude sont apportées sur la Figure II. 2.

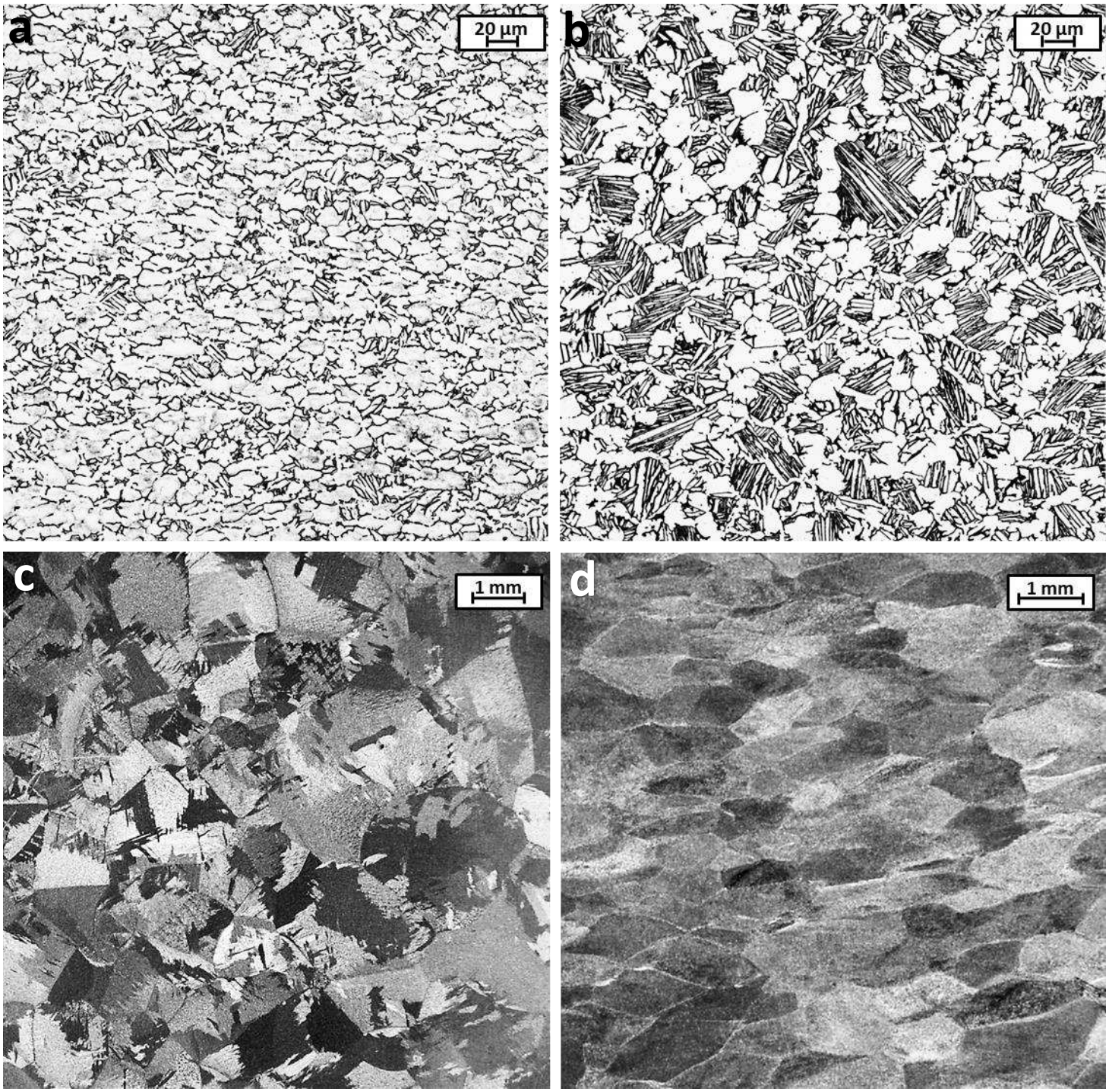



*Figure II. 2: observations optiques des microstructures des alliages étudiés. a) TA6V αβ, b) Ti6242, c) TA6V β, d) Ti 17*

Les mesures de taille de grain ont été effectuées suivant la methode d'interception linéaire présentée sur la norme ASTM E112-12 [1], en veillant à intercepter au moins 50 grains différents.

Dans le cas de l'alliage TA6V traité αβ (Figure II. 2.a), la microstructure est bimodale et se compose d'une majorité de nodules α recristallisés, légèrement allongés dans une direction perpendicuaire à la direction de forgeage. Ces nodules α et sont regroupés en paquets par endroits et forment des « clusters ». Ces nodules sont séparés par des colonies de « lamelles » α, dont l'épaisseur se rapproche de celle des nodules et suggère que la recristallisation est poussée. La taille moyenne des nodules est estimée à 7,9 µm dans la direction de forgeage (DF) et 12 ,7 µm dans la direction perpendiculaire à celle du forgeage (PDF).

L'alliage Ti6242 (Figure II. 2.b) montre également une microstructure bimodale avec des nodules alpha α recristallisés d'une taille moyenne de 10 µm, séparés par des colonies de fines lamelles α, la taille moyenne de ces colonies étant évaluée à 24 µm.

La microstructure du TA6V traité β (Figure II. 2.c) révèle quant à elle une structure lamellaire avec des colonies de lamelles de tailles de plus importantes que les microstructures précédentes, avec une taille d'ex-grain β moyenne estimée à 1,3 mm.

Le Ti17 (Figure II. 2.d) montre quant à lui une structure avec des ex-grains β fortement déformés et allongés dans une direction perpendiculaire à la direction de forgeage. La microstructure consiste dans ce cas en lamelles de phase α disposés de façon à s'enchevêtrer en formant une structure en "corbeille d'osier" ou "basketwave" (décrits dans le chapitre bibliographique). Il est à noter qu'à certains endroits, la phase α aux joints des ex-grains β forme une couche continue avec des excroissances en forme de lamelles dirigées vers l'intérieur du grain, donnant une structure « demi-plume ». Pour le Ti17 la taille moyenne des ex-grains β est de 0,5 mm dans la direction de forgeage et de 1.5 mm dans la diection perpendiculaire à la précédente.

Les observations MEB de ces microstructures présentées en Figure II. 3 montrent également une fine précipitation de lamelles α au sein de la phase β retenue dans le cas des alliages Ti17 et Ti6242. Les informations précédentes sont résumées dans le Tableau II. 5.

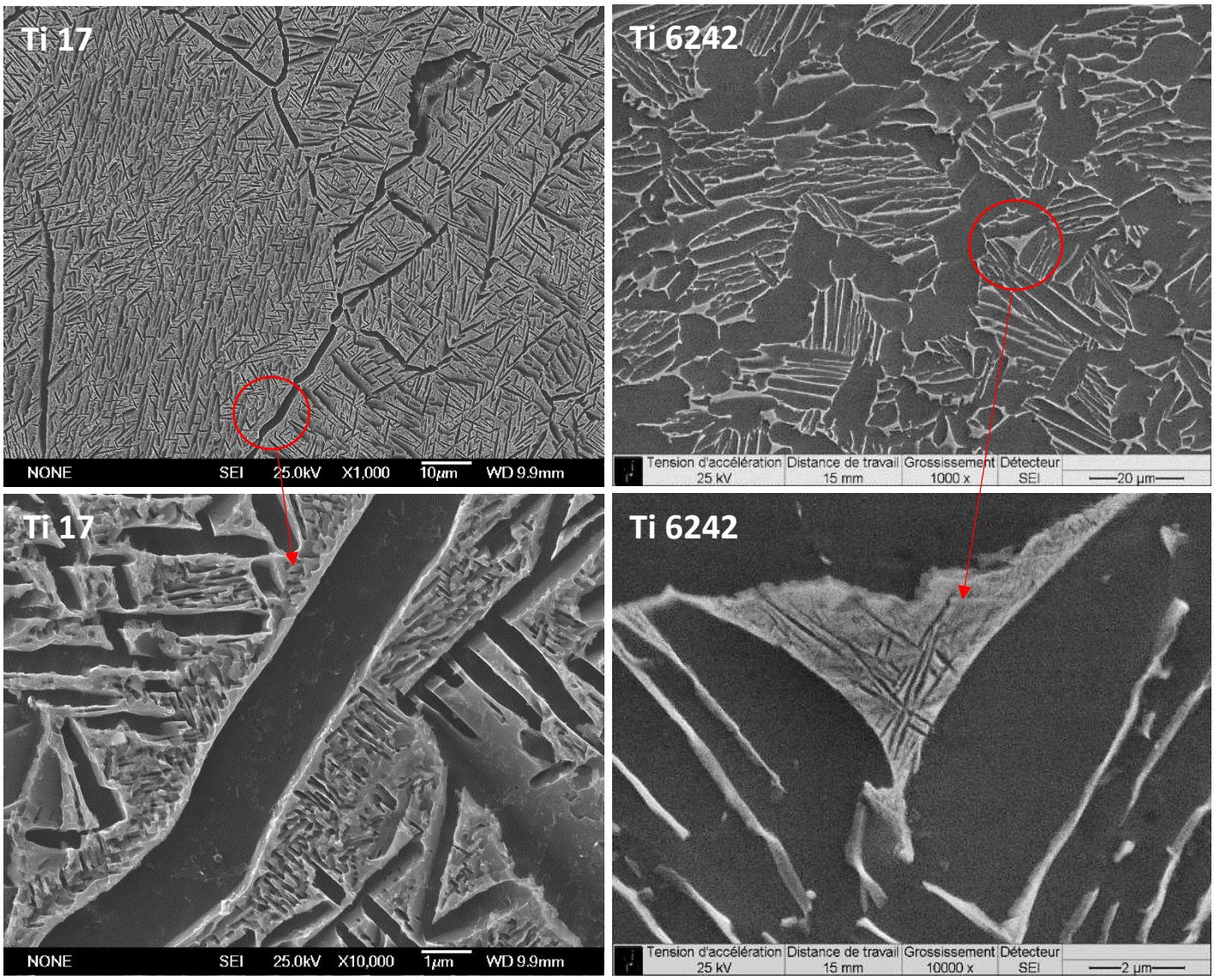



*Figure II. 3: précipitation fine de lamelles de phase alpha au sein de la phase β dans le Ti 17 (gauche) et le Ti6242 (droite)*

| Alliage | Morphologie | Details microstructuraux (tailles moyennes) |
|---|---|---|
| TA6V traité αβ | bimodale | Nodules α : 7.9 µm (DF), 12.7 µm (PDF) |
| TA6V traité β | Widmanstätten (β-processed) | Ex-grains β : 1.3 mm |
| Ti6242 | bimodale | Nodules α : 10 µm<br>Colonies de lamelles α : 24 µm |
| Ti 17 | Basketwave (β-processed) | Ex-grains β : 0.5 mm (DF), 1.5 mm (PDF) |

*Tableau II. 5: récapitulatif des données microstructurales des alliages étudiés*

## 2.3. Modes de prélèvement des éprouvettes

Les éprouvettes pour essais mécaniques ont été prélevées suivant le schéma présenté sur la Figure II. 4. Les éprouvettes de fissuration CT40 sont orientées de manière à ce que le sens de fissuration coïncide avec le sens travers long du bloc matière, et dans le cas du Ti17 avec le sens radial du pancake. Les éprouvettes de comportement cyclique (diamètre utile 6 mm pour une longueur utile de 13 mm) sont prélevées de manière à faire coïncider l'axe de sollicitation avec la direction de forgeage. Les micro-éprouvettes de traction in-situ on été prélevées au sein de chutes d'éprouvettes CT, en veillant à conserver l'axe de chargement de la micro-éprouvette similaire à celui de l'éprouvette CT comme indiqué sur la Figure II. 4. De cette manière, les observations conduites sur la zone utile de la micro-éprouvette sont représentatives de ce que subit le matériau au sein de l'éprouvette CT avant l'arrivée de la fissure.

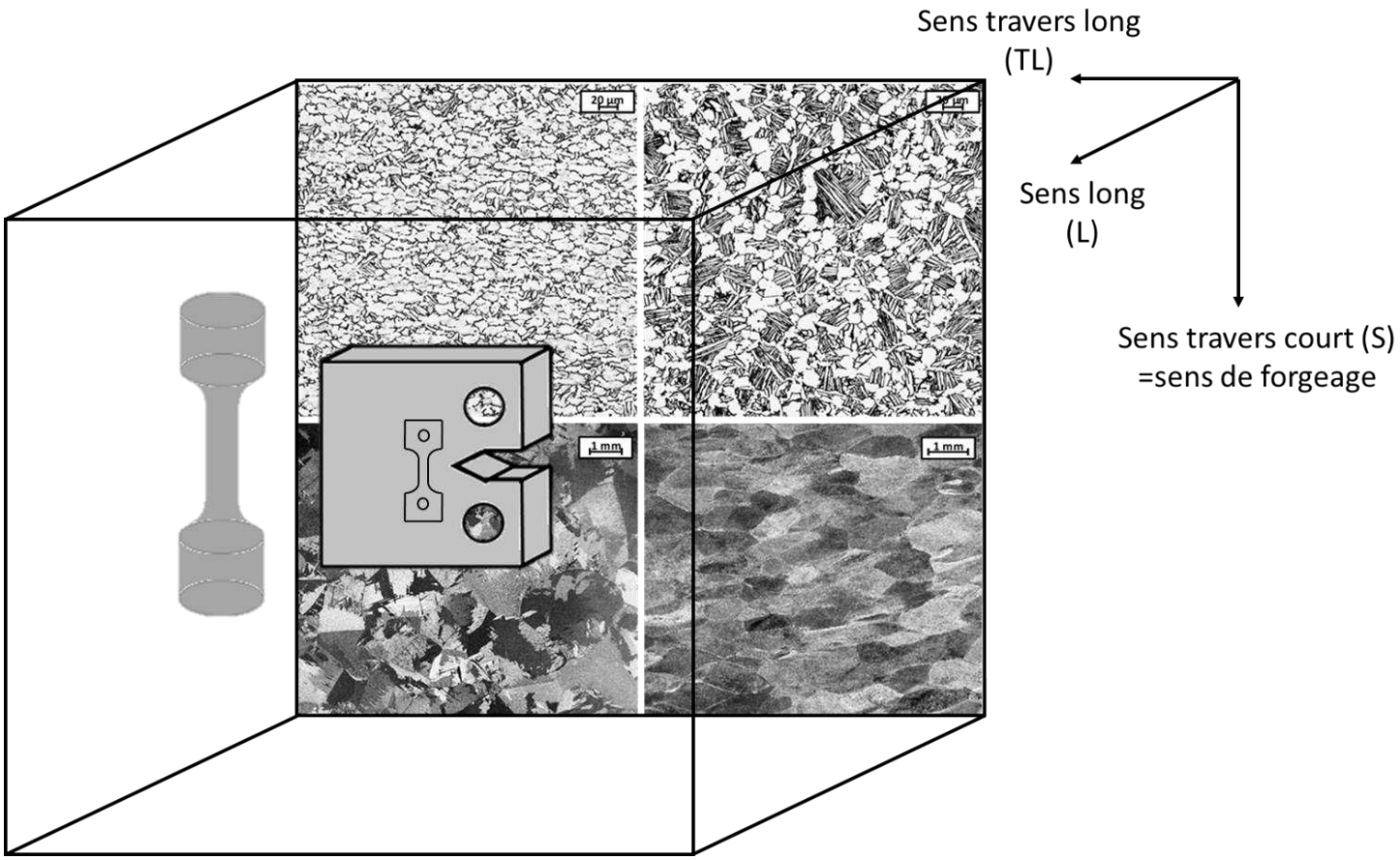



*Figure II. 4: schéma représentant le sens de prélèvement des éprouvettes d'essais mécaniques vis-à-vis des microstructures étudiées.*

## 2.4. Présentation des essais

### 2.4.1. Fissuration

Les éprouvettes de fissuration sont de type CT40 [2], les dimensions sont rappelées sur la Figure II. 5. Chaque éprouvette a été polie au micron de manière à assurer un suivi optique de l'avancée de la fissure lors de l'étape de pré-fissuration. Cette étape a été conduite de manière à installer la fissure dans des conditions de chargement et de développement de la taille de zone plastifiée contrôlées, à $\Delta K = 6$ MPa.m$^{1/2}$. Le chargement est de type sinusoïdal, avec une fréquence de 20 Hz, conduit avec un rapport de charge de R=0,1. Commencer à ces niveaux d'amplitude du facteur intensité de contraintes $\Delta K$, relativement bas au vu des valeurs de seuil caractéristiques des alliages de titane [3,4], permet de couvrir une large partie du domaine de Paris, qui est le domaine d'intérêt de ce travail.

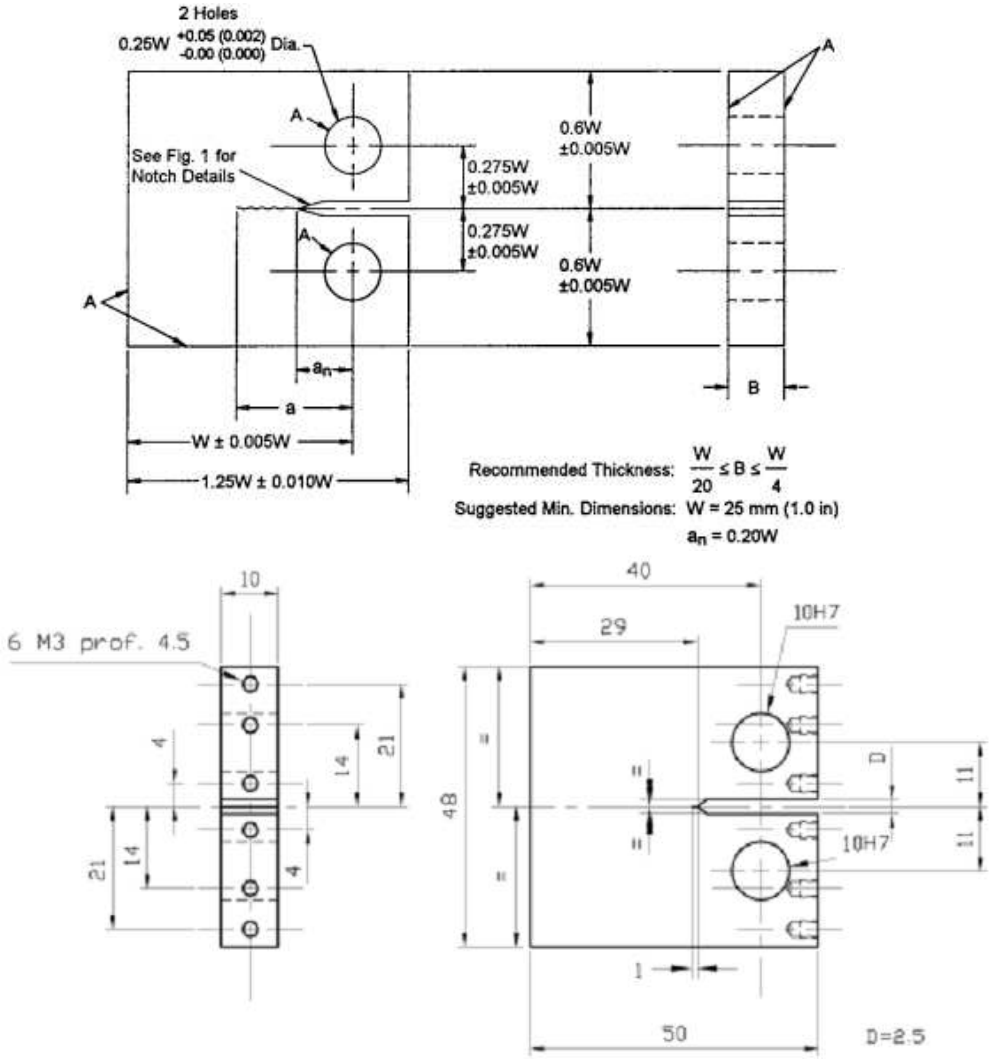



*Figure II. 5: dimensions des éprouvettes CT 40 utilisées, suivant la norme ASTM E647-05 [2]*

Au cours de la préfissuration, l'avancée de la fissure a été suivie par observation au microscope optique de manière régulière, en veillant à mesurer la longueur de fissure sur chaque côté de l'éprouvette. La moyenne des mesures de longueur de fissure développées à chaque cyclage permet de réactualiser le chargement de manière à conserver une valeur de à ΔK stable à 6 $MPa.m^{1/2}$.

Au cours de l'essai de fissuration, le chargement a en revanche été fixé, en retenant les valeurs de charge moyenne et d'amplitude de charge ΔP/2 issues de la fin de l'étape de préfissuration. De cette manière, la valeur de ΔK augmente progressivement avec la longueur de fissure, de manière à construire l'ensemble de la courbe de fissuration sur une large plage de ΔK. La valeur de ΔK au cours de l'essai a été calculée suivant l'équation détaillée dans la norme ASTM E647-05 [2] pour les éprouvettes CT:

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \frac{(2+\alpha)}{(1-\alpha)^{3/2}} (0.886 + 4.64\alpha - 13.32\alpha^2 + 14.72\alpha^3 - 5.6\alpha^4)$$

Avec ΔP la plage de chargement, B et W les dimensions géométriques de l'éprouvette CT, et α= a/W. L'expression précédente n'étant valide que pour a/W $\geqslant$ 0.2, la préfissuration a été poussée à des longueurs de fissure permettant d'atteindre des valeurs de a/W suffisantes.

Après chaque cyclage, la mesure de l'avancée de fissure a permis le calcul de la vitesse de propagation da/dN. La valeur de ΔK correspondante a été calculée avec la valeur de a/W atteinte également après cyclage. Les courbes de fissuration da/dN – ΔK ont ainsi pu être tracées. Les essais de fissuration ont tous été menés jusqu'à rupture.

La longueur de fissure n'étant pas toujours accessible de manière optique notamment lors des essais en température, le suivi de l'avancée de fissure a été assuré par mesure de potentiel pour l'étape de fissuration proprement dite. Un courant de 2 Ampères est alors injecté au sein de l'eprouvette testée, puis la différence de potentiel entre deux extrémités normées de part et d'autre de la fissure est mesurée. Les contacts électriques sont visibles sur la côte de l'éprouvette CT40 comme indiqué sur la Figure II. 6. Le suivi de l'avancée de fissure par mesure du potentiel a été rendu possible en établissant la correspondance entre la longueur de fissure normalisée a/W et le potentiel normalisé V/V0, a étant la longueur de fissure, W la distance entre les perçages d'introduction du chargement et l'extrémité de l'éprouvette (voir la Figure II. 5), V le potentiel mesuré et V0 le potentiel de référence. Le polynôme d'interpolation entre a/W et V/V0 est précisé sur la Figure II. 7. La précision des mesures de longueur de fissure a est de ±0.01 mm tandis que la sensibilité de la mesure de potentiel est de 0.001 V.

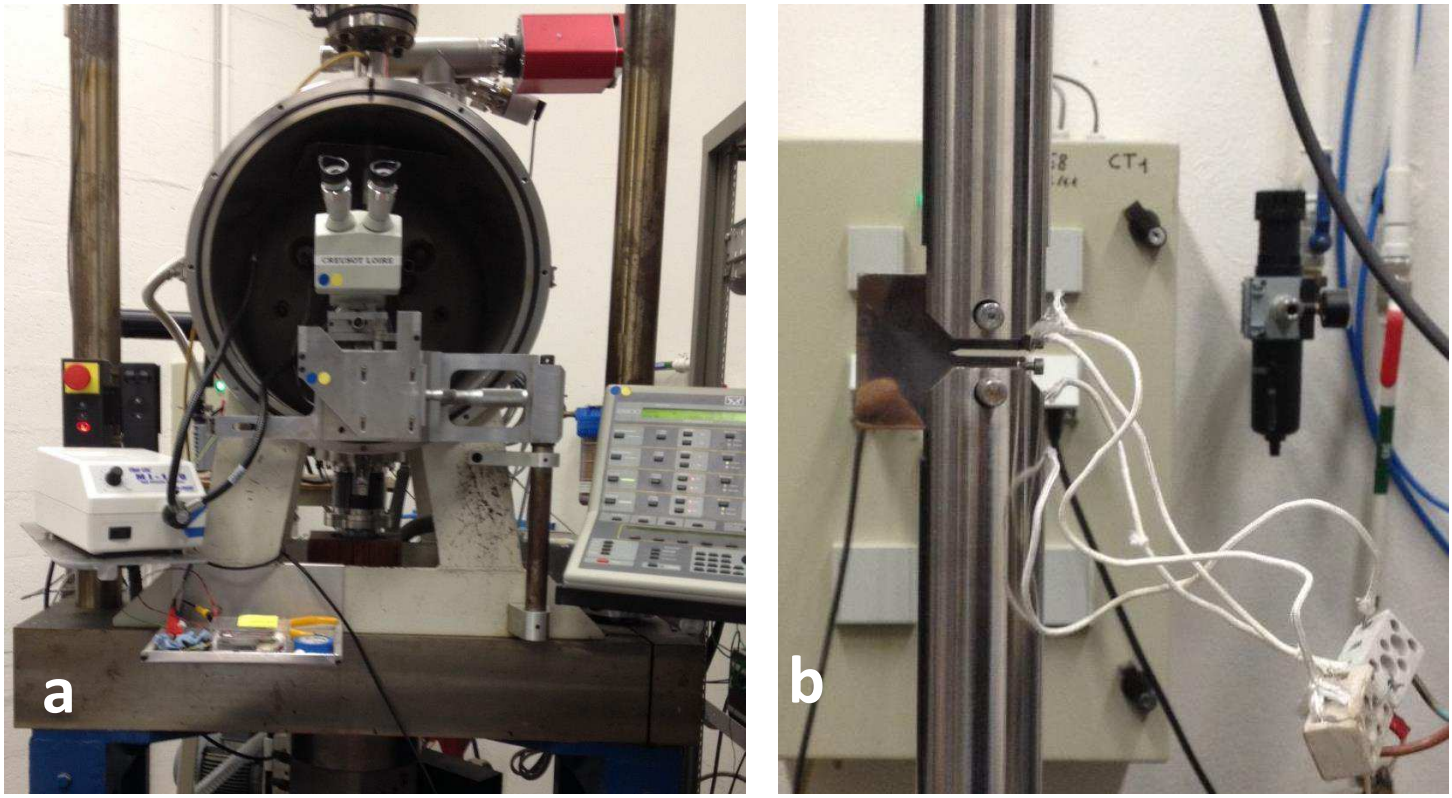



*Figure II. 6: a) dispositif expérimental pour les pré-fissurations et les essais de fissuration proprement dits. b) contacts électriques pour le suivi de l'avancée de fissure par mesure du potentiel*

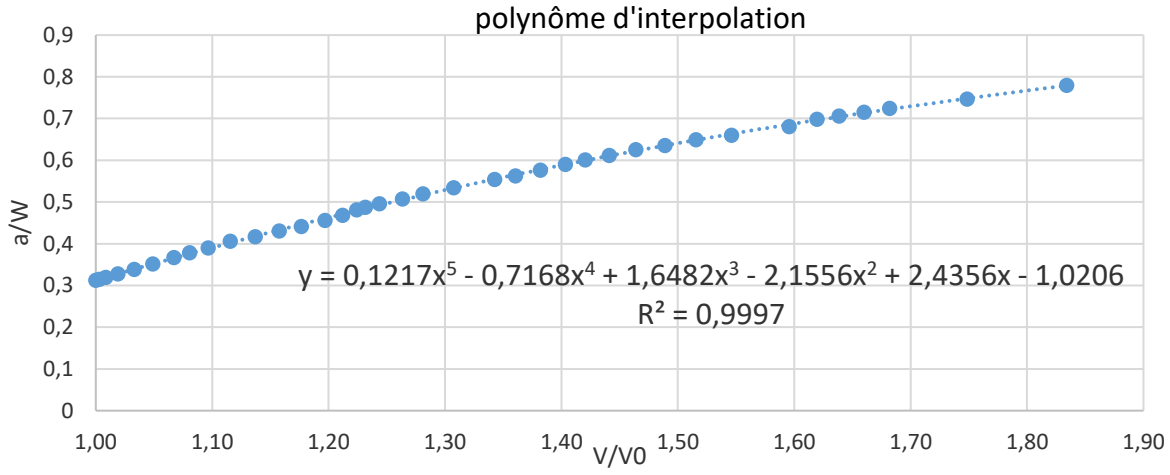



*Figure II. 7: polynôme d'interpolation entre a/W et V/V0*

Pour les essais en température, le four renfermant l'éprouvette a préalablement été isolé thermiquement et calibré afin d'obtenir la température voulue de la façon la plus homogène possible, en minimisant le gradient de température entre les parties basses, centrales et hautes de l'éprouvette.

### 2.4.2. Comportement cyclique

Les dimensions des éprouvettes destinées aux essais de comportement cyclique sont indiquées sur la Figure II. 8.a. Comme dans le cas des éprouvettes CT40, les éprouvettes cylindriques ont été polies au micron, puis subi une finition avec une solution de silice colloïdale, afin de s'affranchir de l'influence de l'état de surface sur l'essai. Afin de pouvoir fixer les couteaux l'extensomètre sur la partie utile de l'éprouvette, des plots en colle céramique ont été apposés systématiquement. Les essais de comportment cyclique ont été effectués sous un chargement triangulaire, à une vitesse de déformation de $10^{-3}s^{-1}$, en déformation totale imposée. Les essais ont été effectués à différents paliers de déformation totale successifs, de ±0.5% à ±1% , par incréments de 0,1%.

Ce type d'essai en « escaliers » ou « staircase » permet d'étudier l'évolution progressive de la déformation plastique comme cela se produirait au voisinage d'une fissure. A chaque palier 100 cycles ont été imposés pour suivre l'évolution de la déformation plastique et de la contrainte. Le choix de 100 cycles a été fixé arbitrairement, l'objectif étant d'obtenir une première évaluation des évolutions de contrainte et déformation plastique, en veillant à conserver un côut raisonnable en terme des durée d'essai. Il n'y a pas de retour à 0% de déformation totale entre paliers de déformation, les cyclages au niveau de déformation suivant débutent au seuil de déformation plastique développé au palier précédent. Ce type d'essai introduit nécessairement un historique de déformation et d'états de contraintes entre chaque palier de déformation imposées. Ces éléments doivent être gardés à l'esprit pour analyser les évolutions constatées, qui ne peuvent pas a priori être considérées comme représentatives des essais à un niveau de déformation constant du début à la fin de l'essai. Cependant, cette méthodologie a l'avantage de se rapprocher des phénomènes se développant en pointe de fissure où la plasticité évolue en augmentant progressivement, et surtout d'avoir une information rapide, avec relativement peu d'éprouvettes, sur le comportement cyclique du matériau.

Des essais de comportement cyclique en température ont également été effectués. Les extensomètres classiques ont été remplacés par des extensomètres à couteaux céramiques et le maintien en température a été assuré par un four à lampes monté autour de la ligne de montage des éprouvettes. Préalablement, une calibration de la température sur la longueur utile des éprouvettes de comportement cyclique a été effectuée en apposant 3 thermocouples sur des perçages en surface de l'éprouvette. De cette manière, le gradient thermique sur la longueur utile a pu être pris en compte et ajusté au plus près de la température de la consigne. Cette procédure est illustrée sur la figure Figure II. 8.b. La Figure II. 8.c montre les plots céramiques servant de support aux extensomètres lors d'essais en température.

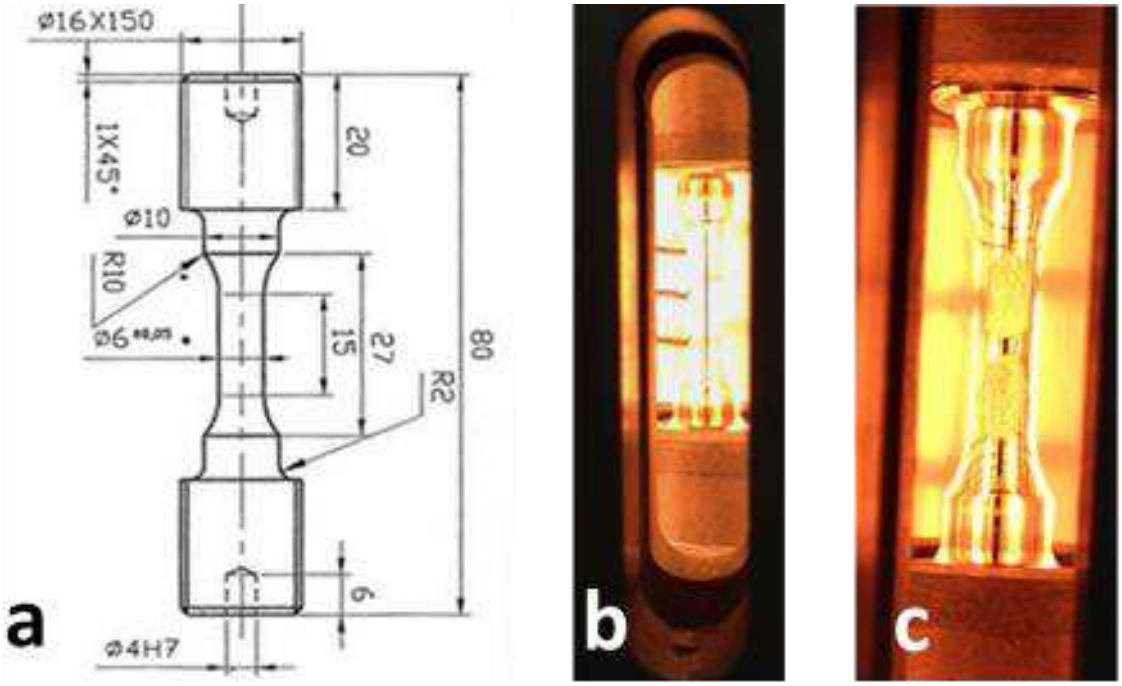



*Figure II. 8: a) dimensions des éprouvettes de comportement cyclique. b) calibration de la température sur la longueur utile de l'éprouvette pour les essais à chaud. c) plots céramiques pour la fixation des couteaux de l'extensomètre en température*

### 2.4.3. Traction in-situ

Les dimensions des micro-éprouvettes de traction utilisées au cours de l'étude sont apportées sur la Figure II. 9. Les surfaces de ces micro-éprouvettes on été polies puis ont subi une finition avec une solution de silice colloïdale enrichie en eau oxygénée afin d'assurer un polissage mécano-chimique. La planéarité de l'éprouvette étant un paramètre important pour les observations in-situ, l'écart d'épaisseur entre les extrêmités de l'éprouvette et la zone utile a été contrôlé pour être inférieur à 10 microns.

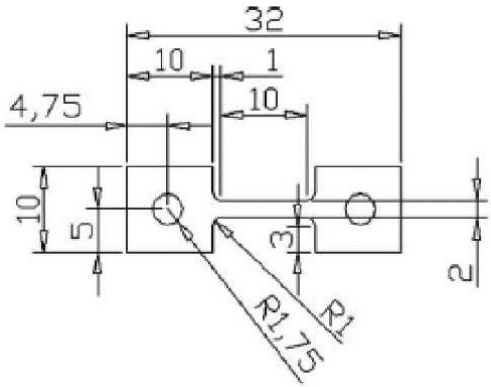



*Figure II. 9: dimensions d'une micro-éprouvette de traction in-situ de l'étude*

La procédure d'observation au cours des essais de traction in-situ est la suivante :

- Rattrapage des jeux à l'issue du montage de l'éprouvette sur le dispositif de traction
- Centrage de l'éprouvette et repérage de la zone centrale ainsi que de 2 zones de référence aux extrémités de la zone utile pour le calcul de la déformation

- Repérage et suivi de 8 zones régulièrement espacées de 200 microns, équitablement réparties entre zones intra- et intergranulaires
- Application d'une vitesse de déplacement de 2 x $10^{-2}$ mm/min (sur un dispositif Deben 5 kN)
- Chargement par étapes de 50 MPa, puis avec un pas affiné à l'approche de la rupture

Après chaque essai, une analyse fractographique des échantillons rompus a été effectuée.

### 2.4.4. Observations en EBSD

Afin d'obtenir l'information sur l'orientation cristallographique des grains de certains alliages de l'étude, des observations mettant en œuvre la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) ont été effectuées. La Figure II. 10 illustre le principe de l'imagerie.

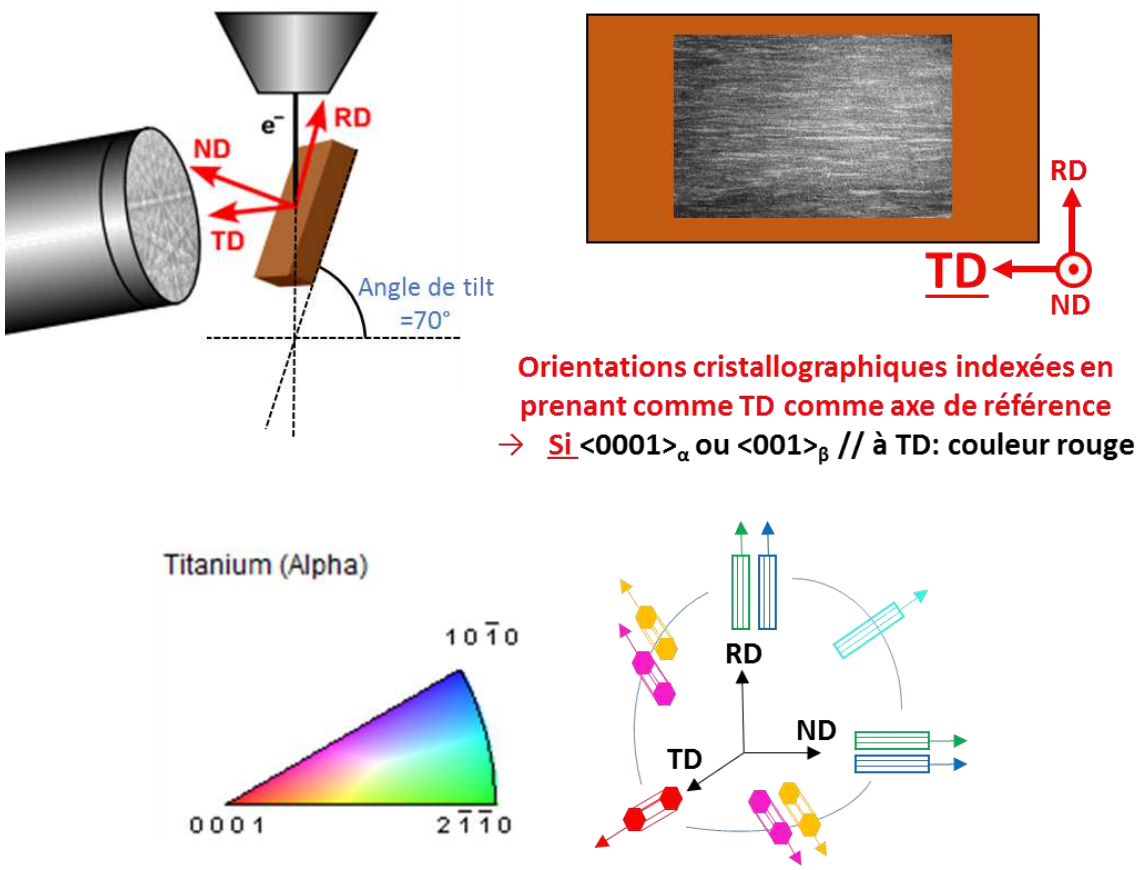



*Figure II. 10: schéma explicatif des observations conduites en EBSD*

Le choix a été fait d'indexer des orientations cristallographiques par rapport à l'axe TD du support. Ainsi, dans le cas où le cristal n'est pas désorienté et fait correspondre la direction [0001] de la maille hexagonale (phase α) ou [001] de la maille cubique centrée (phase β) avec l'axe TD, le cristal apparaitra en rouge. Figure II. 10 illustre un exemple d'indexation avec le cas de la maille hexagonale.

### 2.4.5. Microscope interférométrique

Afin de mesurer le déplacement hors plan lié au développement de la zone plastique en pointe de fissure dans le cas d'éprouvettes de fissuration rompues, un microscope interférométrique Talysurf CCI a été utilisé. En se basant sur le phénomène d'interférence entre un rayon lumineux de référence celui réfléchi par la surface observée, le microscope interférométrique réalise des mises au point de l'objectif sur différents niveaux de la surface observée. Ceci permet de reconstituer avec une résolution spatiale fine (0.1 microns) la topographie de surface de l'échantillon. La Figure II. 11 donne dans le cas d'une éprouvette de Ti 17 à l'état de réception, l'image obtenue après le traitement numérique des données d'interférométrie. Le déplacement hors plan est assimilé à des modifications du niveau en z de la surface de l'éprouvette CT, au voisinage des lèvres de la fissure. Cette variation de niveau est reportée par un code à couleurs (le violet référant à des zones non mesurées). Le suivi de l'amplitude ainsi que de l'étendue de ces dénivelés autour des lèvres de la fissure permettront de critiquer les possibles effets du vieillissement sur le développement de la plasticité au sein du matériau.

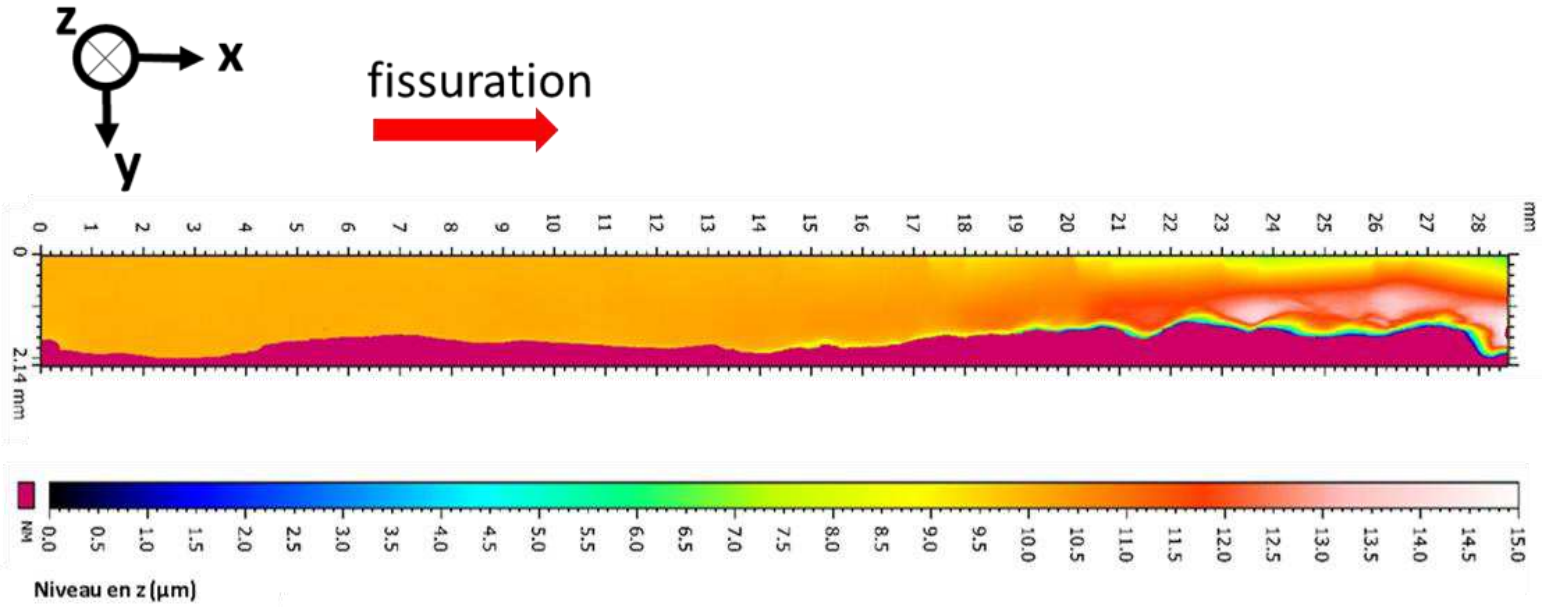



*Figure II. 11: image obtenue par microscopie interférométrique sur une éprouvette de fissuration rompue, en Ti 17 à l'état de réception.*

# Chapitre 3 : Etat de réception

# 3. Etat de réception : impact de la microstructure initiale sur les propriétés en comportement cyclique et fissuration

Avant d'évaluer l'impact éventuel du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques des alliages concernés, il est nécessaire d'évaluer ces propriétés au sein du matériau exempt d'exposition thermique supplémentaire à sa gamme thermomécanique initiale, à l'état dit de réception (As-Received, AR). Cet état servira de référence pour discuter d'éventuelles différences avec les états dits vieillis.

## 3.1. Comportement cyclique

### 3.1.1. Evolution de la déformation plastique

Les courbes contrainte-déformation des différents alliages à l'état de réception figurent en annexe. Dans le but de comparer le comportement cyclique, et plus précisément ici le développement de la déformation plastique entre les différents alliages, les déformations plastiques maximales ont été reportées pour les essais à température ambiante sur la Figure III. 1.

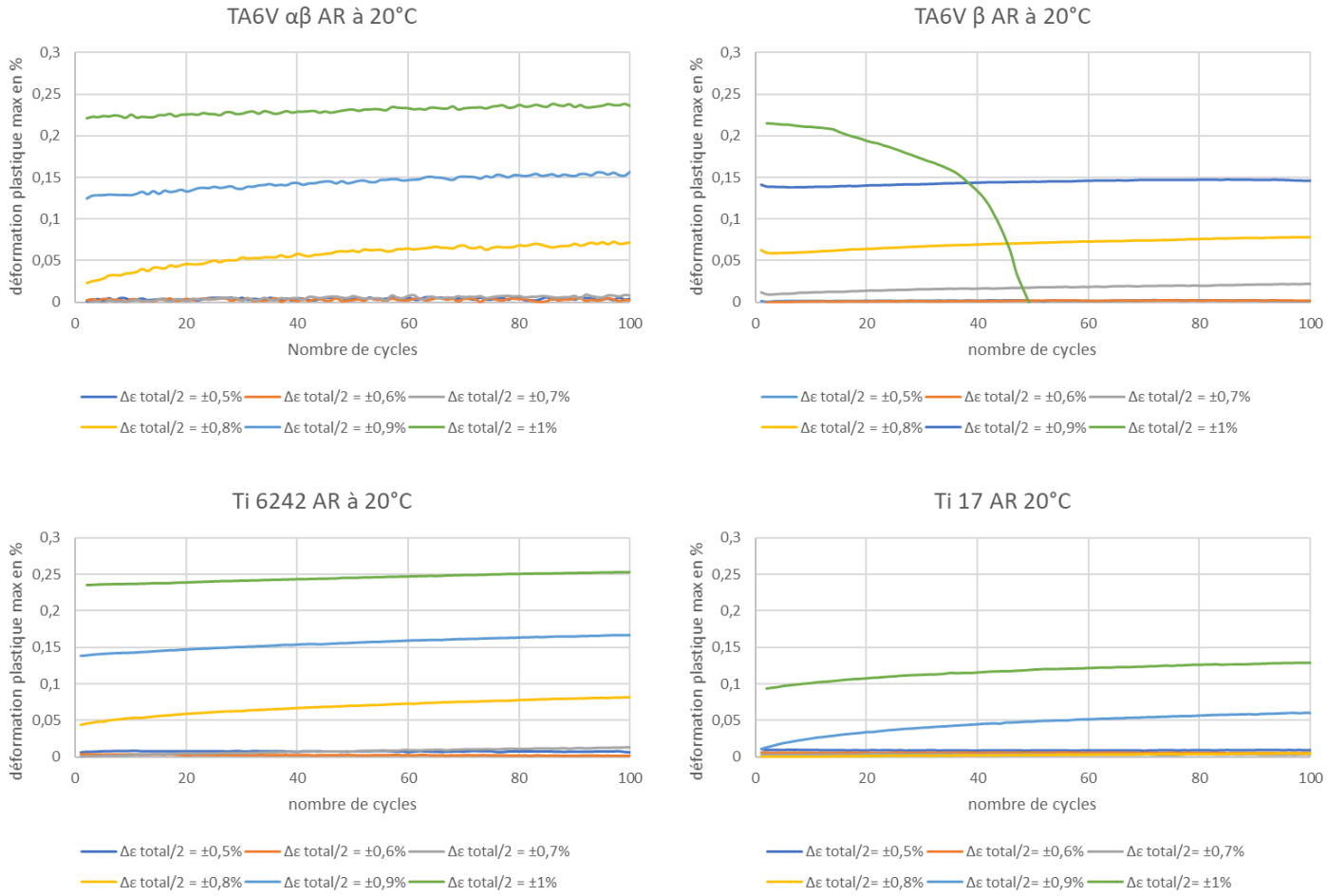



*Figure III. 1: évolution de la déformation plastique maximale au cours des essais par « paliers » menés à 20°C sur les alliages à l'état de réception*

L'apparition de l'ouverture des boucles contrainte-déformation, indiquant une déformation plastique significative à 20°C intervient dès ±0.7% dans le cas du Ti6242 et du TA6V β, ±0.8% pour le TA6V αβ et ±0.9% pour le Ti17.

Le Ti 17 se démarque avec des niveaux de déformation plastique moindres vis-à-vis des autres alliages pour une amplitude de déformation imposée donnée. Le Ti6242 se distingue quant à lui avec des niveaux de déformation plastique développés à température ambiante légèrement plus élevés comparé au TA6V.

Autre élément notable, le TA6V β présente une fissuration importante au terme de l'essai, c'est-à-dire pour un historique de déformation similaire. Cette fissure est apparue de manière supposée au palier à $\varepsilon_t$=±0.9% conformément à l'évolution de la contrainte maximale présentée ultérieurement. Cette fissure développée sur le fût est illustrée sur la Figure III. 2. La plastification des colonies de lamelles est constatable à l'œil nu, avec un chemin de fissure présentant des angles et des déviations de fissures importants le long de colonies d'orientations morphologiques différentes.

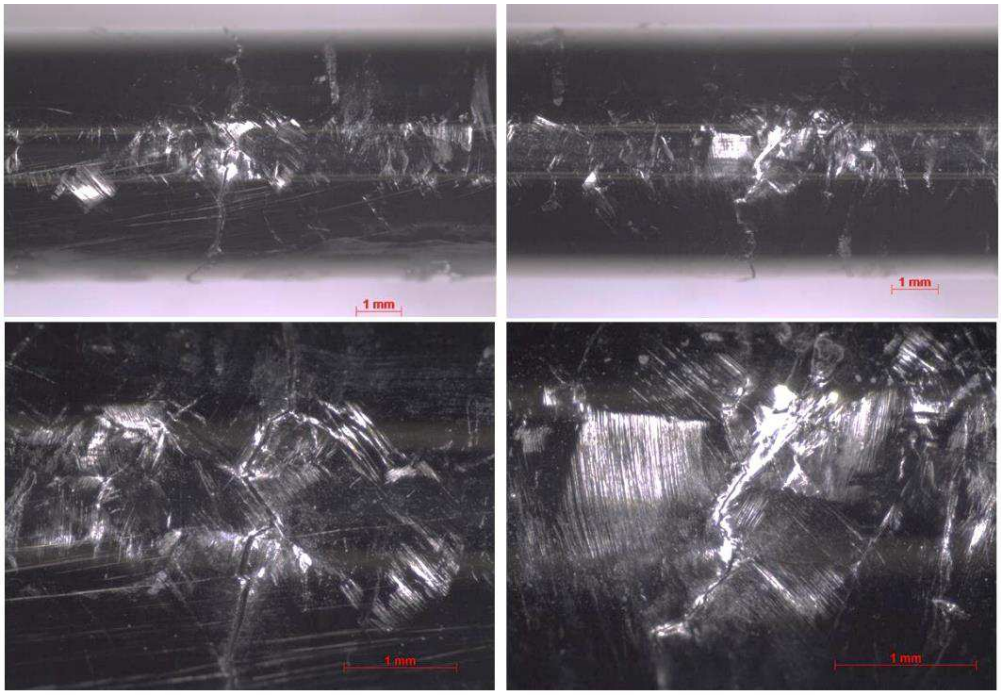



*Figure III. 2: observations en microscopie optique du fût de l'éprouvette de l'alliageTA6V β fissurée à la fin d'un essai à 20°C*

A hautes températures, les courbes montrées sur la Figure III. 3 indiquent que les seuils d'apparition de l'ouverture plastique sont décalés vers de plus faibles niveaux de déformation totale. Ce sont les deux microstructures de l'alliage TA6V qui débutent leur plastification en premier dès ±0.5% à 350°C, voire à des niveaux de déformation totale plus faibles au vu des niveaux importants de déformation plastique déjà atteints. L'alliage Ti6242 montre une faible ouverture plastique à partir de 0.5% également pour 500°C, dans une moindre mesure cependant comparée au TA6V. Les résultats des essais à 450°C étant sensiblement proches de ceux à 500°C, seule cette dernière température a été présentée, les résultats à 450°C figurent en annexe.

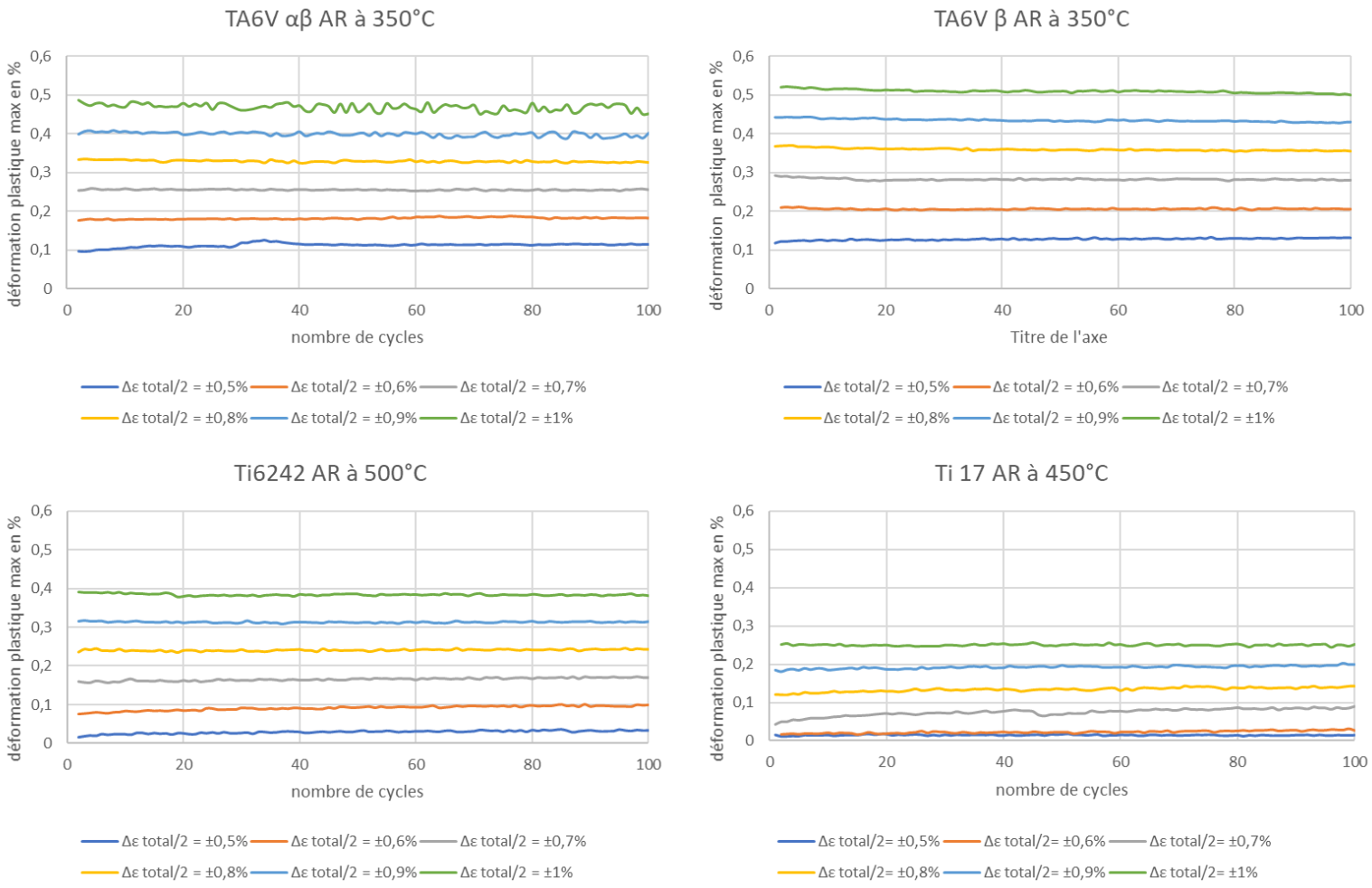



*Figure III. 3: évolution de la déformation plastique maximale au cours des essais par « paliers » menés en température sur les alliages à l'état de réception*

Le Ti 17 à 450°C voit quant à lui son seuil d'ouverture plastique retardé à ±0.7% de déformation totale, s'illustrant ainsi de nouveau par des niveaux de déformation plastique considérablement moindres vis-à-vis des autres alliages pourtant exposés à des températures équivalentes voire inférieures. A titre de comparaison, les niveaux de déformation plastique du Ti 17 à 450°C au terme de l'ensemble des paliers de déformation sont de l'ordre de ceux des autres alliages testés à température ambiante. Il est également à noter que le Ti 6242, qui à température ambiante était l'alliage présentant des niveaux de déformation plastiques les plus élevées, montre cette fois moins de déformation plastique que l'alliage TA6V dans ses deux configurations microstructurales. Ce constat est d'autant plus intéressant que les températures d'exposition du Ti6242 sont de 150°C supérieures à celles du TA6V. Ceci témoigne d'une tenue en température améliorée de l'alliage Ti 6242, conformément à ce que la littérature indique [1,2].

### 3.1.2. Evolution des niveaux de contrainte

L'évolution de la contrainte maximale au cours des cyclages à 20°C a été reportée sur la Figure III. 4 pour chaque palier de déformation totale. Il est possible de constater que l'ensemble des alliages montrent un faible adoucissement cyclique, qui apparait au niveau de déformation correspondant à l'apparition de l'ouverture plastique dans chaque matériau.

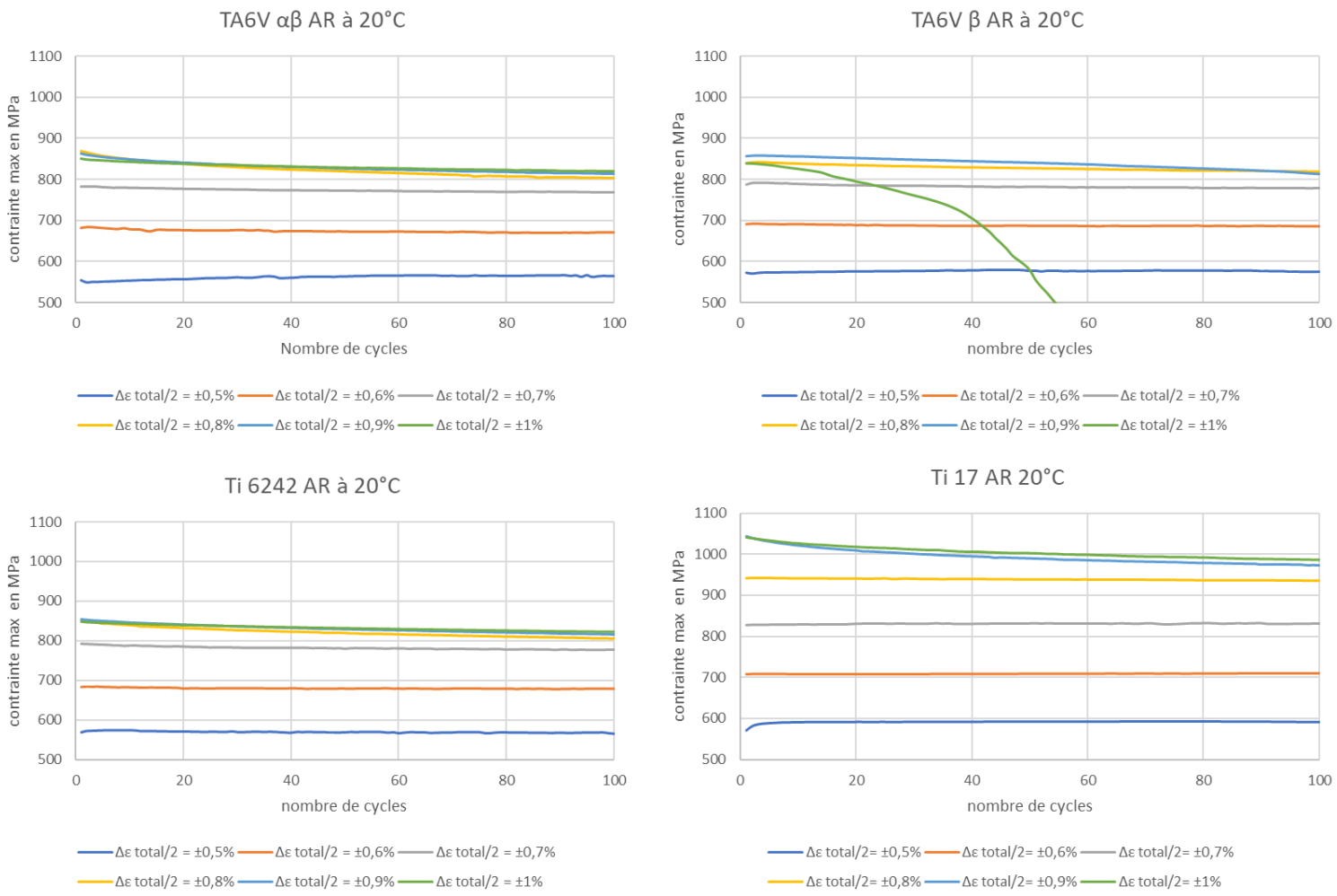



*Figure III. 4: évolution de la contrainte maximale au cours des essais par « paliers » menés à 20°C sur les alliages à l'état de réception*

Les niveaux de contrainte atteints sont équivalents entre le Ti 6242 et les TA6V αβ et β. L'apparition de la fissure sur le fût de l'éprouvette de TA6V β évoquée précédemment est visualisée sur les graphiques par une chute de contrainte dès le palier à ±0.9%. Le Ti 17 développe quant à lui la contrainte maximale mesurée la plus élevée.

En température, l'adoucissement cyclique n'est observé que pour les premiers paliers de déformation et s'estompe au-delà de ±0.6% de déformation totale imposée pour la majorité des alliages, comme il est possible de le constater sur la Figure III. 5. Concernant les niveaux de contrainte atteints, Le Ti 17 conserve une meilleure tenue mécanique que les autres alliages. A la différence de la température

ambiante, le TA6V dans la morphologie αβ montre de meilleurs niveaux de résistance que le TA6V β. A titre de comparaison, le Ti 6242 développe à 500°C des niveaux de contraintes maximales similaires à ceux du TA6V β à 350°C, confirmant sa position d'alliage performant en température.

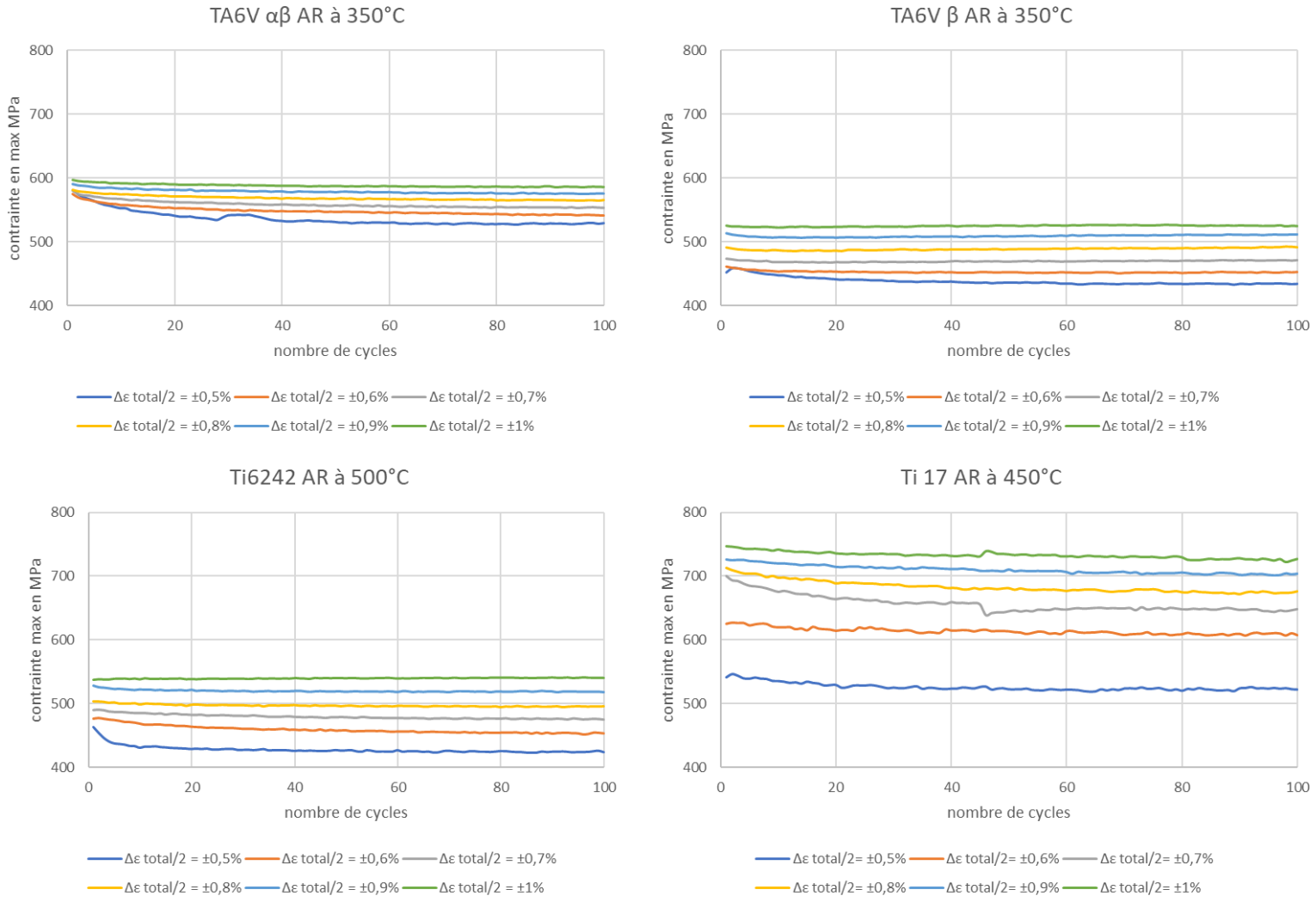



*Figure III. 5: évolution de la contrainte maximale au cours des essais par « paliers » menés en température sur les alliages à l'état de réception*

*Bilan intermédiaire :*

Au terme des essais de comportement cyclique sur états non vieillis à température ambiante, il est possible de retenir que les différences entre les alliages TA6Vαβ, Ti 6242 (microstructures bimodales) et TA6V β (microstructure lamellaire) sont existantes mais demeurent quantitativement faibles. L'effet de la microstructure initiale se fait seulement ressentir dans le cas du TA6V β, qui voit une rupture se produire avant le terme du dernier palier de déformation. La microstructure lamellaire a été mise en avant par Duval [3] comme la plus sensible à l'augmentation du niveau de déformation, conduisant à la rupture précoce. La perte de ductilité de ces microstructures lamellaires vis-à-vis des microstructures équiaxes ou bimodales est alors pilotée par la finesse des lamelles.

Le Ti 17 se distingue par des niveaux de contraintes relativement élevés ainsi que le développement d'une faible déformation plastique comparativement aux autres alliages pour un même état de déformation. Ces meilleures propriétés sont imputables à sa microstructure « basketwave », durcie par la précipitation au sein de la matrice β de lamelles α à différentes échelles. Cette microstructure bilamellaire offre ainsi un nombre important d'obstacles au libre parcours moyen des dislocations, conférant ces propriétés au Ti 17.

Hormis ces différences, tous les alliages de l'étude présentent un adoucissement cyclique puis une stabilisation des contraintes maximales. Ces tendances sont les mêmes que celles rapportées par Duval [3] sur le Ti 17 et le Biavant [4] sur du TA6V. Divers auteurs [5,6] ont mis en évidence l'adoucissement cyclique au sein d'alliages de titane, avançant la réorganisation des densités de dislocations mobiles (qui accommodent ainsi la déformation plastique), le cisaillement des précipités par des dislocations mobiles ainsi que l'interaction dislocation – éléments en solution comme source du phénomène.

En température, l'adoucissement cyclique s'estompe. Les performances à 350°C du TA6V αβ de microstructure bimodale sont meilleures que celles du TA6V β de microstructure lamellaire avec de plus hauts niveaux de contraintes et une déformation moindre. Le Ti 6242 conserve dans le même temps des propriétés tout à fait intéressantes (contraintes maximales de l'ordre du TA6V β et déformations plus faibles que les TA6V) à des températures pourtant supérieures. Le Ti 17 conserve quant à lui une remarquable stabilité de ses propriétés en température.

## 3.2. Résultats en fissuration

### 3.2.1. A température ambiante

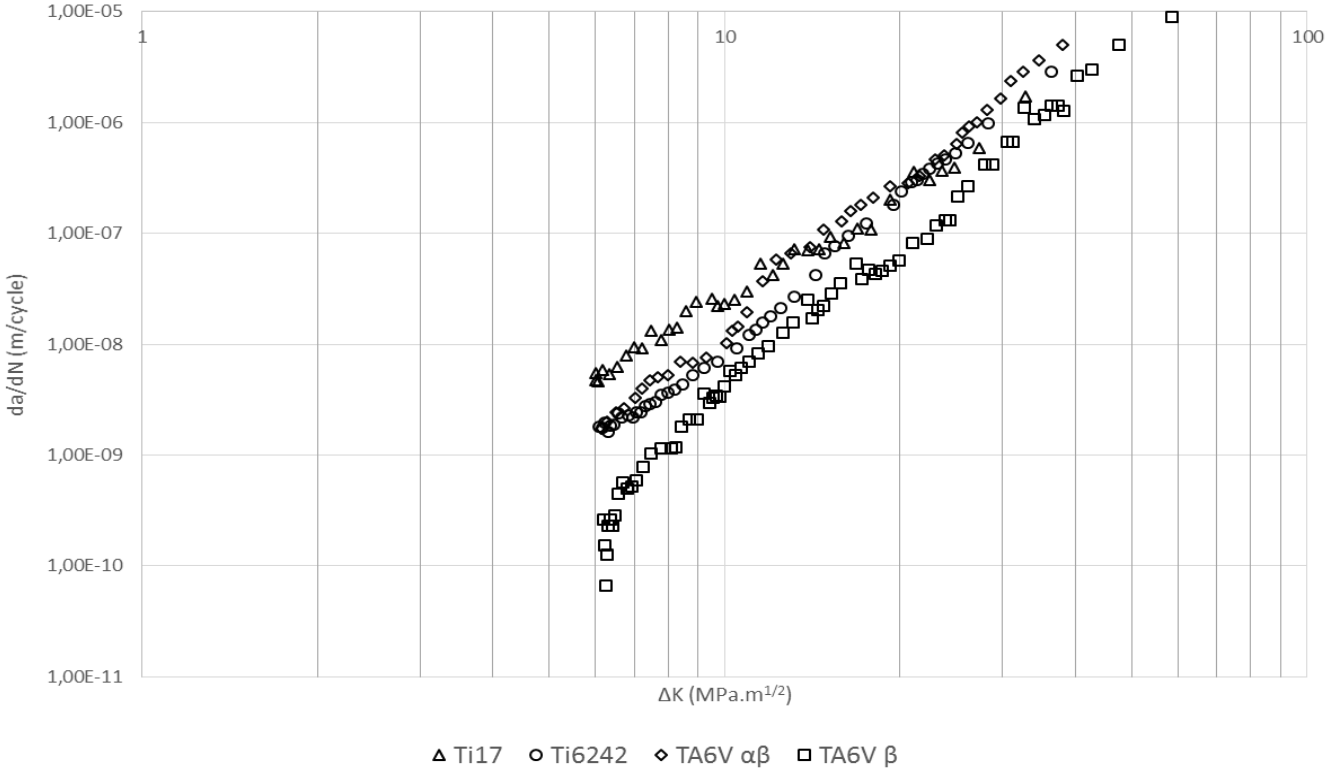



*Figure III. 6: courbes de fissuration des alliages à l'état de réception et testés à 20°C*

Les courbes de fissuration da/dN=f(ΔK) obtenues à température ambiante sont reportées sur la Figure III. 6. L'alliage TA6V β se distingue par une meilleure résistance à la fissuration, avec des vitesses de propagation de fissure les plus faibles parmi les alliages étudiés. Le Ti 17 à l'opposé est l'alliage qui montre la plus faible résistance à la fissuration, avec des vitesses de propagation de fissure constituant la borne haute des valeurs mesurées. Le TA6V traité αβ ainsi que le Ti6242 montrent des comportements proches, surtout pour des valeurs de ΔK inférieures à 10 MPa.m$^{1/2}$, conformément à leurs similitudes en termes de taille de nodule α, qui a été évoqué dans la bibliographie comme le facteur microstructural de premier ordre vis-à-vis de la résistance à la fissuration pour les microstructures recristallisées. Hormis le TA6V traité β qui conserve les vitesses de propagation les plus basses quelle que soit la valeur de ΔK considérée, les trois autres alliages voient leurs courbes converger et se superposer pour des valeurs de ΔK supérieures à 20 MPa.m$^{1/2}$.

Les valeurs des paramètres C et m de la loi de Paris da/dN=C × ΔK$^m$ régissant le domaine de propagation stable et identifiés pour les différents alliages étudiés, sont regroupés dans le Tableau III. 1. Dans la suite, da/dN sera exprimé en m/cycle et ΔK en MPa x m$^{1/2}$. Hormis pour le Ti 17 qui montre des vitesses

de fissuration plus importantes, les coefficients de la loi de Paris indiquent des régimes de propagation stable de fissure similaires pour les alliages de l'étude, à l'état de réception.

| Alliage | Ti17 | Ti6242 | TA6V αβ | TA6V β |
|---|---|---|---|---|
| C | $2x10^{-11}$ | $6x10^{-13}$ | $7x10^{-13}$ | $2x10^{-13}$ |
| m | 3,1 | 4,3 | 4,3 | 4,3 |

*Tableau III. 1: paramètres de la loi de Paris pour les alliages testés à 20°C à l'état de réception*

Les faciès de rupture des éprouvettes à l'état de réception testées à température ambiante sont regroupés sur la Figure III. 7. On constate la présence de larges facettes de la taille des ex-grains β dans le cas du Ti 17, ainsi qu'un aspect de surface homogène dans le cas des TA6V αβ et du Ti6242 lié à la finesse de la microstructure. Pour les 3 alliages cités précédemment, le relief du faciès de rupture est relativement peu marqué sans modification majeure de la direction de fissuration qui reste perpendiculaire à la direction de chargement. Dans le cas de l'alliage TA6V dit β, un relief accidenté apparait, avec une topographie montrant des facettes millimétriques, de l'ordre de grandeur des ex-grains β, nettes, à l'aspect brillant et de diverses orientations. La fissure se propage dans ce dernier cas avec de nombreuses bifurcations à l'échelle des ex-grains β, donnant un faciès avec des changements de niveau marqués. Ces constats sont illustrés sur la Figure III. 8.

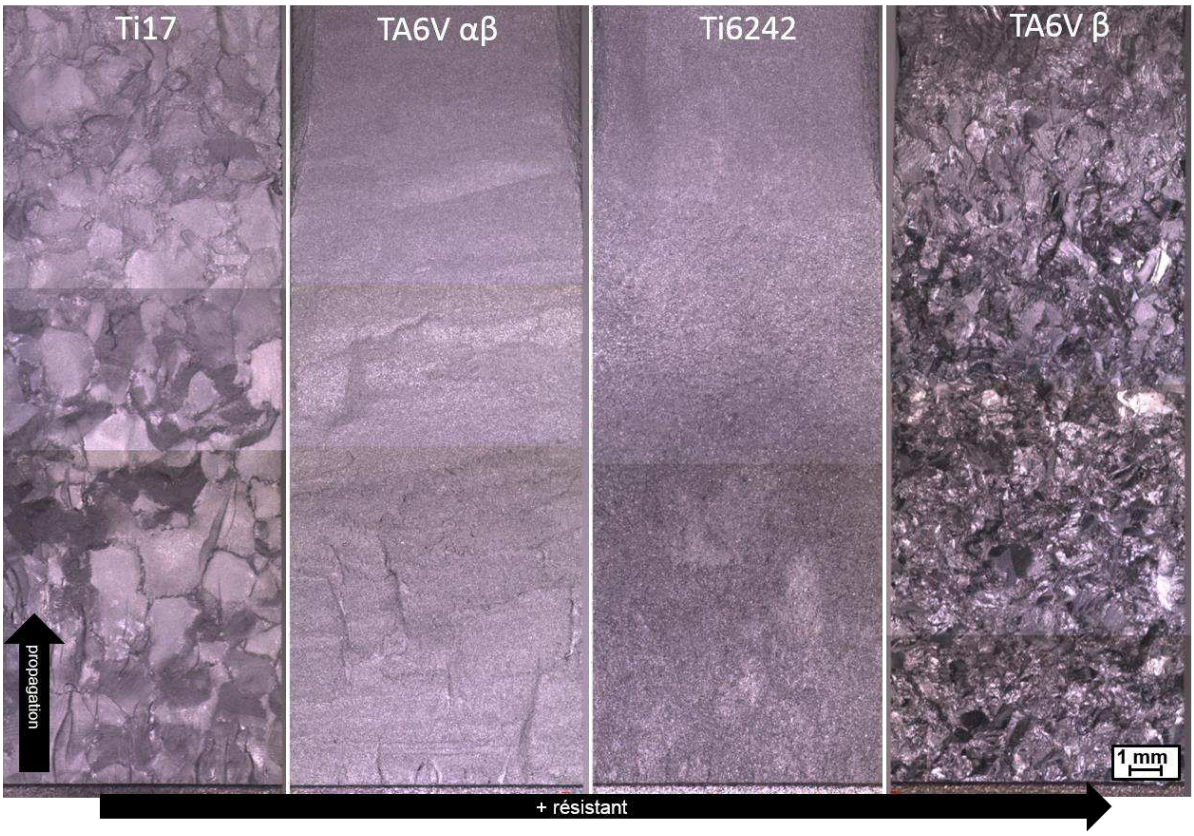



*Figure III. 7: faciès de rupture des éprouvettes CT des alliages à l'état de réception testés à 20°C. La fissure procède de bas en haut.*

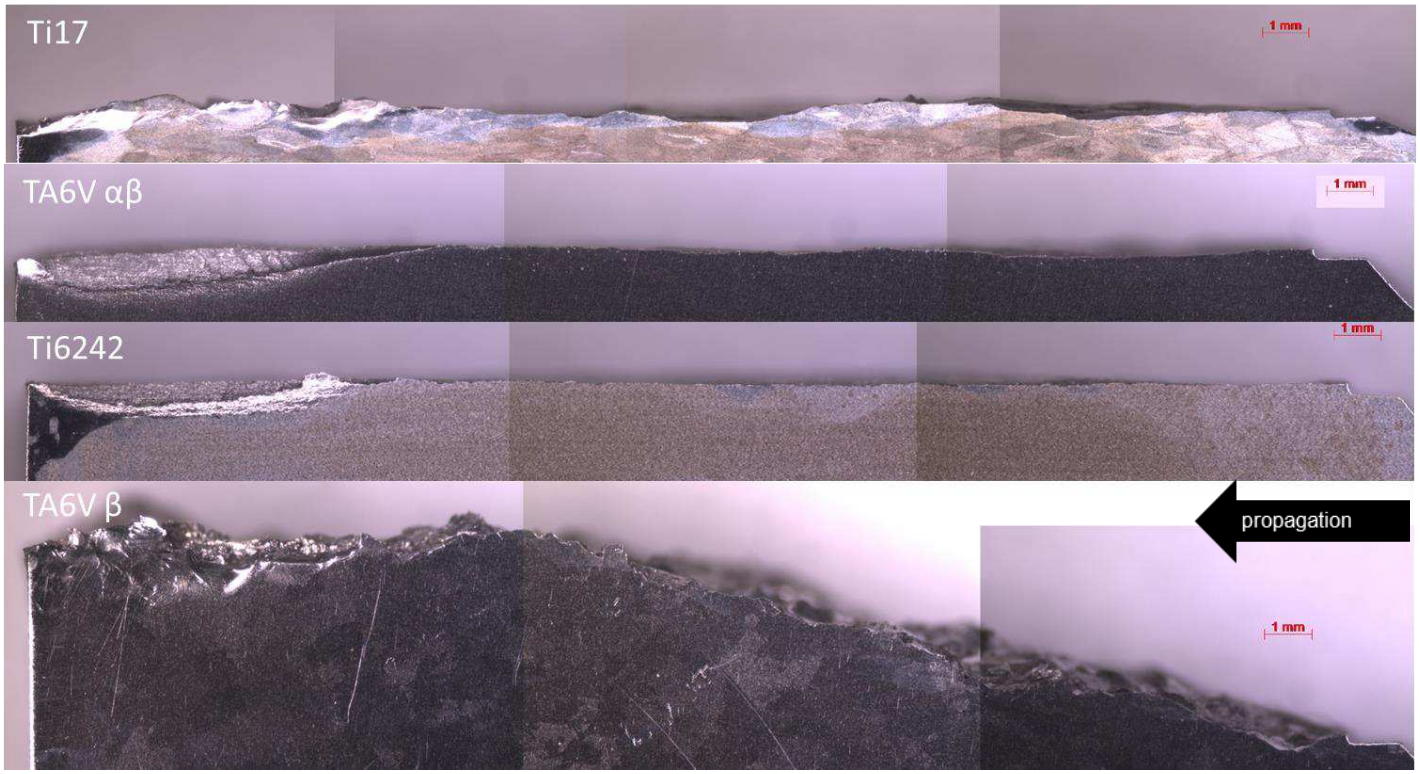



*Figure III. 8: chemins de fissuration post-rupture des éprouvettes CT des alliages à l'état de réception testés à 20°C. La fissure procède de droite à gauche.*

#### *3.2.1.1. Microstructure type «corbeille d'osier » : Ti17*

Le Ti 17 montre de manière similaire aux autres alliages de l'étude une rupture de nature transgranulaire, montrant des facettes de la dimension des ex-grains β comme souligné sur la Figure III. 9a. La surface reste remarquablement plane, avec une faible rugosité même lorsque les observations sont menées à fort grossissement. La surface de rupture relativement plane peut être décrite par des traces caractéristiques, de « déchirement » de matière dans le sens de la fissuration (Figure III. 9b), avec la présence de fines traces de glissement planaire et de fissures secondaires perpendiculaires à la direction de propagation (Figure III. 9c), balayant la surface de rupture au sein des grains sectionnés. Les surfaces de rupture semblent de nature moins cristallographique que dans les cas précédents.

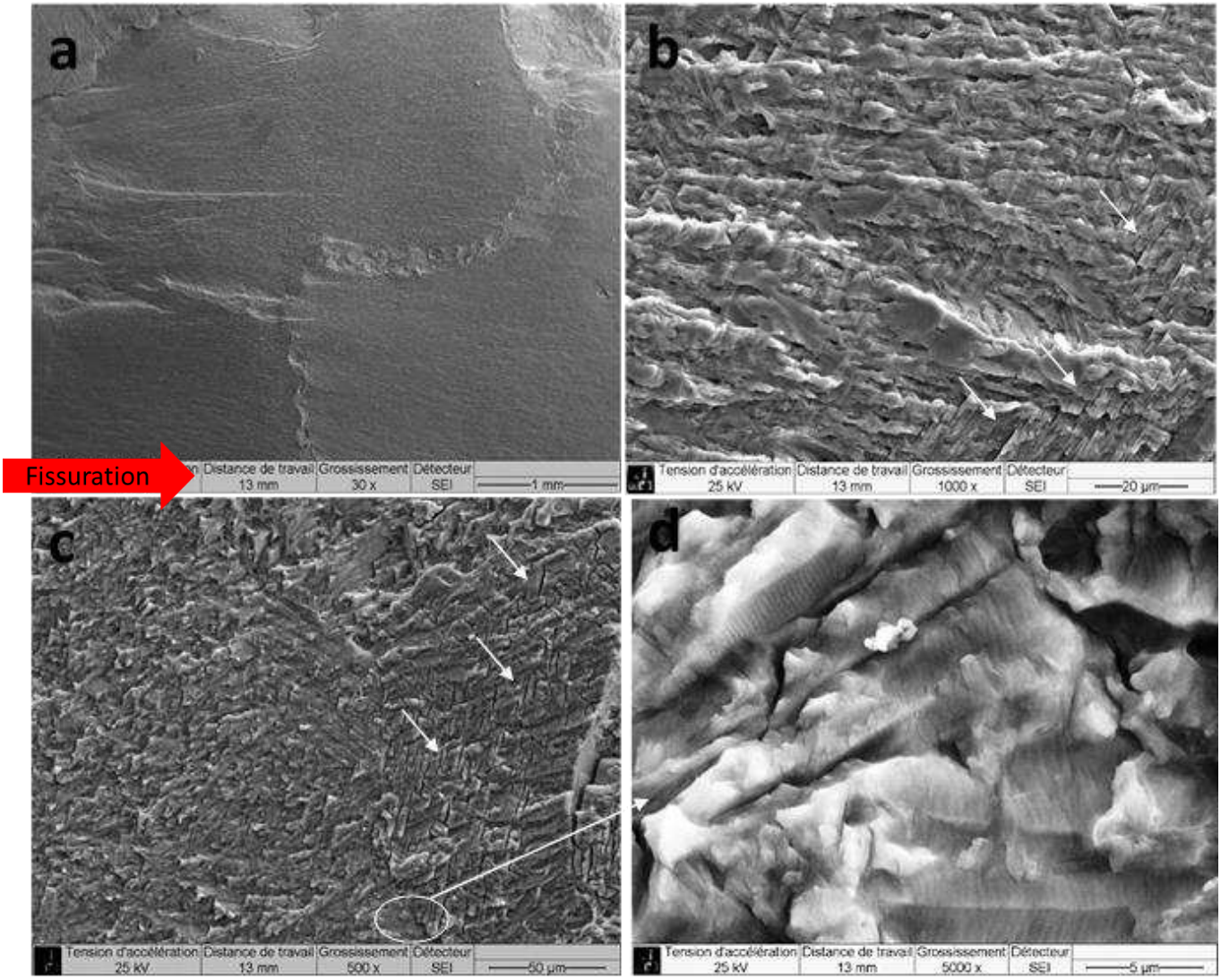



*Figure III. 9: observations M.E.B. du faciès de rupture du Ti 17 à ΔK= 8 MPa.m$^{1/2}$ avec a) de larges facettes incluant des lignes de rivière, b) aspect de surface relativement homogène et marqué par la présence de fissures secondaires indiquées par des flèches. Observations à ΔK= 21 MPa.m$^{1/2}$ avec l'occurrence de fissures secondaires (c) associées à plus fine échelle à des stries de fatigue (d). Sens de propagation de gauche à droite.*

Autre caractéristique marquante de l'alliage Ti 17, la phase alpha intergranulaire y apparait comme un site de fissuration privilégié. En effet, si la couche de phase alpha aux joints des ex-grains β est suffisament continue pour recouvrir l'ensemble de la dimension du grain comme présenté sur la Figure III. 10.a, elle peut donner lieu à l'apparition de large facettes sur les surfaces de rupture ainsi que des vitesses de fissurations plus élevées, la fissure n'ayant pas d'autre obstacle microstructural venant perturber sa propagation. Pour des valeurs de ΔK supérieures à 20 MPa.m$^{1/2}$, le Ti17 montre également une augmentation de l'apparition de fissures secondaires. La Figure III. 10.b montre également que des embranchements de fissure se produisent au sein du Ti 17, sur des dimensions importantes de l'ordre de la taille des ex-grains β.

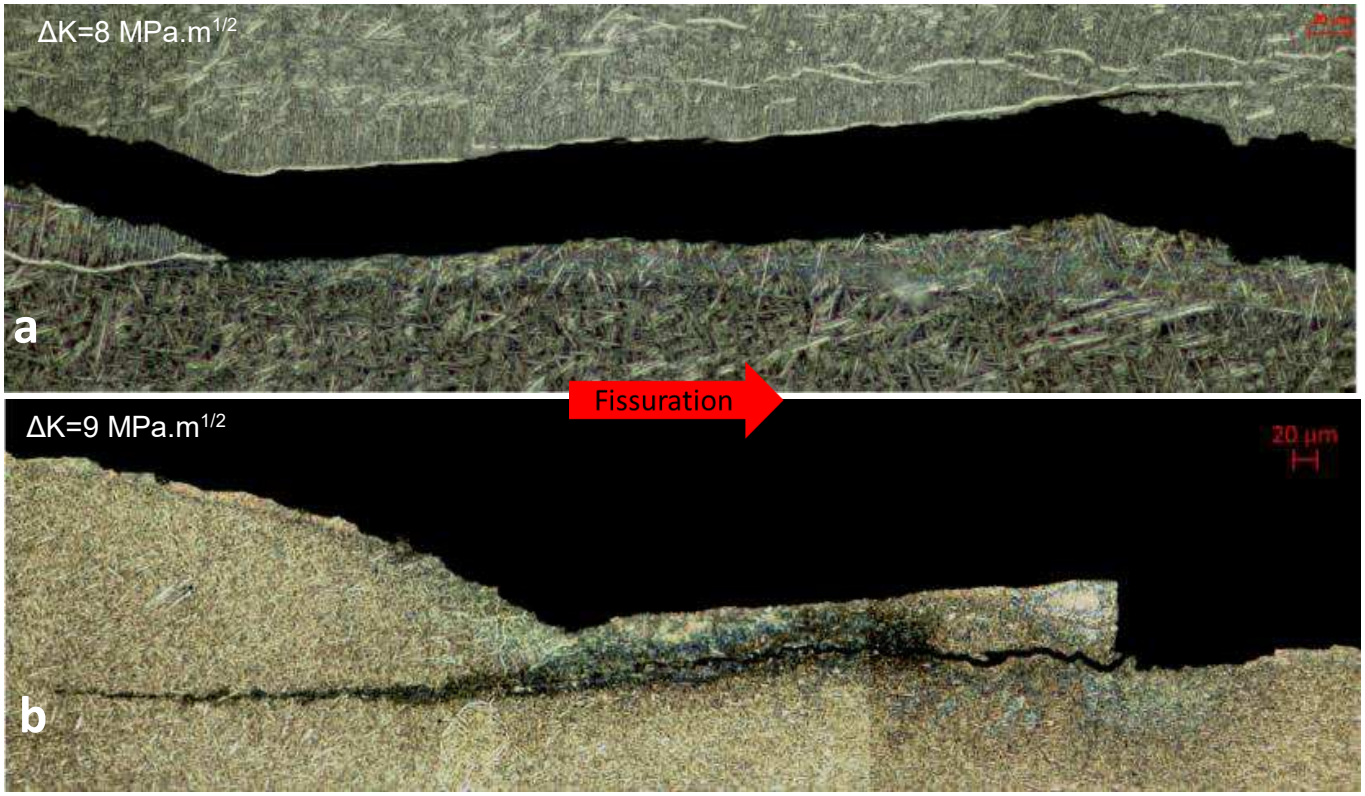



*Figure III. 10: a) observation optique du profil de l'éprouvette à ΔK~ 8 MPa.m1/2 montrant une fissuration préférentielle suivant la phase alpha intergranulaire dans l'alliage Ti 17, b) important embranchement de fissure constaté à ΔK~ 9 MPa.m1/2. La fissure procède de gauche à droite.*

### *3.2.1.2. Microstructure bimodale : TA6V traité α+β et Ti6242*

Dans le cas du TA6V traité α+β et du Ti6242 avec dans les deux cas des microstructures recristallisées, la fissuration progresse également de manière transgranulaire et insensible aux détails microstructuraux, les colonies de lamelles et les nodules étant sectionnées de manière indiscriminée. Ce constat est illustré par les observations en microscopie optique des Figure III. 11.a et Figure III. 11.b. La rupture des nodules peut potentiellement être liée à une rupture par clivage, dans la configuration d'un grain cristallographiquement favorablement orienté (plan basal faiblement désorienté vis-à-vis de la direction de propagation de fissure).

Dans le cas du Ti 6242, la présence de facettes nettes, et parfois la présence de fines marches traduisant le passage plan basal-plan prismatique-plan basal appuient ce raisonnement. Ces résultats sont illustrés par les observations M.E.B. des surfaces de rupture sur la Figure III. 11.c. Dans le cas du Ti 6242, les zones contenant des colonies de lamelles produisent après rupture des détails à la morphologie irrégulière, délimitant nettement ces nodules rompus, similaires à ce qui a été reporté par Wanhill [7] également dans la partie bibliographique.

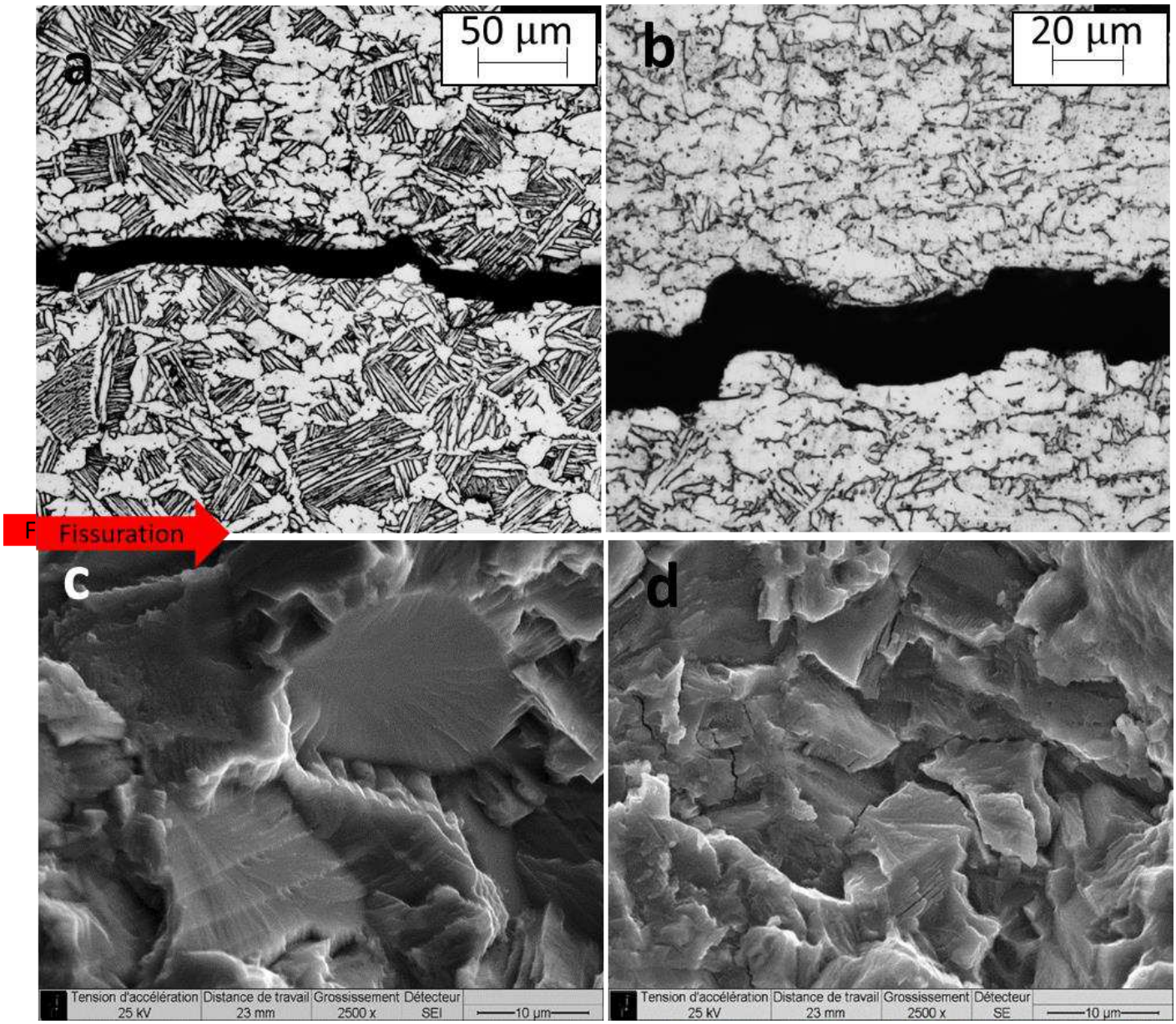



*Figure III. 11: observations en microscopie optique du chemin de fissuration sur le profil de l'éprouvette pour a) le Ti6242 à ΔK= 6 MPa.m1/2, b) le TA6V α+β à ΔK= 11 MPa.m1/2. Observations M.E.B. des faciès de rupture dans le cas du c) Ti6242 à ΔK= 6 MPa.m1/2, d) TA6V α+β à ΔK= 11 MPa.m$^{1/2}$. La fissure procède de gauche à droite.*

Le TA6V αβ montrant une recristallisation plus poussée, les colonies de lamelles sont dans ce cas en quantité moins nombreuses et de taille plus proche de celle des nodules. La distinction entre zones de rupture de nodules ou de colonies de lamelles se révèle de ce fait moins aisée. Cependant, les zones de rupture par clivage des nodules restent bien reconnaissables, avec des facettes globalement lisses et parcourues de lignes de rivière comme l'indique la flèche sur la Figure III. 11.d.

A forte valeur de ΔK, ces microstructures recristallisées montrent, à l'instar du Ti 17, la présence de fissures secondaires au niveau des joints de nodules alpha ainsi que de stries de fatigue, fait illustré sur la Figure III. 12.

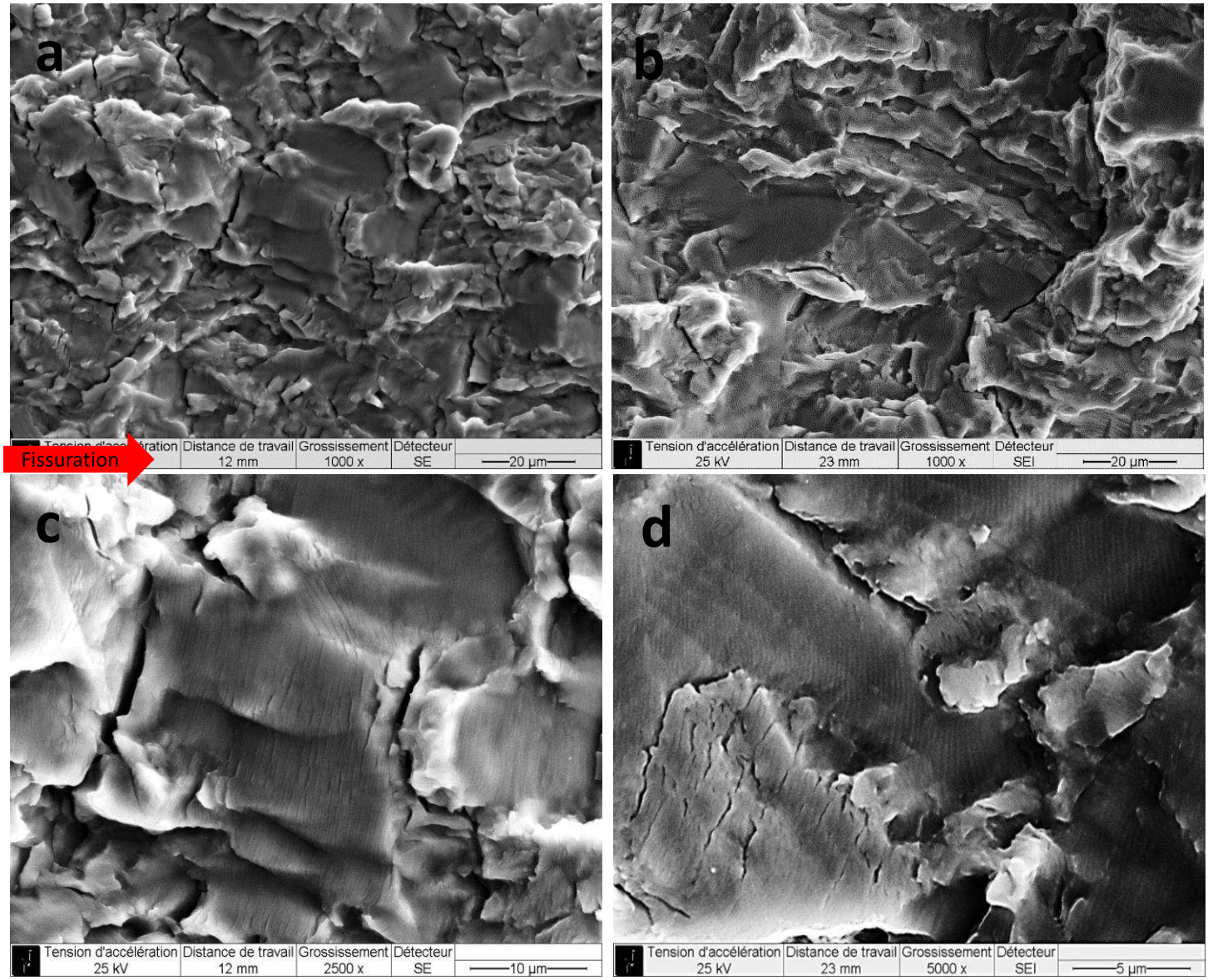



*Figure III. 12: apparition de fissures secondaires dans le cas du : a) TA6V α+β à ΔK= 20 ,7 MPa.m$^{1/2}$, b) Ti6242 à ΔK= 19.5 MPa.m$^{1/2}$. Observations à plus fort grossissement des stries de fatigue pour le c) TA6V α+β à ΔK= 20,7 MPa.m$^{1/2}$, d) à ΔK= 19,5 MPa.m$^{1/2}$. La fissure procède de gauche à droite.*

### *3.2.1.3. Microstructure lamellaire, traitée β : TA6V β*

Dès l'étape de préfissuration à ΔK= 6 MPa.m$^{1/2}$, les observations optiques menées à nombre de cycles interrompus sur le TA6V β montrent des chemins de fissuration changeant fréquemment de plans de propagation. Ceci témoigne d'un régime de propagation de type pseudo-stade I de nature

cristallographique. L'apparition de nouvelles fissures, indépendantes et non connectées, sur la surface d'observation avec la fissure principale, suggèrent que de potentiels amorçages et déviation de fissure se produisent également en volume de l'éprouvette, rendant le suivi de pré-fissure difficile. Ce constat est illustré sur la Figure III. 13. Les observations post-mortem des faciès de rupture confirment également la présence de chemins de fissuration avec une forte nature cristallographique.

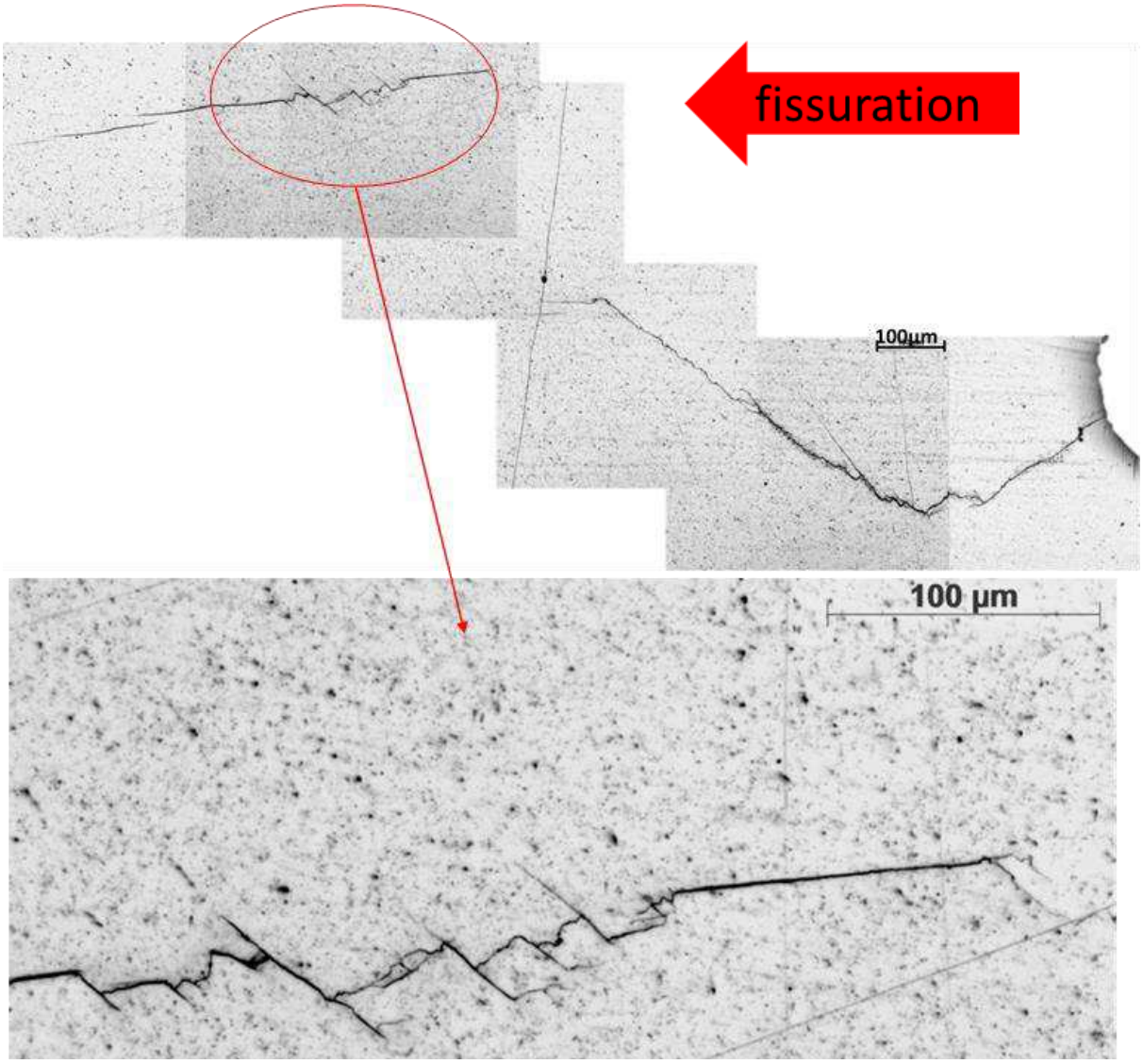



*Figure III. 13: premiers stades de la propagation de fissure montrant des amorçages multi-sites en surface et en volume, ainsi qu'une forte nature cristallographique traduite par des bifurcations de fissure.*

La Figure III. 14 regroupe les observations fractographiques menées sur le TA6V β. Il est possible de constater que la fissure principale se propage de manière transgranulaire sans être a priori affectée par les obstacles microstructuraux tels les joints d'ex-grain β ou les frontières délimitant les colonies de lamelles de même orientation morphologique (Figure III. 14.a). La présence significative de branchements de fissures de second ordre est toutefois observée (Figure III. 14.b).

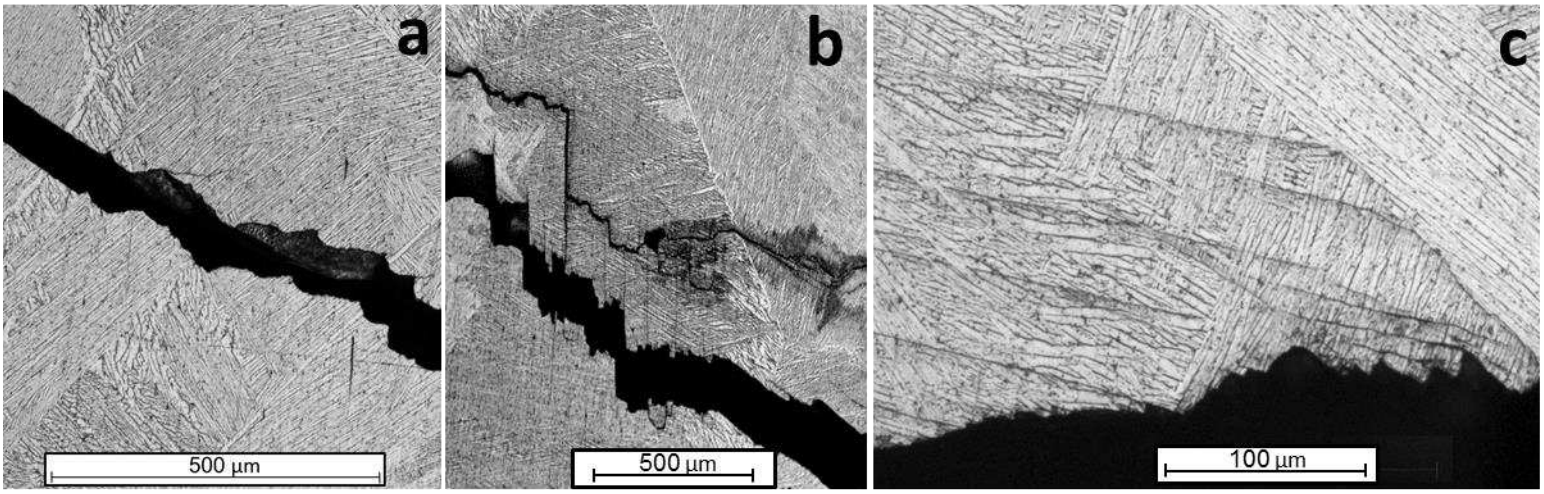



*Figure III. 14: observations optiques du profil de l'éprouvette de fissuration rompue pour le TA6V β avec a) fissure principale insensible à la microstructure (ΔK= 6MPa.m$^{1/2}$), b) importante déviation de fissure et embranchement (ΔK= 10 MPa.m$^{1/2}$), c) traces de glissement s'arrêtant aux frontières de colonies de lamelles désorientées morphologiquement. La fissure procède de gauche à droite.*

Les détails micro-fractographiques présentés sur la Figure III. 15 sont en concordance avec les observations reportées dans des études antérieures [8] où la présence de modes mixtes est observée, permettant d'identifier des marches cristallographiques liées à une rupture par pseudo-clivage, associés à des sillons (« furrows ») ainsi que des traces hachurées (« cross-hatch »).

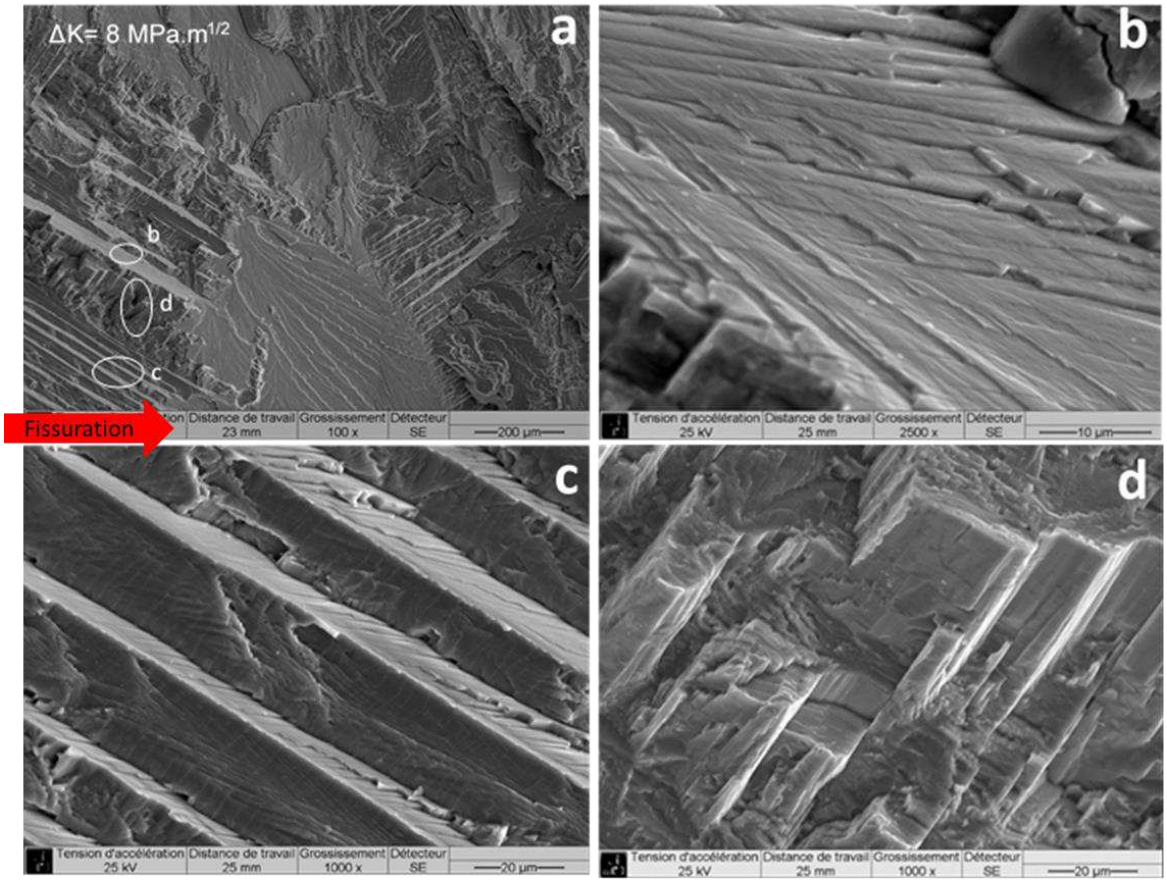



*Figure III. 15: observation au M.E.B. opérés à ΔK= 8 MPa.m$^{1/2}$ sur le TA6V β montrant les détails de rupture rapportés également dans la littérature [6]: a) vue globale, b) traces de rupture en « cross-hatch », c) marches cristallographique, d) facettes verticales avec des changements abrupts de niveau. La fissure procède de gauche à droite.*

Concernant la formation de marches cristallographiques, Pilchak et al. [9] ont également remarqué que la fissure avance dans certaines configurations en une succession de facettes relativement horizontales séparées par des changements de niveaux verticaux. Ces détails regroupés sous la terminologie de « terrasses ». Pilchak et al. relient ces détails à l'occurrence de rupture suivant le plan basal, les marches étant associés à une modification du plan de rupture suivant des systèmes prismatiques.

Un autre exemple de changement de plan de rupture est présenté sur la figure Figure III. 16.a. La fissuration procède dans un premier temps suivant des marches cristallographiques. Le plan de rupture subit par la suite un changement d'orientation pour suivre une rupture laissant lieu à une large surface parcourue de lignes de rivières et sillons dans le sens de la rupture. La figure Figure III. 16.b fournit une information à plus fort grossissement sur cette modification de l'orientation du plan de rupture. Pour des valeurs de $\Delta K$ croissantes, diverses morphologies montrant des modes mixtes sont rencontrées, comme l'indiquent les figures Figure III. 16.c et Figure III. 16.d, illustrant des facettes parcourues de sillons associées à des marches cristallographiques. Contrairement aux autres alliages, le TA6V β ne montre pas de fissures secondaires avec l'augmentation du facteur d'intensité de contraintes. Les modes de rupture cristallographiques correspondent en effet à la localisation de cette déformation plastique. C'est seulement à des niveaux de $\Delta K$ proches de la rupture finale que des modes de rupture par formation de stries apparaissent, comme indiqué sur les figures Figure III. 16.e et Figure III. 16.f.

Suivant les observations précédentes, la résistance accrue face à la fissuration de l'alliage TA6V traité β peut ainsi être reliée à trois facteurs :

- L'apparition de fissures de second ordre en parallèle de la fissure principale, donnant lieu à des branchements et déviations de fissure, qui dispersent l'énergie nécessaire à la fissuration.
- La rugosité de surface développée qui peut être responsable du phénomène de fermeture de fissure, retardant d'autant l'ouverture en pointe et la progression de la fissure.
- La nature fortement cristallographique de la rupture : la fissure progressant suivant un plan cristallographique favorablement orienté vis-à-vis du chargement rencontre à un certain point un obstacle microstructural (colonie de lamelles, frontière d'ex-grain β) suivant un plan défavorablement orienté cette fois. La difficulté que la fissure rencontre pour activer un système de glissement lui permettant de progresser, associée au changement d'orientation du chemin de fissuration une fois un système de glissement adéquat activé sont autant de facteurs à la source du retard si ce n'est l'arrêt de la propagation de fissure.

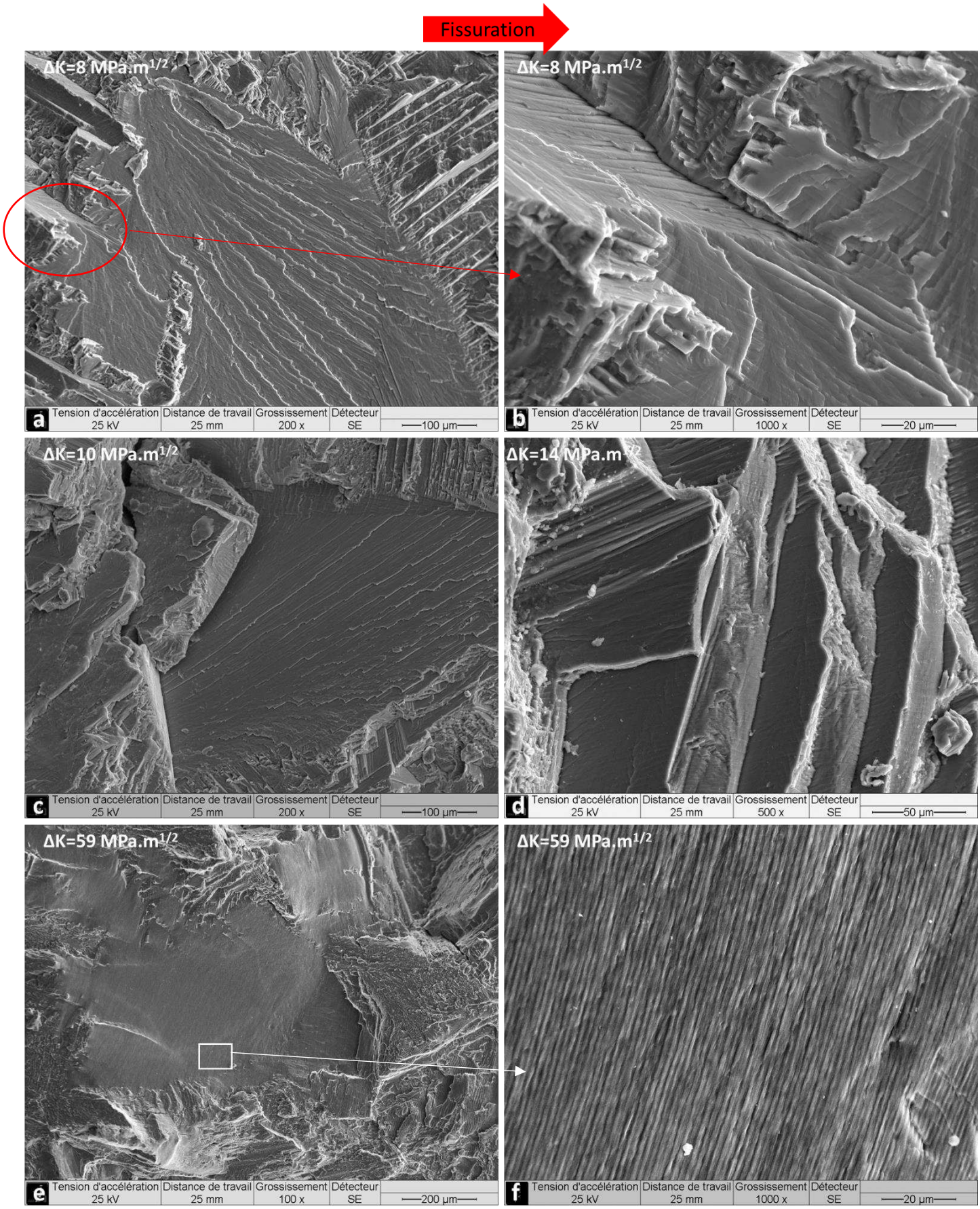



*Figure III. 16 : illustrations de changements d'orientation de plans de rupture (a et b), associés à des modes mixtes (c et d) au sein de l'alliage TA6V β. Apparition de stries de fatigue dans la zone proche de la rupture finale (e et f). La fissure procède de gauche à droite.*

### 3.2.2. A haute température

Les résultats des essais de fissuration menés à haute température sont consignés sur la Figure III. 17.

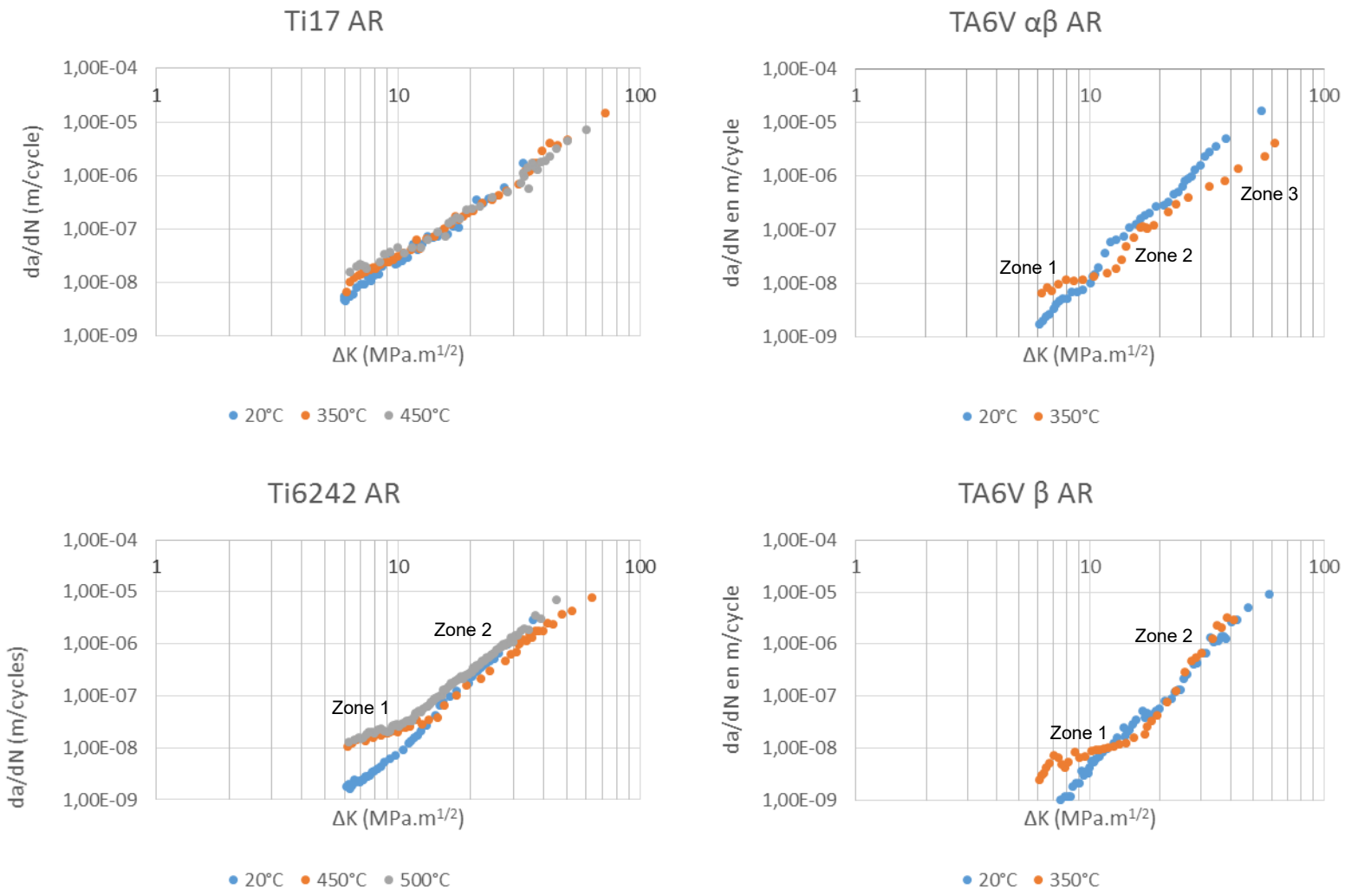



*Figure III. 17: courbes de fissuration pour les différents alliages à l'état de réception, testés en température*

#### *3.2.2.1. Microstructure type «corbeille d'osier » : Ti17*

Les essais menés en température montrent dans le cas du Ti17 que si la propagation s'engage à des vitesses plus élevées à mesure que la température d'essai augmente, les courbes da/dN=f(ΔK) reportées en Figure III. 17 convergent et se superposent au-delà d'un facteur intensité de contrainte de 15 MPa.m$^{1/2}$. Les paramètres valeurs des paramètres C et m de la loi de Paris identifiées pour ces essais sont reportés dans le Tableau III. 2, indiquant des valeurs relativement proches.

| Température (°C) | 20 | 350 | 450 |
|---|---|---|---|
| C | $2x10^{-11}$ | $8x10^{-11}$ | $8x10^{-11}$ |
| m | 3,1 | 2.6 | 2.7 |

*Tableau III. 2: paramètres de la loi de Paris pour le Ti 17 à l'état de réception testé en température*

Pour les trois températures, les observations en microscopie optique des éprouvettes rompues sont reportées sur la Figure III. 18. A cette échelle, la taille caractéristique de la microstructure issue de l'étape de forgeage et son refroidissement semblent gouverner la fissuration, sans effet notable de la température.

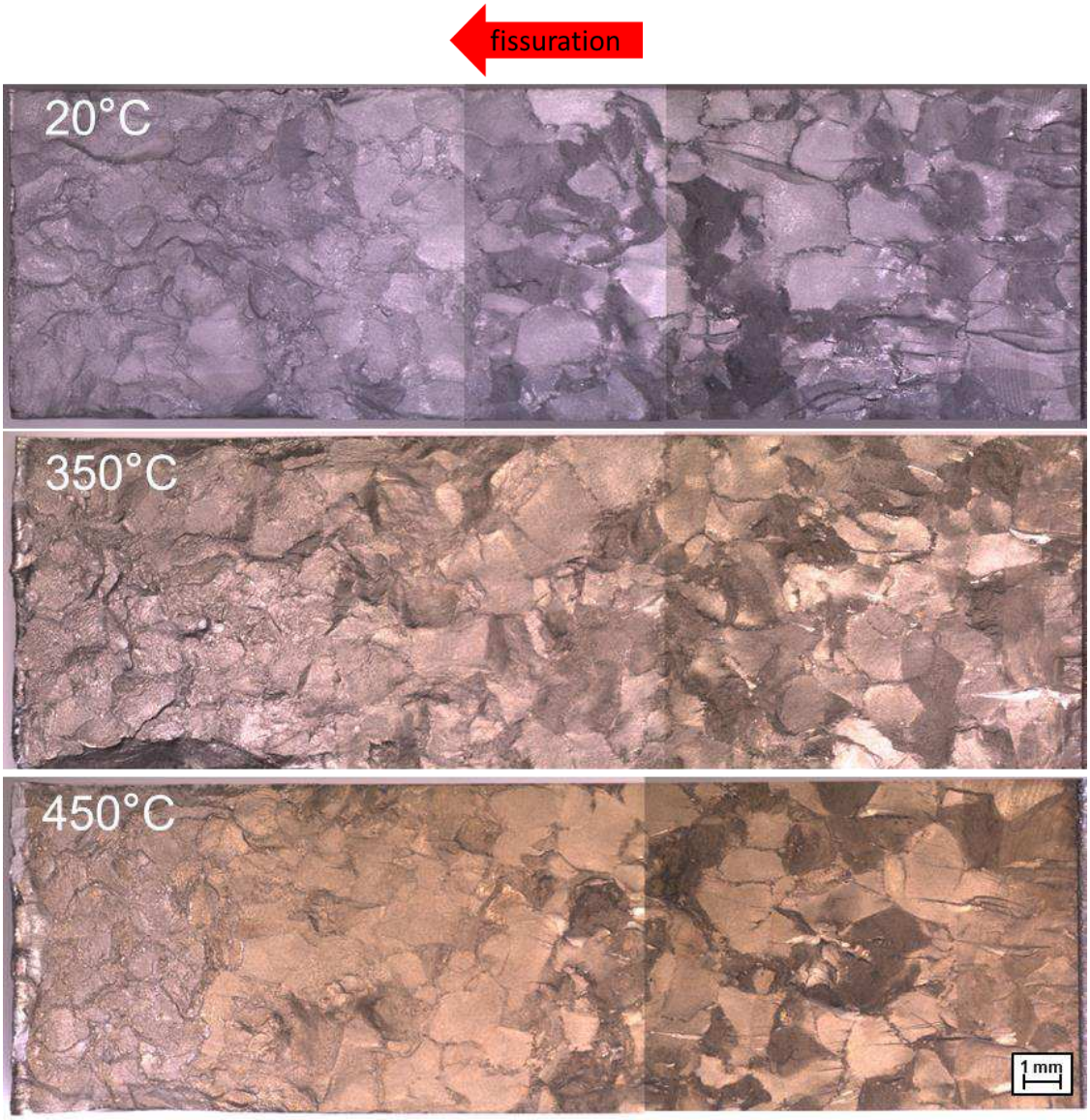



*Figure III. 18: macrographies des faciès de rupture pour les échantillons de Ti 17 à l'état de réception testés en température.*

Les fractographies réalisées au MEB révèlent des traces de rupture aux joints des ex-grains β. Sur la Figure III. 19, les ruptures localisées au niveau de la phase alpha intergranulaire (zones 1 et 3) se caractérisent par un aspect lisse comme montré sur la Figure III. 19.b (zoom sur la zone 1). Ceci contraste avec la relative rugosité développée dans le reste de la surface de rupture (Figure III. 19.c). Une zone de transition entre rupture intergranulaire et aux joints de grains est montrée sur la Figure III. 19.d.

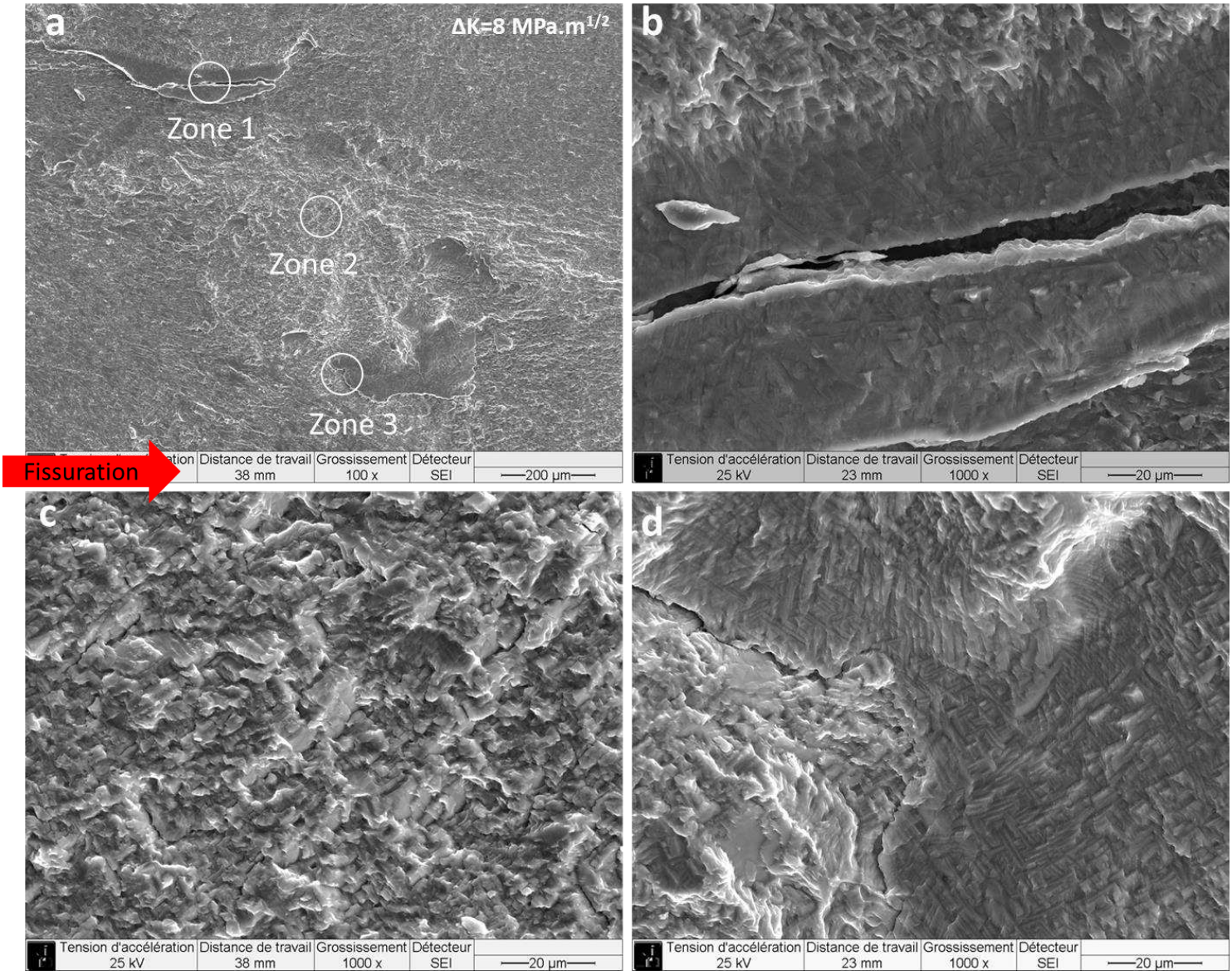



*Figure III. 19: observations au M.E.B. de détails de rupture à ΔK =8 MPa.m$^{1/2}$ au sein du Ti 17 à 350°C. La fissure procède de gauche à droite.*

Le reste du faciès de rupture de l'éprouvette testée à 350°C reste similaire à ce qui est observé à température ambiante, avec l'occurrence de fissures secondaires identiques. Ces tendances se retrouvent également à 450°C comme indiqué sur la Figure III. 20.

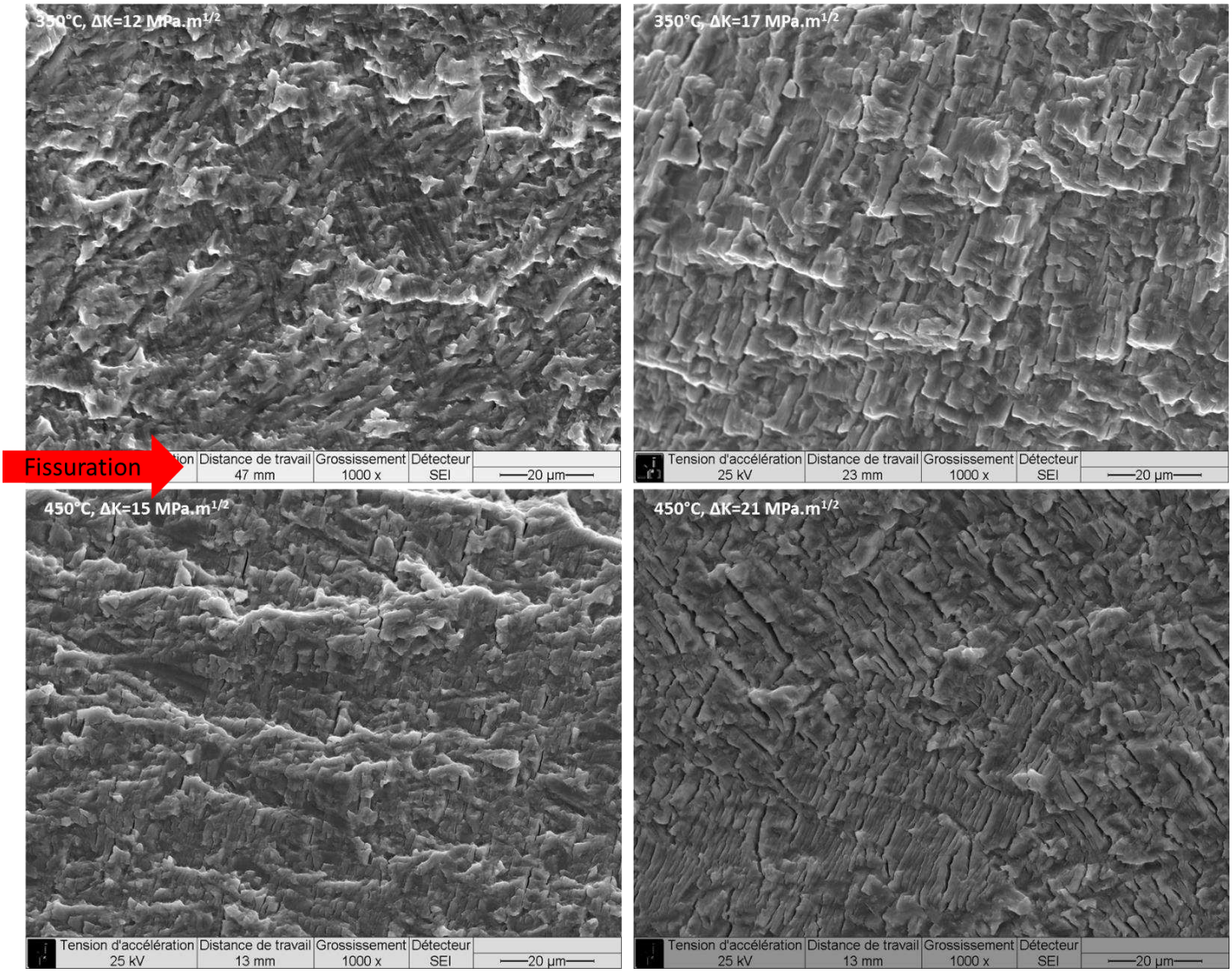



*Figure III. 20: illustration de l'apparition de fissures secondaires sur les faciès de rupture dans le cas du Ti 17 à 350°C et 450°C. La fissure procède de gauche à droite.*

### *3.2.2.2. Microstructure bimodale : TA6V traité α+β*

Concernant les courbes relatives au TA6V traité αβ, si la fissuration débute à des vitesses plus élevées à 350°C qu'à 20°C, au-delà d'une valeur de ΔK=10 MPa.m$^{1/2}$ la fissuration en température est plus lente qu'à température ambiante. Des ruptures de pentes, peu marquées à température ambiante, sont cette fois notables à chaud. Bien que peu significatives, ces ruptures de pente à 20°C permettent d'identifier 3 zones marquées par de faibles transitions à des valeurs de ΔK estimées à 9 et 12 MPa.m$^{1/2}$. Ces ruptures de pente sont décalées vers des valeurs de ΔK plus élevées en température, à 13 et 17 MPa.m$^{1/2}$ pour 350°C. Les paramètres de la loi de Paris pour chaque zone à 350°C sont rappelés dans le Tableau III. 3:

| Température (°C) | 350 – zone 1 | 350 – zone 2 | 350 – zone 3 |
|---|---|---|---|
| C | $7x10^{-10}$ | $3x10^{-16}$ | $4x10^{-11}$ |
| m | 1,2 | 7,1 | 2,7 |

*Tableau III. 3: paramètres de la loi de Paris pour chaque zone de rupture de pente, pour le TA6V αβ à l'état de réception testé à 350°C*

Les positions des longueurs de fissures correspondantes à ces ruptures de pente ont été reportées sur les fractographies optiques consignées sur la Figure III. 21. Pour l'essai à température ambiante, il n'est pas possible de relier visuellement ces ruptures de pentes, peu marquées par ailleurs, à une quelconque transition sur la morphologie de la surface de rupture de l'éprouvette. A 350°C en revanche, la surface présente un relief plus marqué et rugueux présentant des formes de marches. La première rupture de pente semble intervenir entre une première partie de l'éprouvette correspondant à des valeurs de facteur intensité de contrainte inférieures à 13 MPa.m$^{1/2}$, au relief rugueux, et une seconde moitié de la surface se référant à des valeurs de ΔK plus élevées, moins rugueuse. Il est intéressant de constater que la zone 2, délimitée par des ruptures de pente se produisant à 13 et 17 MPa.m$^{1/2}$, correspond aux dimensions de début et fin d'une marche.

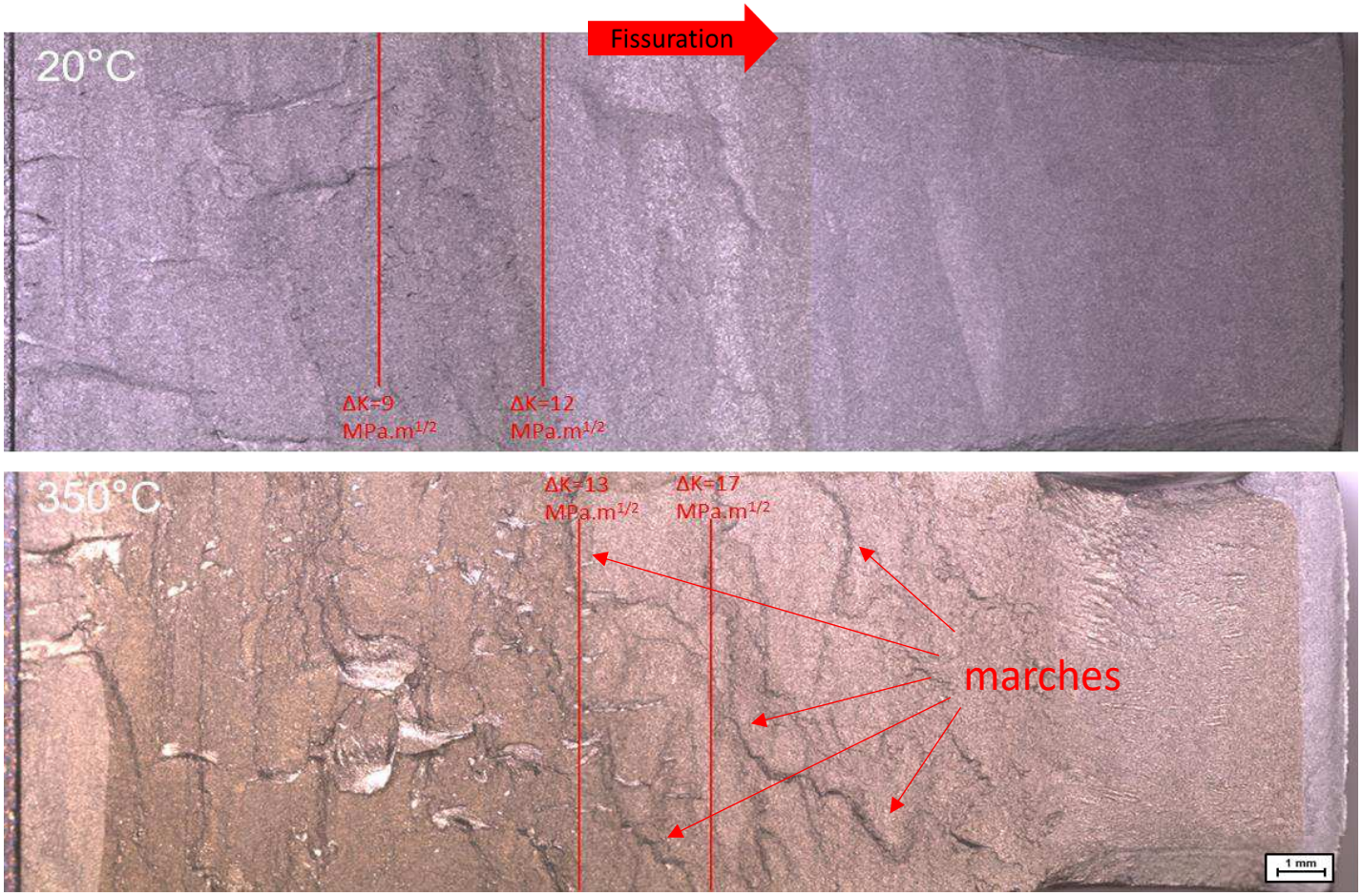



*Figure III. 21: macrographies des faciès de rupture dans le cas du TA6V αβ à l'état de réception testé à 20°C et 350°C. La fissure procède de gauche à droite.*

A ce stade, il est nécessaire de rappeler que la microstructure du TA6V αβ laisse apparaitre une texture traduite par des groupements de nodules à certains endroits, dessinant ce qui pourrait s'apparenter à l'ex-grain β déformé. Ce constat est illustré sur la Figure III. 22, les zones relatives aux groupements de nodules étant soulignées par un trait continu. Il apparait clairement que la fissuration au sein du TA6V αβ est influencée à l'échelle macroscopique par la microstructure texturée issue du forgeage. L'influence de cette texture sur la fissuration est ainsi matérialisée par les « marches » visibles sur la surface de rupture sur la Figure III. 21. Peu visible à température ambiante, ce phénomène semble exacerbé en température. Des investigations plus poussées seront présentées à ce sujet dans le chapitre suivant.

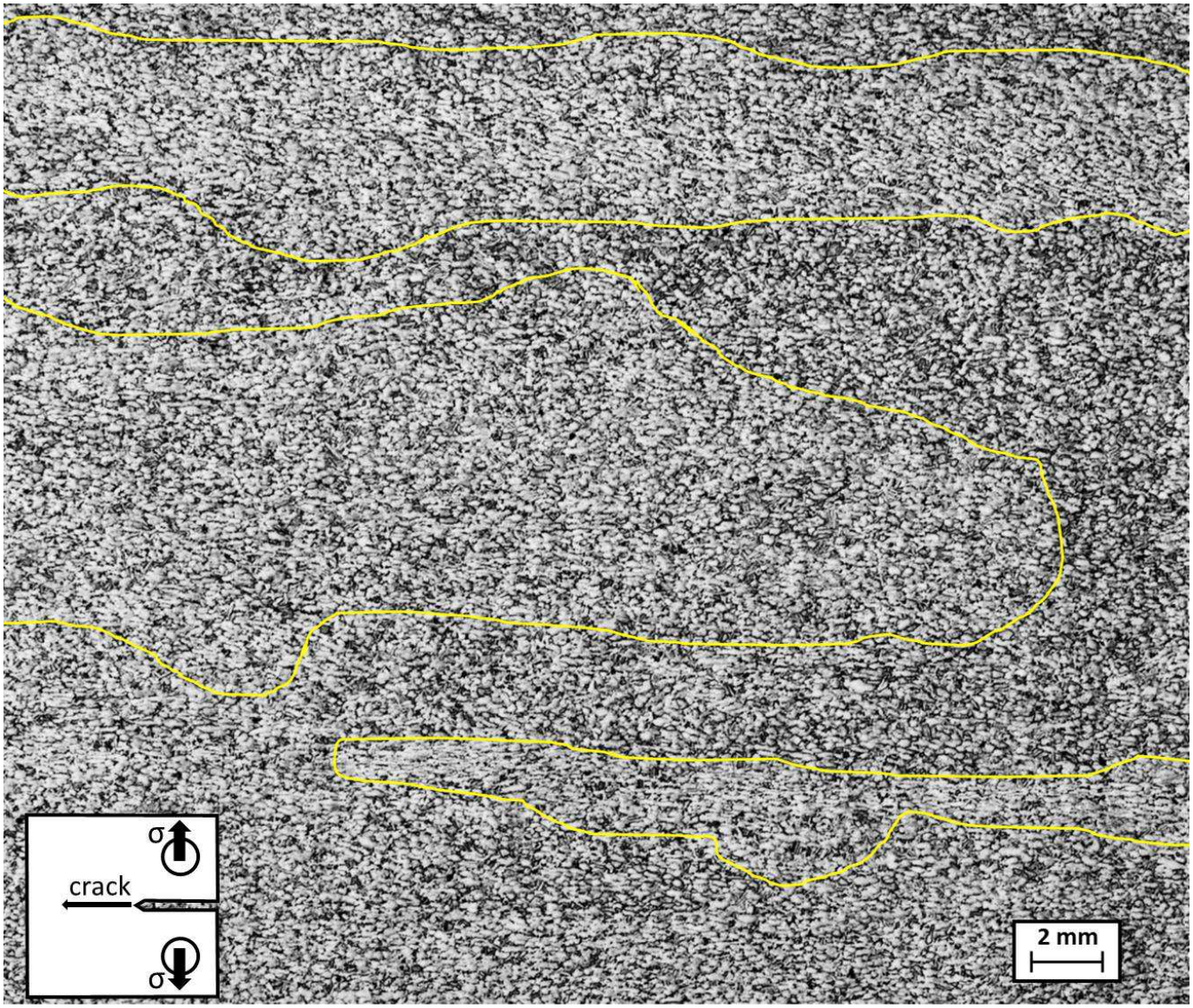



*Figure III. 22: texture de la microstructure issue du forgeage pour le TA6V αβ. La microstructure est observée sur une zone située sur la face de l'éprouvette CT, schématisée en bas à gauche de la figure.*

A l'échelle microscopique (Figure III. 23), la comparaison des aspects de surface avant et après chaque rupture de pente ne met pas en évidence de changements majeurs dans les détails caractéristiques de la rupture.

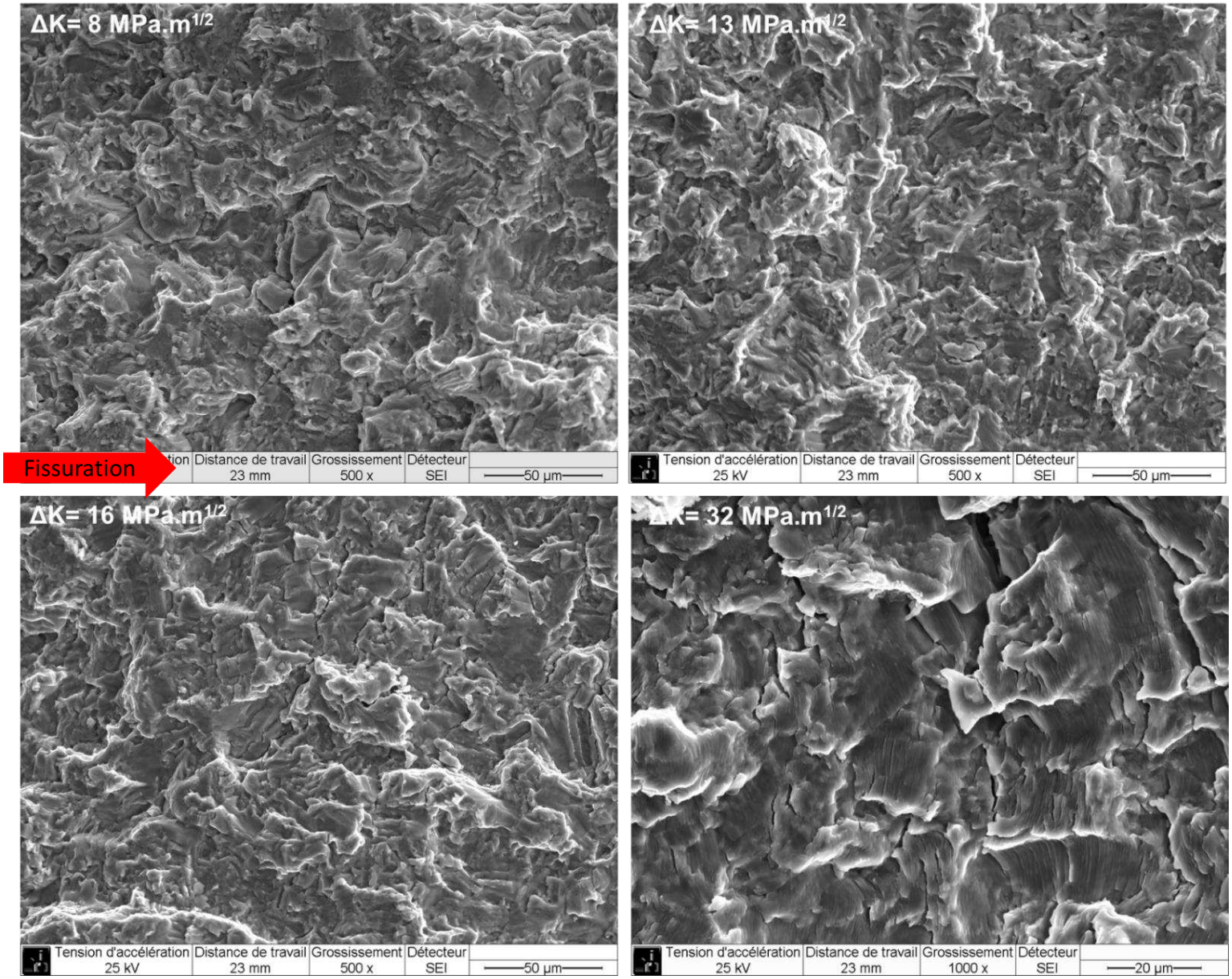



*Figure III. 23: observations au M.E.B. du faciès de rupture dans le cas du TA6V αβ. La fissure procède de gauche à droite.*

### *3.2.2.3. Microstructure bimodale : Ti 6242*

Les courbes de fissuration dans le cas du Ti6242 indiquent quant à elles que, si la courbe à 20°C ne présente pas de rupture de pente, celle à 450°C en revanche décrit un plateau pour des valeurs de ΔK inférieures à 14 MPa.m$^{1/2}$ avant de subir une rupture de pente et se superposer à la courbe à 20°C. À 500°C, la tendance est très similaire à celle décrite pour 450°C, avec une rupture de pente plus précoce à une valeur de ΔK d'environ 11 MPa.m$^{1/2}$. Les paramètres de la loi de Paris pour la courbe à 450°C sont consignés dans le Tableau III. 4.

| Température (°C) | 450-zone 1 | 450-zone 2 |
|---|---|---|
| C | 1,00E-09 | 2,00E-12 |
| m | 1,4 | 3,7 |

*Tableau III. 4: paramètres de la loi de Paris pour chaque zone de rupture de pente, pour le Ti 6242 à l'état de réception testé à 450°C.*

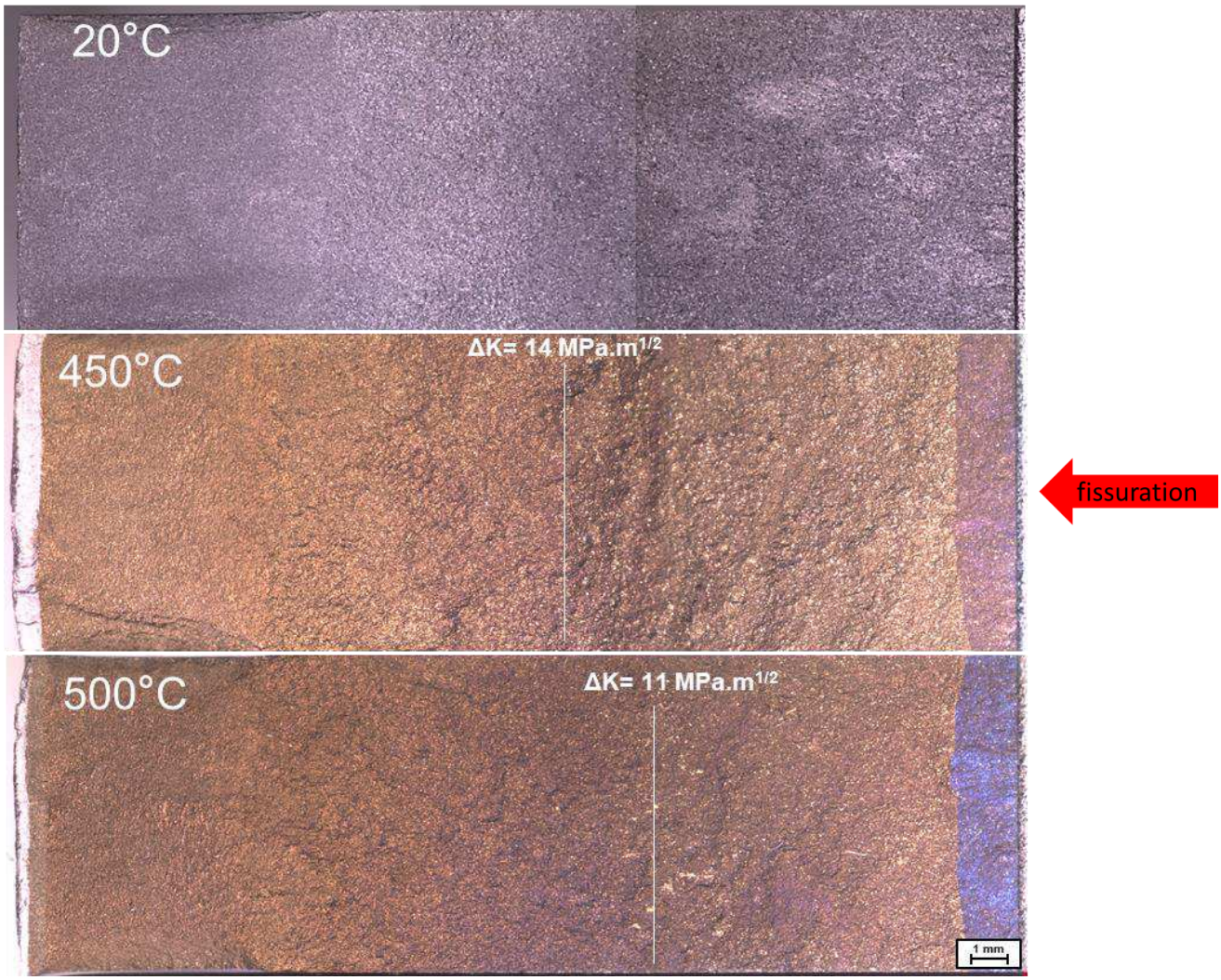



*Figure III. 24: macrographies des faciès de rupture dans le cas du Ti 6242 à l'état de réception testé à 20°C, 450°C et 500°C. La fissure procède de droite à gauche.*

*Figure III. 25: texture fine mise en évidence par l'oxydation sur l'éprouvette de Ti6242 à l'état de réception testée à 450°C*

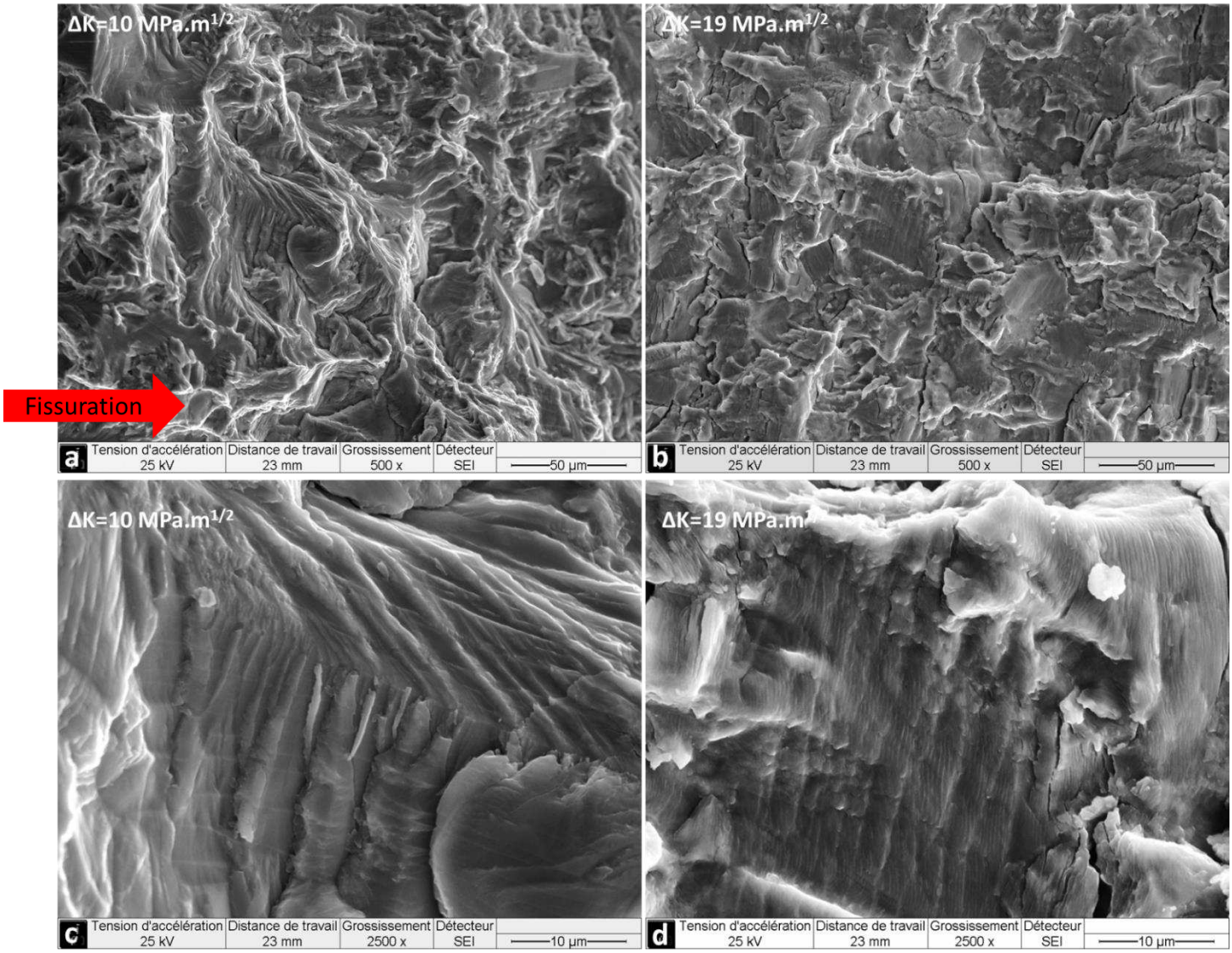



*Figure III. 26 : observations au M.E.B. du faciès de rupture de l'éprouvette de Ti 6242 à l'état de réception testé à 450°C*

Les macrographies des éprouvettes de Ti 6242 rompues à haute température sont reportées sur la Figure III. 24. Ces observations montrent qu'en température le relief des surfaces est plus marqué qu'à température ambiante. Ces surfaces de rupture peuvent en outre être analysées en deux parties. La première partie se réfère aux valeurs de ΔK avant la rupture de pente. Elle présente un relief relativement marqué, avec une multitude de paquets de facettes de petite taille visibles à l'œil nu, à l'aspect brillant, associées aux nodules alpha rompues. La seconde partie des faciès se réfère aux valeurs de ΔK après la rupture de pente et présente un aspect mat et sombre. Dans cette dernière partie, le relief est faible, les facettes de petite taille disparaissent au profit d'un aspect de surface homogène.

Il est également possible de remarquer sur la Figure III. 25 que pour les essais en température l'oxydation permet de faire ressortir une texture peu remarquée lors d'un premier examen microstructural. Cette texture se traduit par de fines bandes millimétriques, possiblement de nodules, écrasés perpendiculairement à la direction de forgeage. Cette texture est toutefois plus fine et moins marquée que dans le cas du TA6V αβ.

Les microfractographies de la Figure III. 26 montrent qu'à 450°C, la zone 1 précédant la rupture de pente se traduit par une rugosité importante, avec la présence de sillons dans le sens de la rupture des nodules. Dans la zone 2 suivant la rupture de pente la surface apparaît moins rugueuse, avec l'apparition de stries de fatigue. La rupture semble alors perdre de son caractère cristallographique et sensible à la microstructure (nodules dans le cas présent), laissant place à une propagation par formation de stries.

#### *3.2.2.4. Microstructure lamellaire, traitée β : TA6V β*

L'alliage TA6V traité β présente également une rupture de pente à 350°C, transition qui n'est pas observée à température ambiante. Les paramètres de la loi de Paris avant et après la rupture de pente sont indiqués sur le Tableau III. 5 :

| Température (°C) | 350-zone 1 | 350-zone 2 |
|---|---|---|
| C | 7,00E-10 | 4,00E-16 |
| m | 1,1 | 6,2 |

*Tableau III. 5: paramètres de la loi de Paris pour chaque zone de rupture de pente, pour le TA6V αβ à l'état de réception testé à 350°C.*

Si la vitesse de fissuration est plus élevée à haute température pour des valeurs de ΔK inférieures à 11 MPa.m$^{1/2}$ environ, passé ce seuil l'essai en température présente des vitesses de fissurations plus faibles jusqu'à la rupture de pente à ΔK=17 MPa.m$^{1/2}$ où les vitesses augmentent pour rejoindre celles de l'essai à température ambiante au-delà de 20 MPa.m$^{1/2}$. De façon globale, la surface de rupture de l'alliage TA6V β présente, à 350°C, les mêmes caractéristiques qu'à température ambiante, comme l'indique la Figure III. 27 : elle est particulièrement accidentée et présente un relief avec des dénivelés importants. La fissuration à 350°C est également transgranulaire et peu sensible à l'orientation morphologique des colonies de lamelles alpha. Il est nécessaire de préciser ici que ce n'est pas l'orientation morphologique mais cristallographique des colonies de lamelles qui est le paramètre déterminant dans l'apparition des déviations de fissures. Ainsi des colonies de morphologie différentes peuvent présenter des plans cristallographiques communs responsables de la rupture transcolonie/transgranulaire. Les multiples déviations et branchements de fissure, donnant lieu à une forte rugosité sont ainsi en premier lieu le fruit d'une désorientation cristallographique entre colonies, qui rend la transmission et la propagation de fissure difficiles.

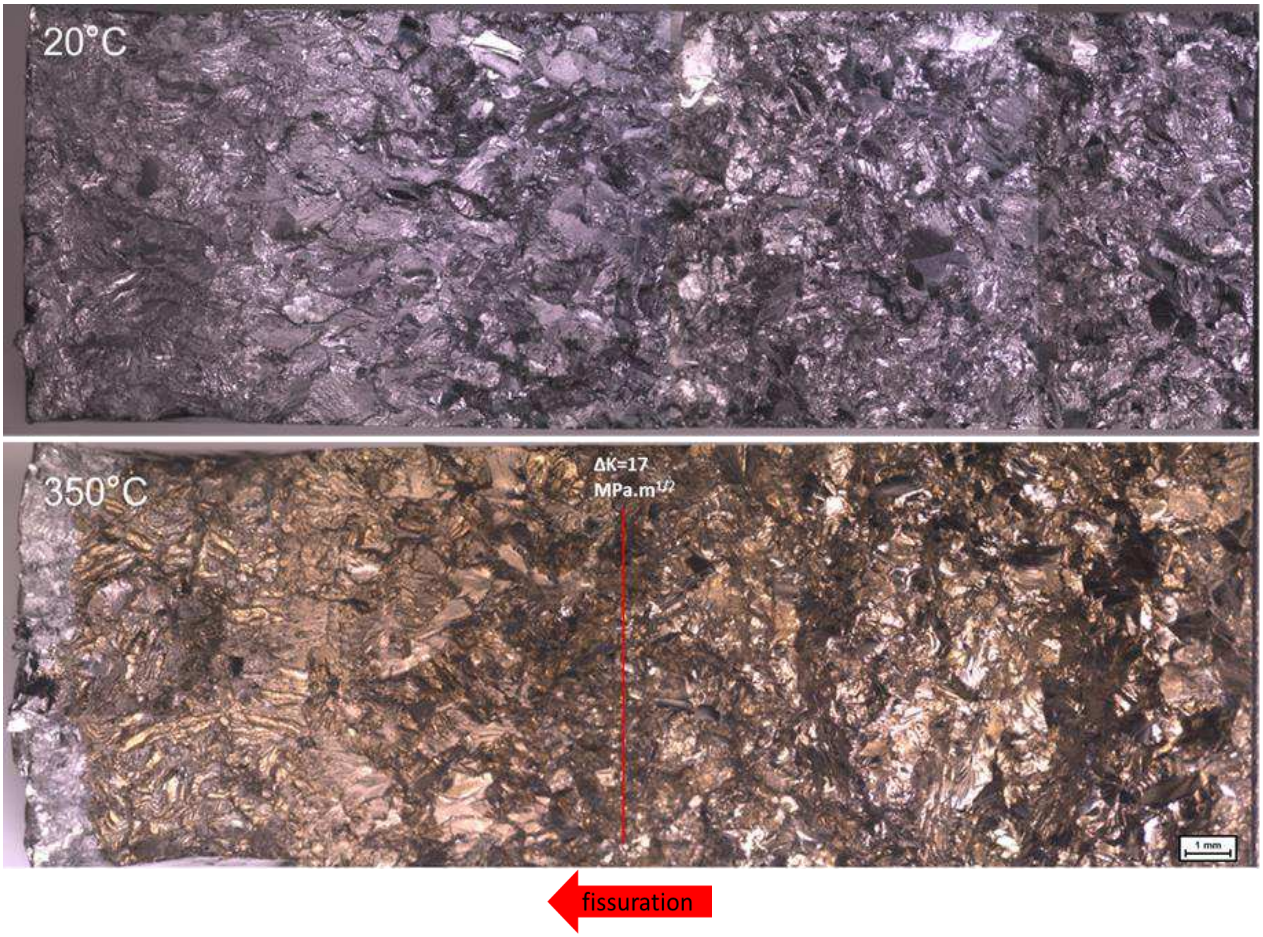



*Figure III. 27: macrographies des faciès de rupture dans le cas du TA6V β à l'état de réception testé à 20°C et 350°C. La fissure procède de droite à gauche.*

A l'échelle microscopique, des détails similaires à ceux observés pour la température ambiante sont relevés. Les micrographies avant et après la rupture de pente présentés sur la Figure III. 28 ne révèlent pas de modifications majeures. Le mécanisme cristallographique domine l'ensemble des observations menées à ΔK croissants, comme l'indiquent les flèches positionnées à l'endroit ou des facettes de clivage et les lignes de rivière orientées dans le sens de la rupture apparaissent. Il est toutefois à remarquer que moins de modes mixtes tels les marches cristallographiques ou des changements abrupts de niveau semblent se produire à 350°C, comparé à la température ambiante.

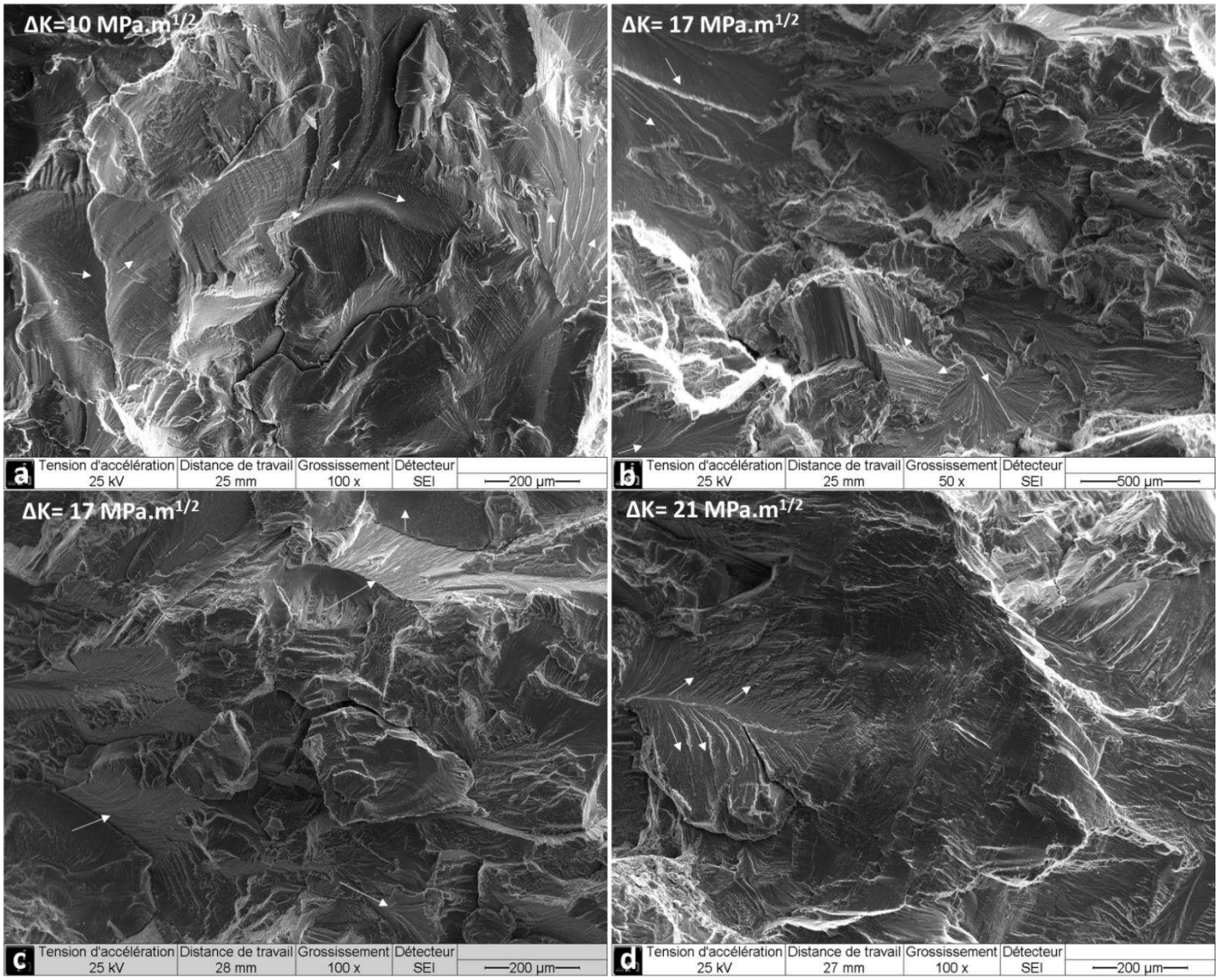



*Figure III. 28: observations au M.E.B. du faciès de rupture de l'éprouvette de TA6V β à l'état de réception testé à 350°C*

### *3.2.2.5. Comparatif entre alliages testés à température équivalentes*

En établissant une comparaison du comportement en fissuration des différents alliages testés à la même température (Figure III. 29), il est possible de constater que tous les alliages hormis le Ti17 présentent des ruptures de pente et un régime de plateau dans leurs courbes de fissuration, suggérant que le Ti17 ne subit pas les mêmes effets de température que les autres alliages.

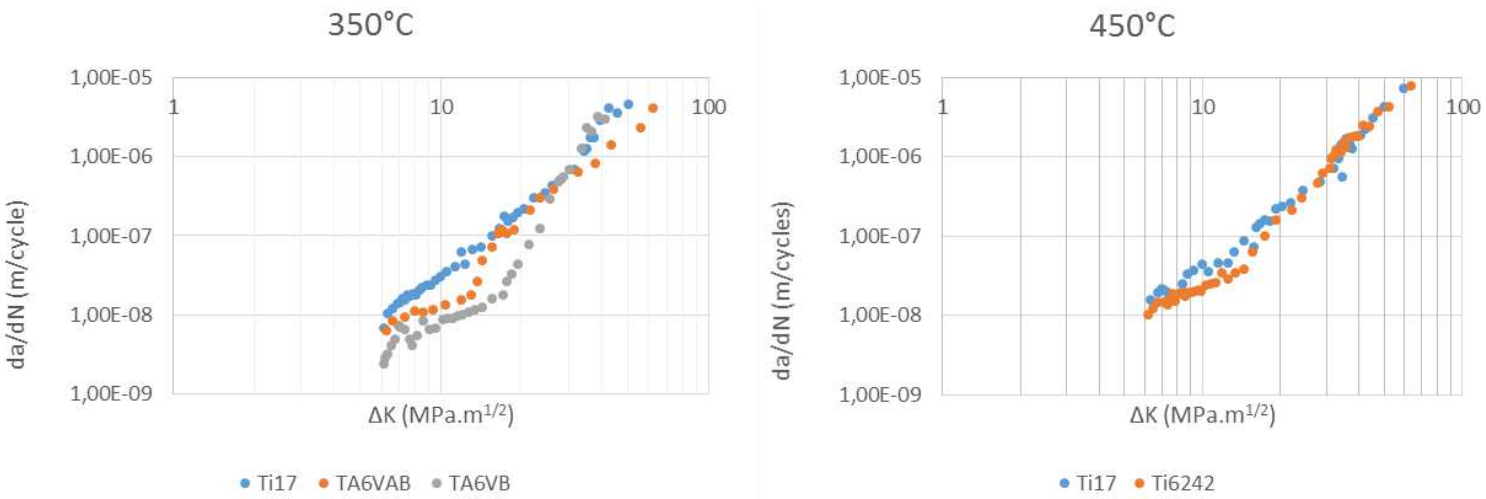



*Figure III. 29: courbes de fissuration comparées à température équivalente pour les alliages à l'état de réception*

Les vitesses de propagation invariablement plus élevées vis-à-vis des autres alliages et quasi similaires quelle que soit la température d'essai suggèrent que les mécanismes de déformation en pointe de fissure ne varient que très peu entre 20°C et 450°C pour le Ti 17, ce qui n'est pas le cas des autres alliages. L'ensemble des mécanismes de rupture évoqués précédemment, à savoir la rupture transgranulaire, la forte présence de fissures secondaires et la fissuration le long de films continus de phase α intergranulaire semblent en revanche constituer les paramètres majeurs de la fissuration. A 350°C, la hiérarchie de résistance des alliages à la fissuration est conservée, avec du plus résistant au moins résistant le TA6V β, le TA6V αβ et le Ti17. A 450°C cependant, il est intéressant de constater que le Ti 17, dont le comportement varie peu sur les gammes de températures étudiées, devient compétitif vis-à-vis du Ti6242, dont les vitesses de fissuration se rapprochent de celles du Ti 17, en conservant toutefois des vitesses de propagation de fissure légèrement plus faibles.

*Bilan intermédiaire :*

En comportement cyclique, l'alliage Ti 17 montre de meilleures propriétés parmi les alliages de l'étude, que ce soit en termes de niveau de contraintes atteint, que de faible déformation plastique développée. Au sein des deux formes de TA6V, la microstructure αβ bimodale montre une meilleure tenue que la microstructure lamellaire traitée β. Si à température ambiante, le Ti 6242 ne se démarque pas du TA6V, le Ti 6242 testé à 500°C montre des propriétés équivalentes à celles du TA6V β testé à 350°C confirmant une bonne tenue en température. Le Ti 17 conserve également à 450°C des qualités en comportement cyclique majorant l'ensemble des alliages de l'étude.

En fissuration cependant, les tendances sont modifiées. En effet l'alliage TA6V β, avec sa microstructure lamellaire organisée en forme de colonies, montre une meilleure résistance grâce à de nombreuses déviations de fissures. Les microstructures bimodales (Ti 6242 et TA6V αβ) montrent des comportements proches et intermédiaires, tandis que le Ti 17 montre les propriétés les plus faibles en termes de résistance à la fissuration. Cette conclusion reste à être pondérée par le fait que les essais sont conduits sous air, les différences peuvent également résulter d'un compromis différent entre résistance intrinsèque et effets d'environnement.

## 3.3. Bibliographie du chapitre 3

[1] G. Lütjering, J.C. Williams, Titanium, Springer, 2007.
[2] C. Leyens, M. Peters, Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons, 2003.
[3] T. Duval, Analyse Multi-Échelles Des Relations Microstructure/Propriétés Mécaniques Sous Sollicitation Monotone et Cyclique Des Alliages de Titane β-Métastable, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique-Poitiers, 2013.
[4] K. Le Biavant-Guerrier, Etude de l'amorçage de Fissures de Fatigue Dans Le Ti-6Al-4V, Ecole Centrale Paris, 2000.
[5] F.J. Gil, J.M. Manero, M.P. Ginebra, J.A. Planell, Mater. Sci. Eng. A 349 (2003) 150–155.
[6] K. Prasad, R. Sarkar, V. Kumar, K.B.S. Rao, M. Sundararaman, Mater. Sci. Eng. A 662 (2016) 373–384.
[7] R.J.H. Wanhill, R. Galatolo, C.E.W. Looije, Int. J. Fatigue 11 (1989) 407–416.
[8] C.M. Ward-Close, C.J. Beevers, Metall. Mater. Trans. A 11 (1980) 1007–1017.
[9] A.L. Pilchak, A. Bhattacharjee, A.H. Rosenberger, J.C. Williams, Int. J. Fatigue 31 (2009) 989–994.

# Chapitre 4 : Etats vieillis

# 4. Impact du vieillissement sur les propriétés mécaniques en sollicitation cyclique

Dans ce chapitre, les effets d'une exposition prolongée en température sur le comportement cyclique et en fissuration des alliages du projet seront exposés. Par choix en termes de matrice d'essais, le Ti 6242 n'a pas été caractérisé en comportement cyclique après 1000 h de vieillissement. Pour cet alliage résistant en température, l'attention a été focalisée uniquement sur les caractérisations en fissuration.

## 4.1. Comportement cyclique

### 4.1.1. Evolution de la déformation plastique

L'évolution de la déformation plastique maximale au cours de la sollicitation cyclique, pour le TA6V αβ vieilli 1000 h à 350°C, est repotée sur la Figure IV. 1.

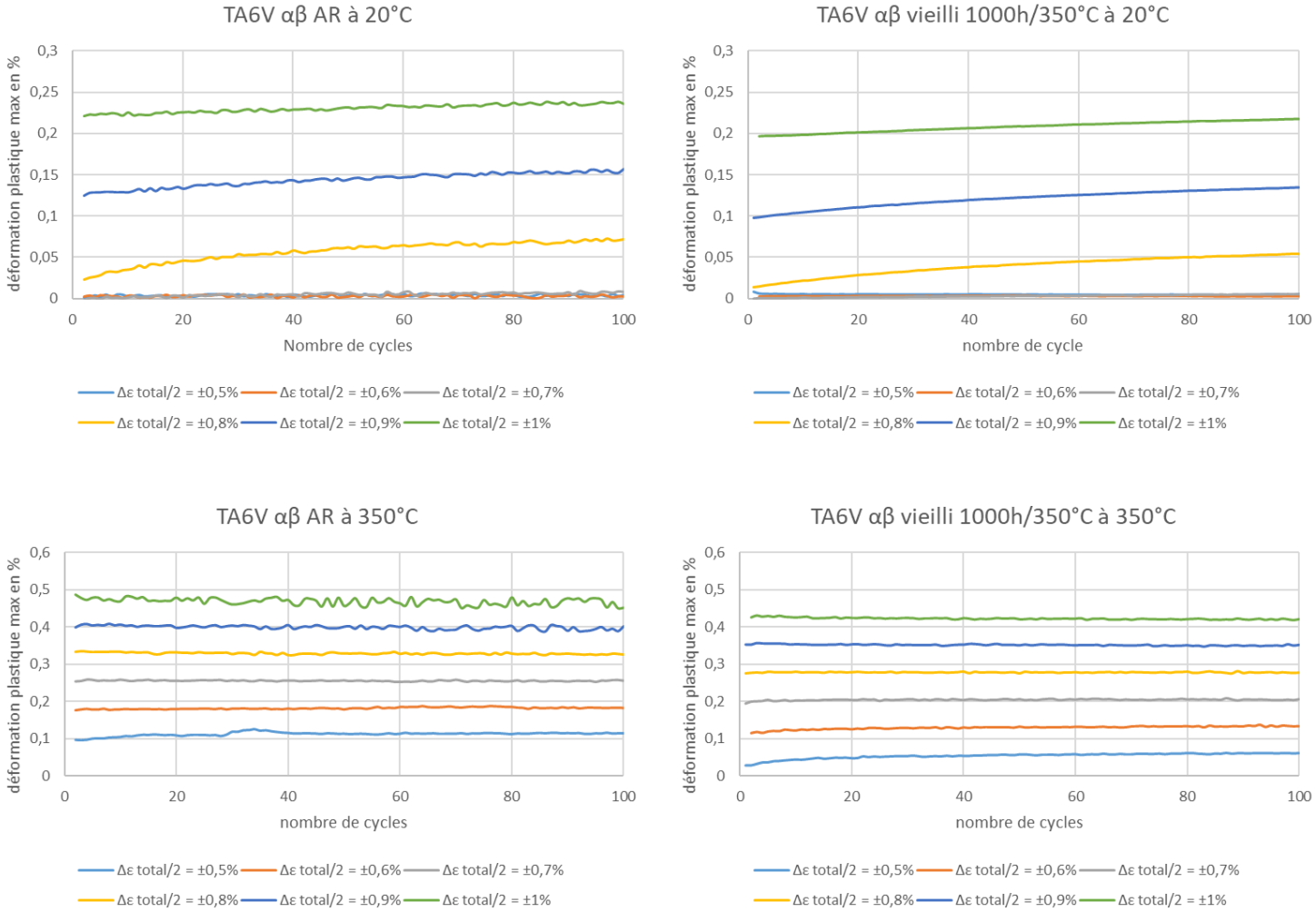



*Figure IV. 1: comparatif de l'évolution de la déformation plastique max entre l'état de réception et vieilli 1000 h à 350°C, pour le TA6V αβ*

Les résultats indiquent qu'à température ambiante, l'apparition d'une déformation plastique non nulle n'est pas modifiée malgré le vieillissement, et reste égale à ±0,8% de déformation totale. Cependant un léger abaissement des niveaux de déformation plastique atteints en comparaison avec l'état de réception est perceptible. Cette dernière tendance est retrouvée à 350°C.

Dans le cas du TA6V β, les résultats comparés entre états de réception et vieillis ne montrent pas de différence notable, comme l'indique la Figure IV. 2. L'état de réception a montré le développement d'une fissure au sein de l'éprouvette dès lors du cyclage à une déformation totale ±0,9%. Dans le cas de l'éprouvette vieillie, l'endommagement conduit à une rupture au cycle 13 du dernier palier de déformation totale à ±1%. A 350°C les résultats montrent une légère diminution des niveaux de déformation plastique atteints dans le cas vieilli, en conservant toutefois des tendances très similaires à l'état de réception.

L'examen du faciès de rupture de l'éprouvette de TA6V β montre une surface avec des dénivelés importants. La présence de nombreuses facettes témoigne d'une rupture avec de nombreux changements de plans, fortement conditionnés par l'orientation locale des colonies de lamelles. Ce constat est illustré sur la Figure IV. 3.

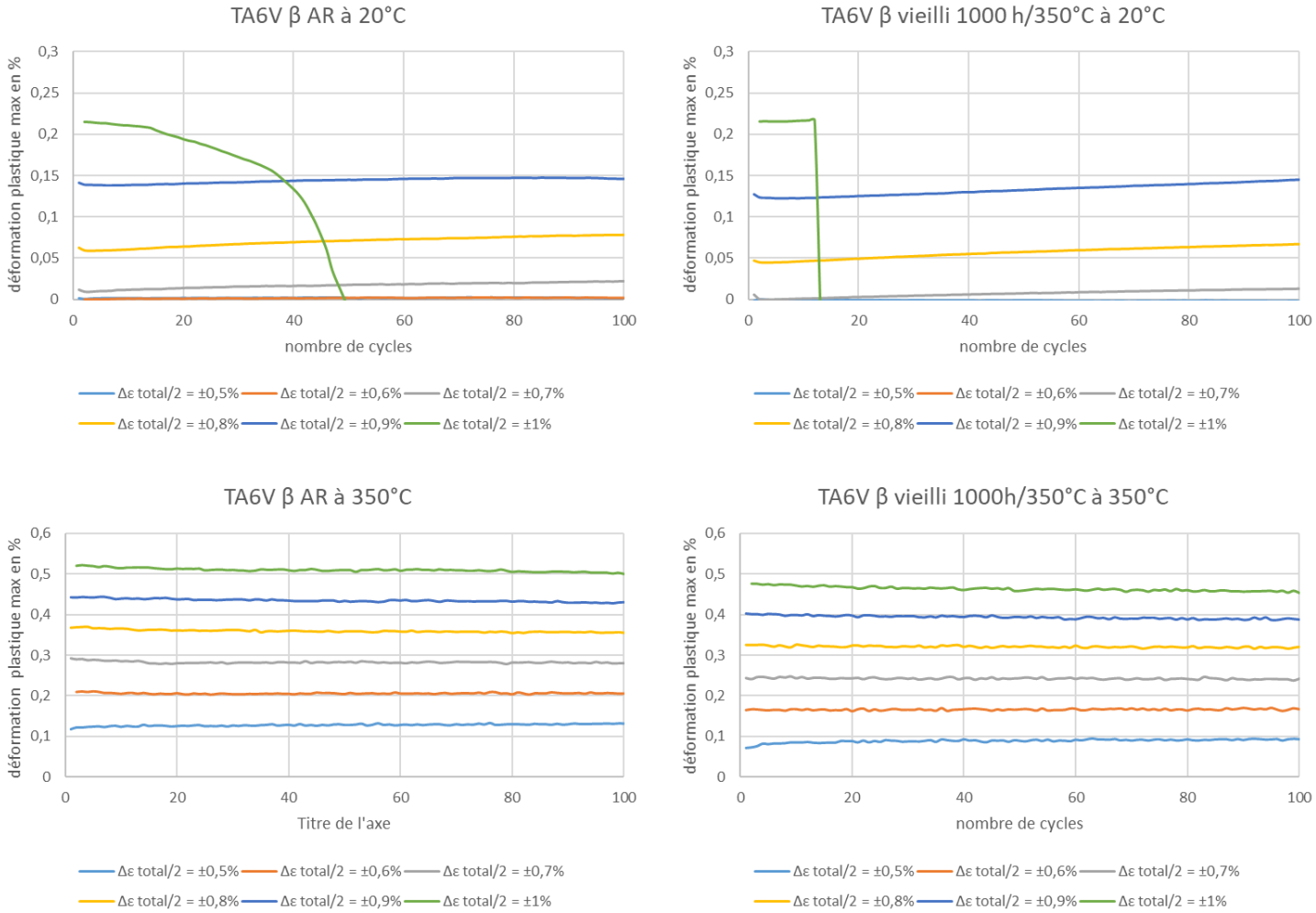



*Figure IV. 2: comparatif de l'évolution de la déformation plastique max entre l'état de réception et vieilli 1000 h à 350°C, pour le TA6V β*

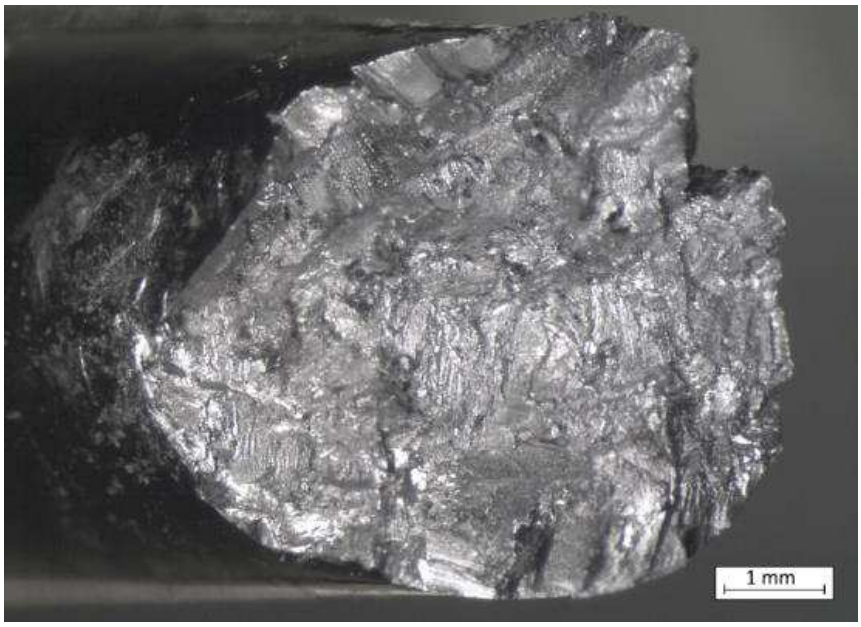



*Figure IV. 3: faciès de rupture de l'éprouvette de comportement cyclique pour le TA6V β vieilli 1000 h à 350°C*

Concernant le Ti 17 vieilli, la condition 1000 h/ 350°C ne montre pas de différence dans le développement de la déformation plastique vis-à-vis de l'état de réception à 20°C comme l'indique la Figure IV. 4, hormis une rupture au cycle 64 du dernier palier de déformation totale à ±1%. Le faciès de rupture de l'éprouvette associée à cette condition montre de larges facettes de la dimension des ex-grains β. Les déchaussements d'ex-grains β notables sur le faciès laissent supposer un mode de rupture de nature intergranulaire. Ces observations sont illustrées sur la Figure IV. 5. L'alliage Ti 17 vieilli 1000 h à 450°C se démarque toutefois des précédentes conditions de vieillissements et plus largement, des autres alliages de l'étude, en montrant un durcissement. Ce durcissement se traduit par un changement notable dans le seuil d'apparition de la plasticité ainsi qu'un abaissement marqué des niveaux de déformation plastique atteints, à 20°C. En effet, le seuil d'apparition de la plasticité passe de $\Delta\varepsilon_t/2$=0,9% pour l'état de réception, à $\Delta\varepsilon_t/2$=1% pour l'état vieilli 1000 h à 450°C. Les niveaux de déformation plastique maximale pour l'état de réception débutent à $\varepsilon_{p,\,max}$=0,08% pour plafonner à $\varepsilon_{p,\,max}$=0,11% dans le dernier palier à $\Delta\varepsilon_t/2$=1% de déformation totale. Dans le cas vieilli 1000 h à 450°C, pour le même palier à ±1%, la déformation plastique maximale débute à 0,01% pour plafonner à 0,06%.

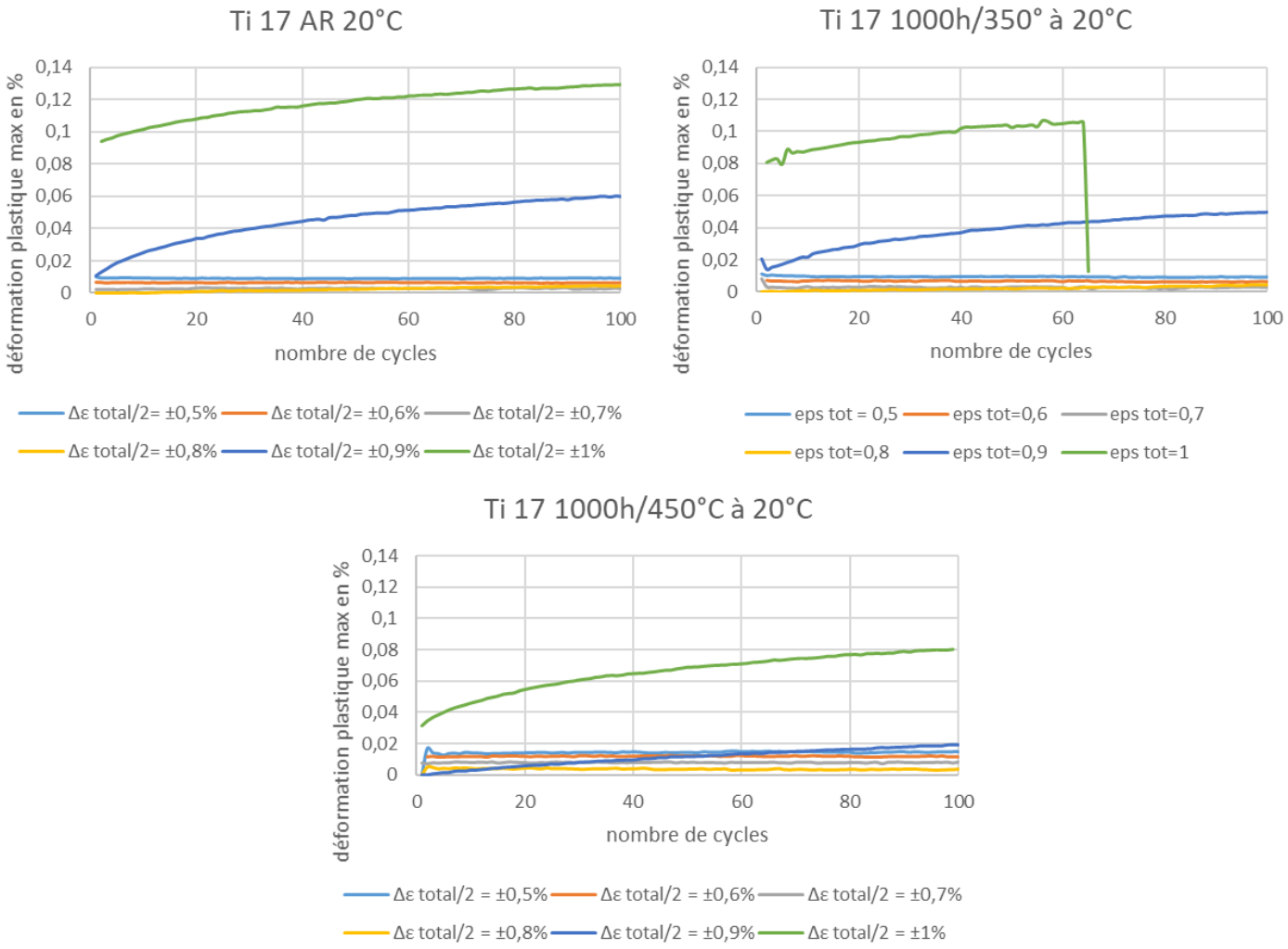



*Figure IV. 4 : comparatif de l'évolution de la déformation plastique maximale entre les états de réception et vieillis, pour le Ti 17 testé à température ambiante*

*Figure IV. 5: faciès de rupture de l'éprouvette de Ti 17 vieillie 1000 h à 350°C testée à température ambiante*

Si l'influence du vieillissement semble marquée dans le cas du Ti 17 vieilli 1000 h à 450°C testé à 20°C, cet effet s'estompe pour les essais menés en température. A 350°C aucune modification dans le comportement plastique entre l'état de réception et vieilli 1000 h à 350°C n'est constatée. A 450°C, si les niveaux de déformation plastique maximale atteints pour la condition 1000 h/450°C sont légèrement plus faibles qu'à l'état de réception, l'effet du vieillissement n'apparait pas aussi clairement que pour les essais opérés à 20°C. Le comportement plastique du matériau vieilli reste sensiblement proche de celui à l'état de réception avec notamment un seuil d'apparition de la déformation plastique inchangé. Ces constats sont illustrés sur la Figure IV. 6.

A ce stade, la principale conclusion réside dans un impact négligeable de l'effet du vieillissement sur la plupart des alliages vieillis 1000 h à leur température correspondante. Seul l'alliage Ti 17 vieilli 1000 h à 450°C montre une modification significative dans son comportement plastique. Ce constat reste toutefois à être pondéré par le fait que la température semble estomper l'effet du vieillissement, qui est plus marqué pour les essais réalisés à température ambiante qu'à 450°C.

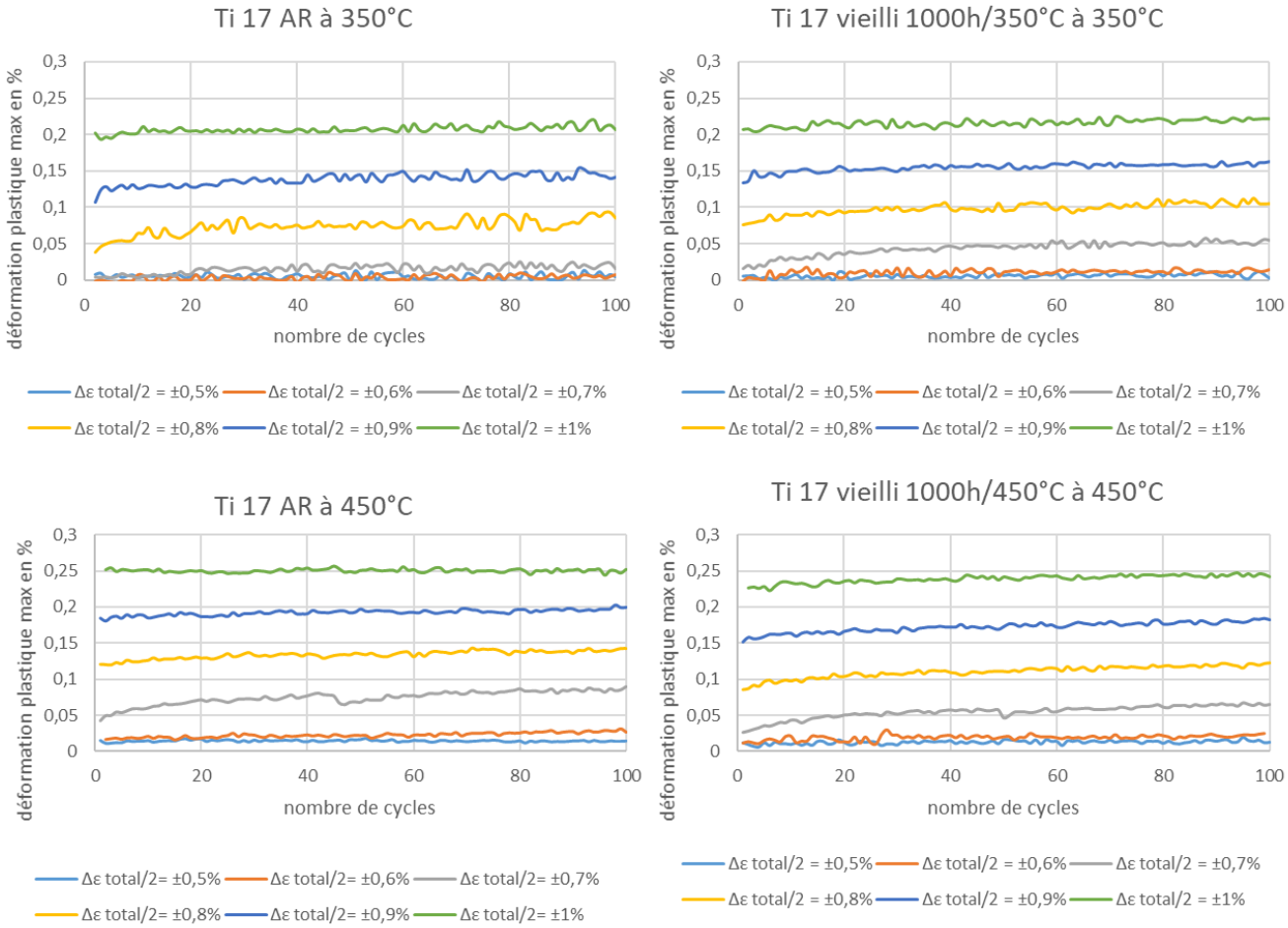



*Figure IV. 6: comparatif de l'évolution de la déformation plastique max entre les états de réception et vieillis, pour le Ti 17 testé en température*

### 4.1.2. Evolution des niveaux de contrainte

L'évolution de la contrainte maximale au cours des cyclages pour l'alliage TA6V αβ vieilli est reportée sur la Figure IV. 7. A température ambiante, le vieillissement ne modifie pas de manière significative les niveaux de contrainte atteints vis-à-vis de l'état de réception. Typiquement le même adoucissement cyclique est constaté à partir du seuil d'ouverture plastique du matériau pour les essais effectués, à $\Delta\varepsilon_t/2$=0.8% de déformation totale. A haute température, les niveaux de contraintes atteints pour le cas vieilli sont légèrement inférieurs à ceux de l'état de réception.

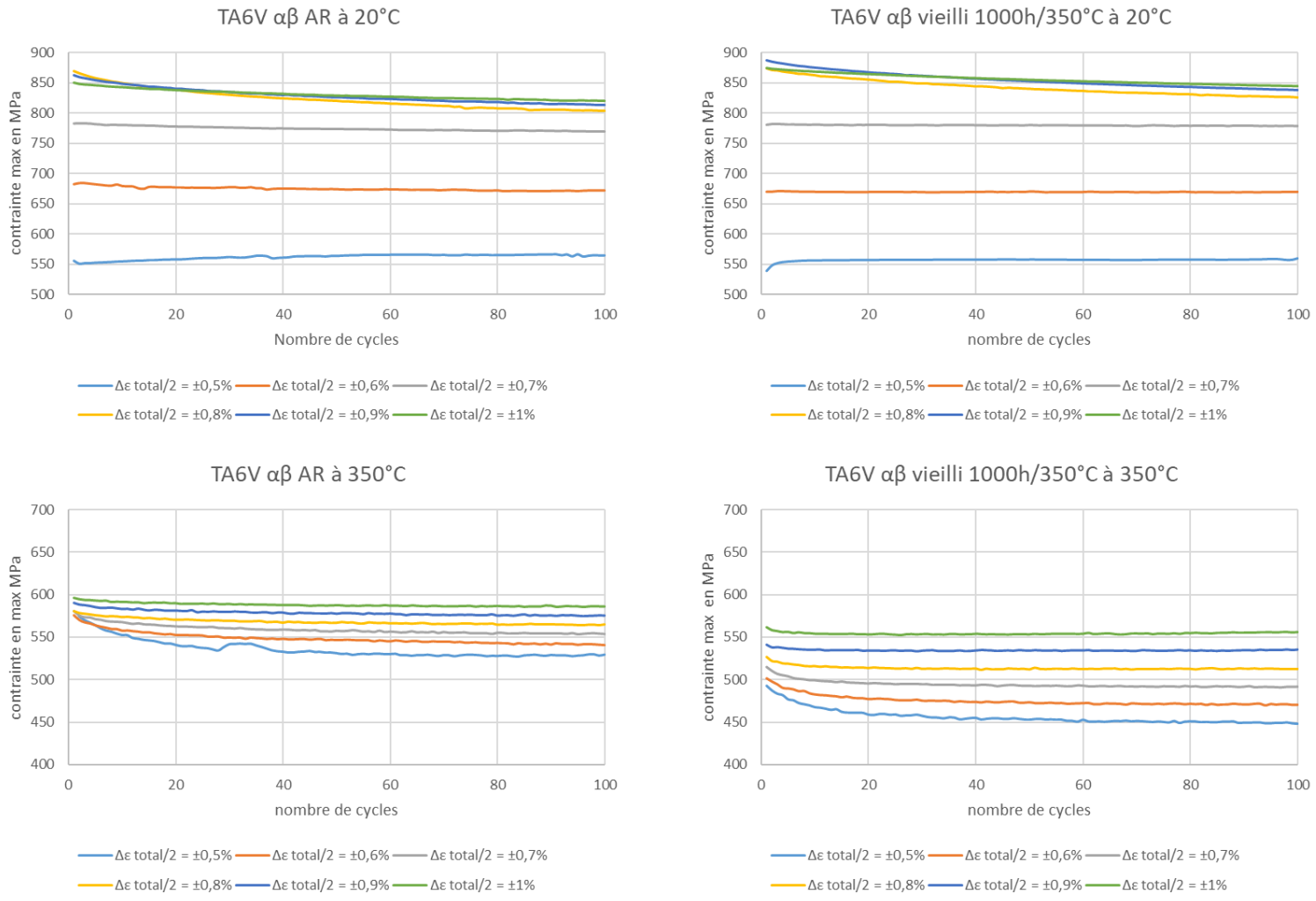



*Figure IV. 7: comparatif de l'évolution de la contrainte max entre l'état de réception et vieilli 1000 h à 350°C, pour le TA6V αβ*

Dans le cas du TA6V β testé à 20°C, l'état vieilli montre comme dans le cas αβ une augmentation des niveaux de contraintes atteints, tout en conservant des tendances similaires à l'état de réception. A 350°C, les états vieillis et de réception ne montrent quasiment aucune différence. Ces constats sont illustrés sur la Figure IV. 8

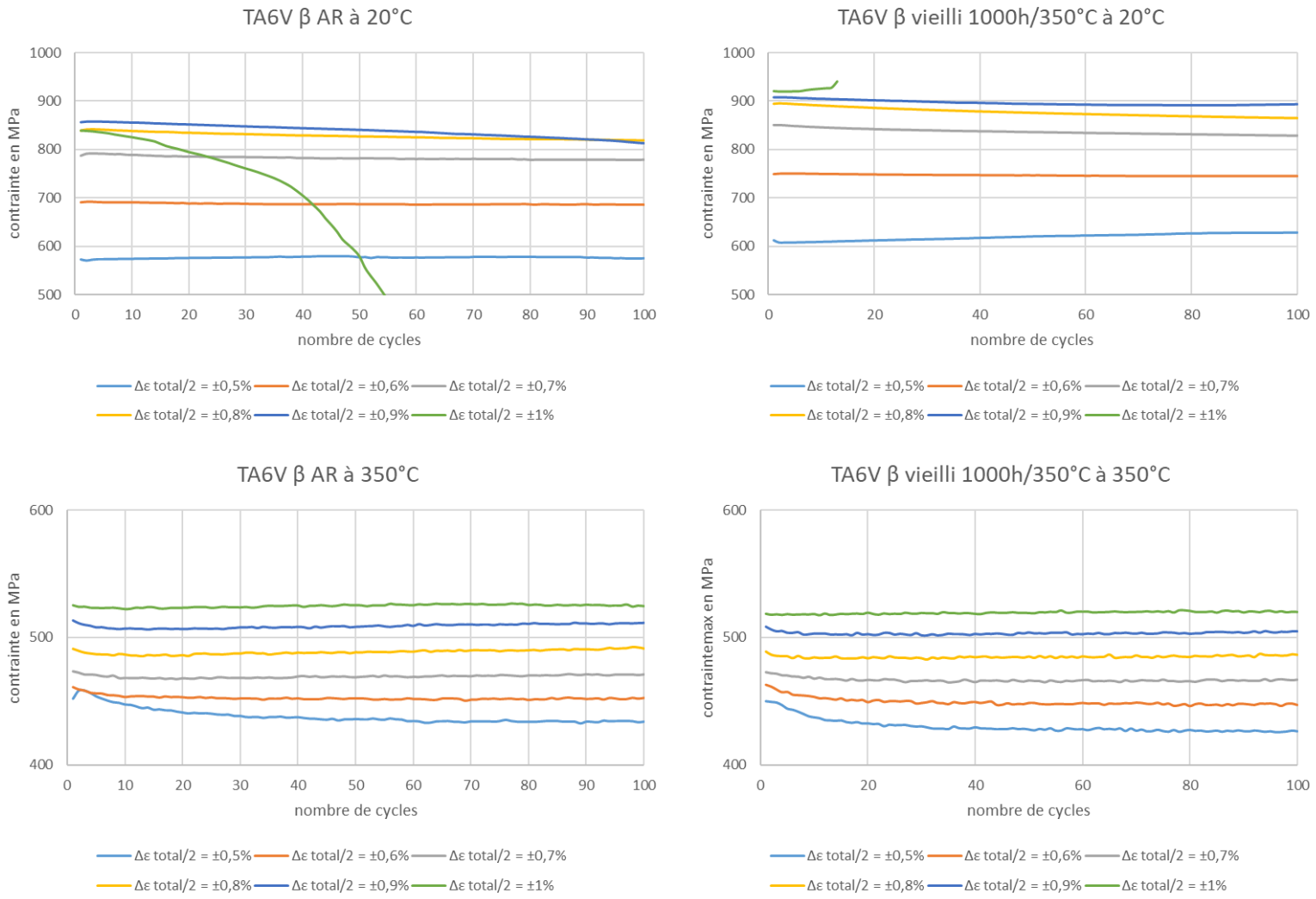



*Figure IV. 8: comparatif de l'évolution de la contrainte max entre l'état de réception et vieilli 1000 h à 350°C, pour le TA6V β*

Précédemment, les mesures de déformation plastique maximale à température ambiante ont permis de noter une différence marquée entre le Ti 17 à l'état de réception et vieilli 1000 h à 450°C. En comparaison, l'augmentation des niveaux de contrainte liée au vieillissement est relativement faible au sein du Ti 17. L'adoucissement cyclique marqué apparait au palier de déformation totale à $\Delta\varepsilon_t/2$=0.9% pour l'état de réception comme pour l'état vieilli 1000 h à 350°C. Dans l'état vieilli 1000 h/450°C cependant, il faut attendre le dernier palier de déformation à $\Delta\varepsilon_t/2$=1% pour voir cet adoucissement cyclique se développer comme l'indique la Figure IV. 9. Ceci concorde avec ce qui a pu être constaté quant au seuil d'apparition de la déformation plastique maximale, retardé dans le cas vieilli 1000 h/450°C par rapport aux autres cas.

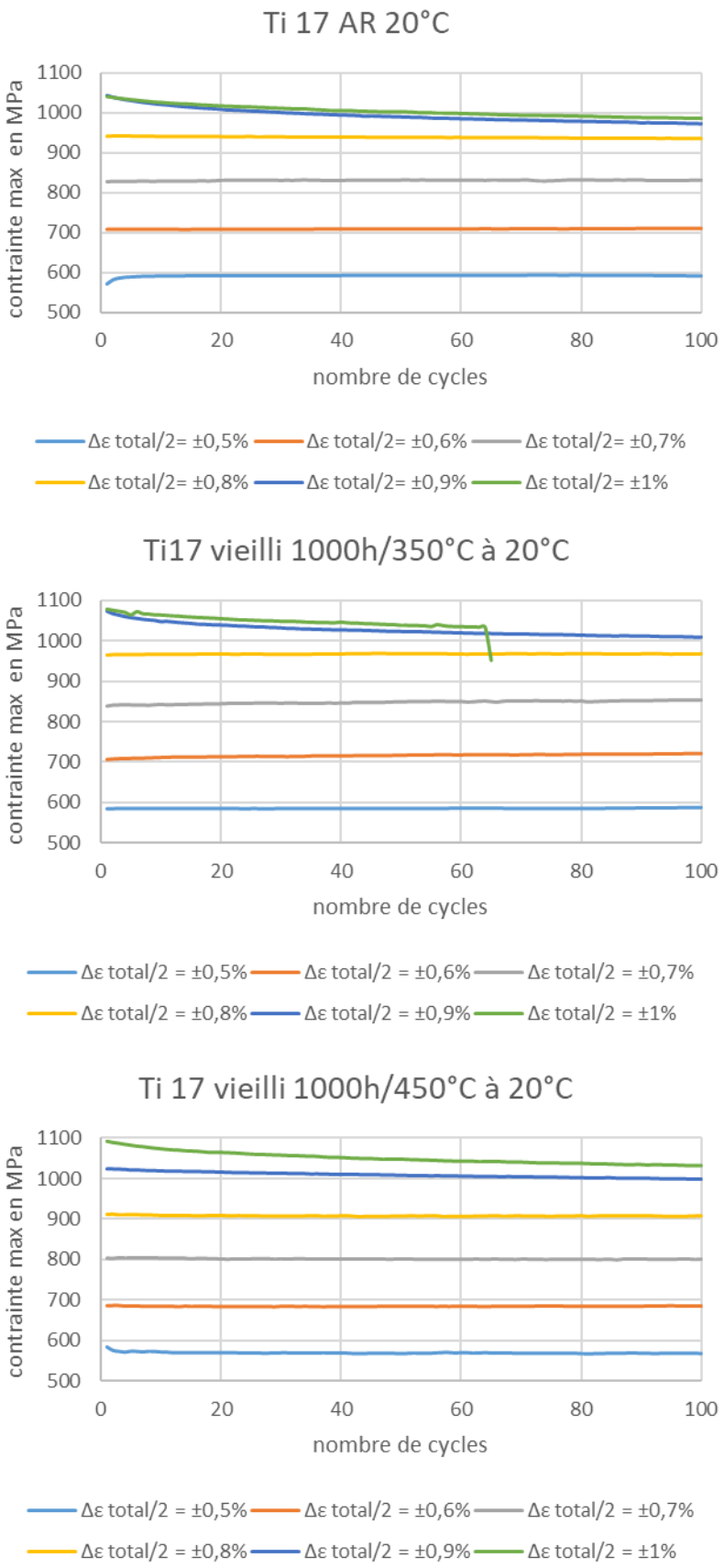



*Figure IV. 9: comparatif de l'évolution de la contrainte max entre les états de réception et vieillis, pour le Ti 17 testé à température ambiante*

Les contraintes maximales mesurées lors de la déformation cyclique à haute température du Ti 17 vieilli, sont synthétisées au sein de la Figure IV. 10. Ces mesures ne révèlent que peu de différences entre l'état de réception et l'état vieilli 1000 h à 350°C. L'effet du vieillissement sur les contraintes, déjà faible à température ambiante, reste peu marqué à haute température. Seul l'alliage Ti 17 vieilli 1000 h à 450°C montre une légère augmentation des niveaux de contraintes vis-à-vis de l'état de réception.

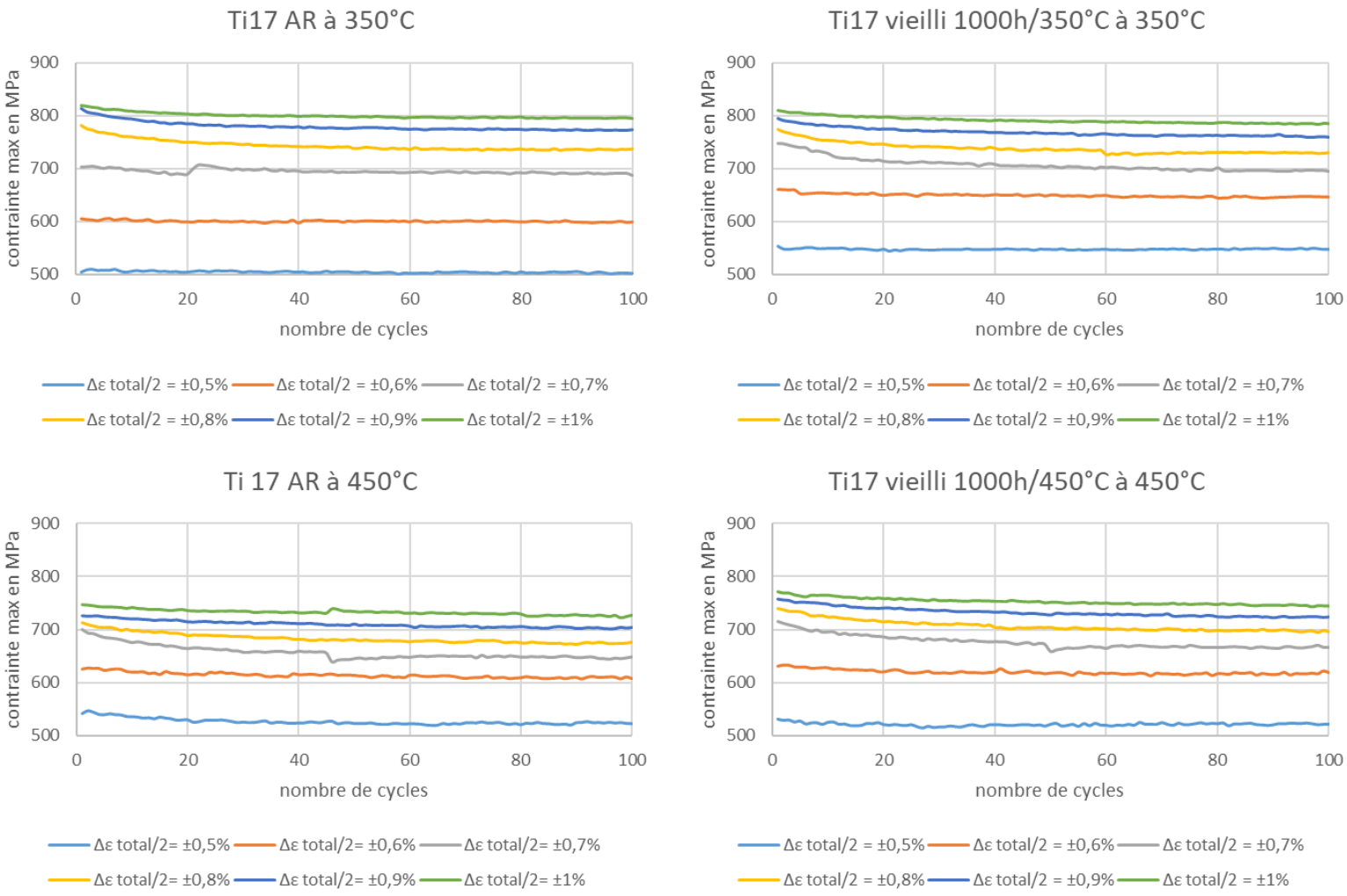



*Figure IV. 10: comparatif de l'évolution de la contrainte max entre les états de réception et vieillis, pour le Ti 17 testé en température*

<u>*Bilan intermédiaire*</u>

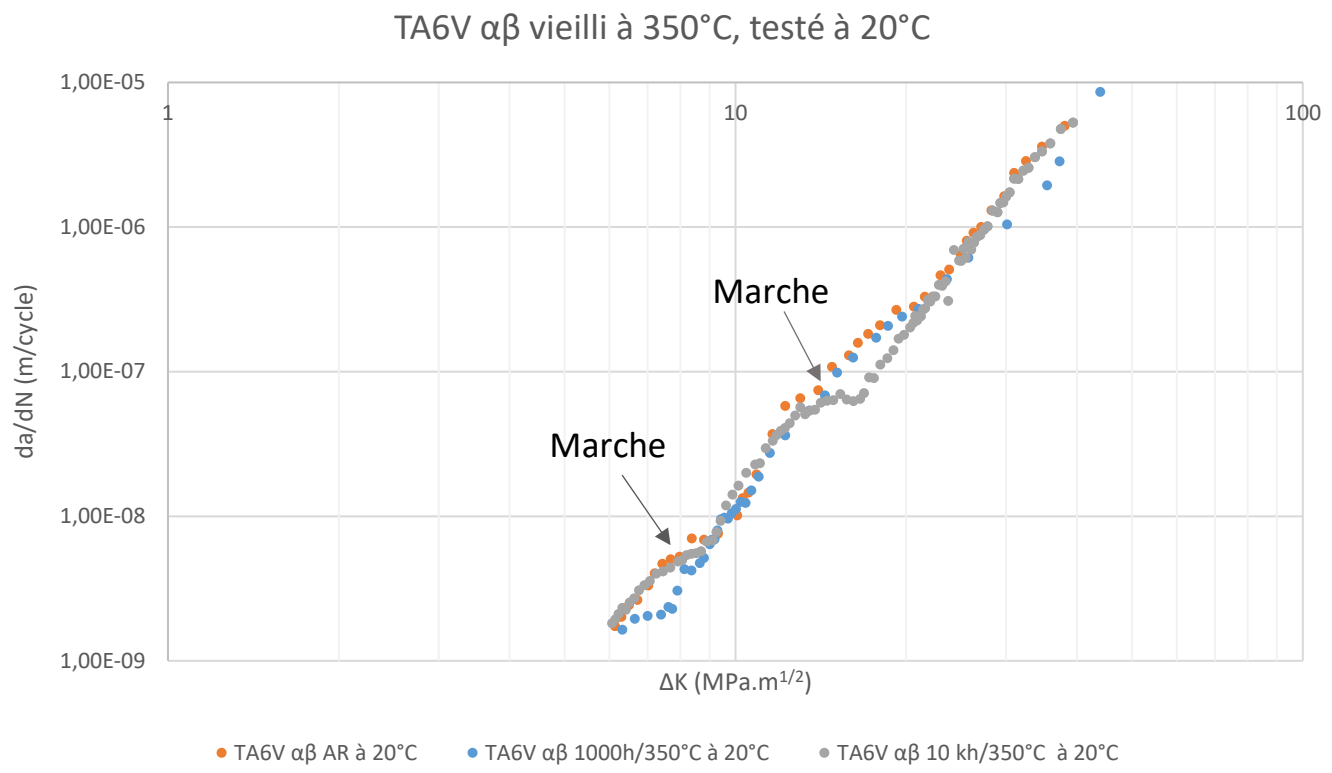
Le bilan qu'il est possible de retirer à ce stade est un effet moins clairement discernable du vieillissement sur les contraintes que dans le cas des mesures de déformation plastique. Cependant, il est d'ores et déjà possible au vu des précédents résultats d'isoler le cas particulier de l'alliage Ti 17 vieilli à 450°C du reste des alliages et conditions de vieillissement, en identifiant ce cas comme la condition montrant une modification décelable et prononcée du vieillissement sur les propriétés en comportement cyclique.

## 4.2. Résultats en fissuration

### 4.2.1. TA6V αβ

Les courbes de fissuration pour le TA6V αβ vieilli puis testé à 20°C et 350°C, sont rapportées sur la Figure IV. 11. A température ambiante comme à 350°C, le vieillissement ne produit pas de modification notable dans les vitesses de fissuration vis-à-vis de l'état de réception. Les courbes da/dN-ΔK restent contenues dans une bande de dispersion relativement restreinte sans divergence marquée entre les états de réception et vieilli. Il est cependant notable pour les essais à température ambiante que des ruptures de pente forment des marches caractéristiques sur les courbes de fissuration du cas vieilli 10 000 h. Ces marches sont représentatives d'une stagnation des vitesses de fissuration à des valeurs de ΔK estimées à environ 9 et 17 $MPa.m^{1/2}$ dans le cas vieilli 10 000 h. Ces marches ont également été observées précédemment dans le chapitre 3 sur les courbes de fissuration l'état de réception à 9 et 12 $MPa.m^{1/2}$ de façon moins marquée cependant. L'influence de la microstructure issue du forgeage, constituant localement des groupements de nodules, avait alors été avancée dans la partie précédente pour justifier un tel phénomène.

La récurrence de ces marches au sein des essais menés sur les conditions vieillies a motivé une observation plus approfondie de la microstructure et de son interaction avec la fissuration. La Figure IV. 12.a montre une observation en microscopie optique de la microstructure du TA6V αβ après attaque au réactif de Kroll, soulignant les paquets de nodules évoqués précédemment et visibles à l'œil nu (flèches). Des observations supplémentaires menées en EBSD et indiquées sur la Figure IV. 12.b permettent de discerner de manière plus nette ses regroupements de nodules, en donnant l'information supplémentaire de leur orientation cristallographique.



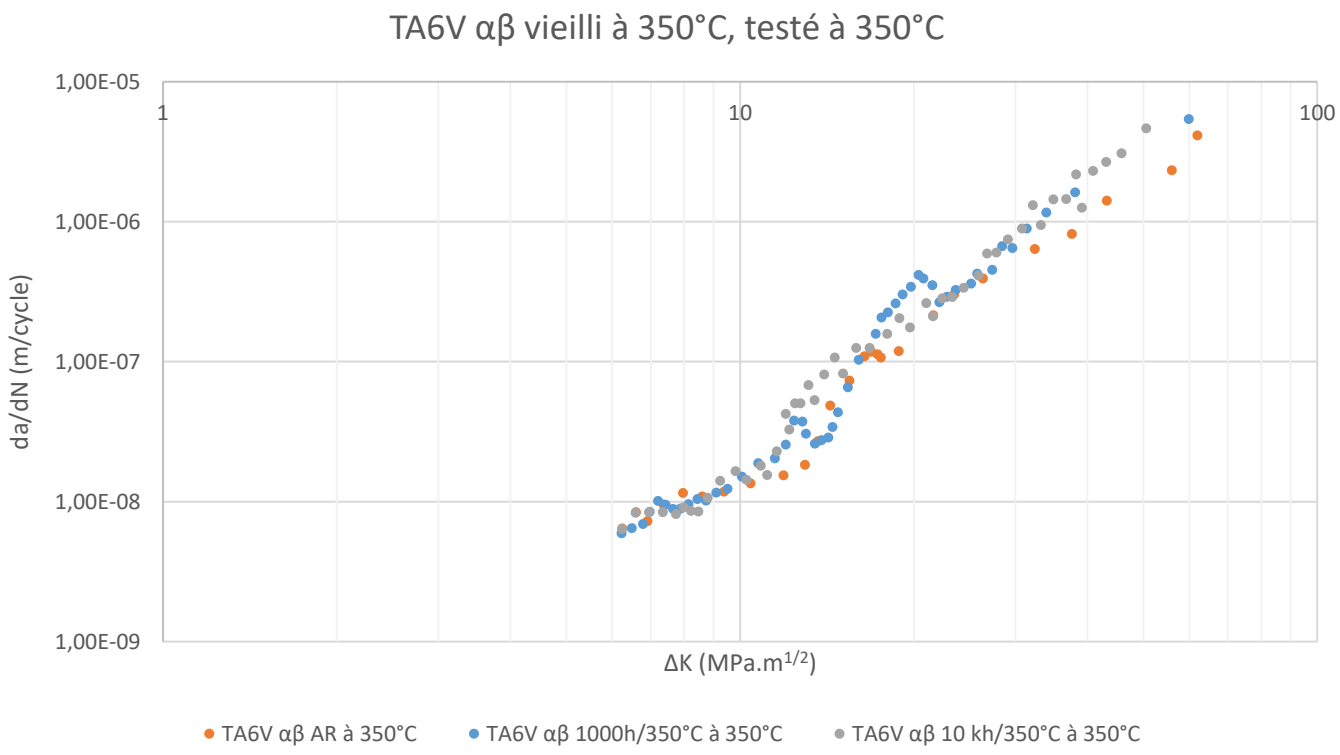




*Figure IV. 11: courbes de fissuration pour les échantillons de TA6V αβ vieillis*

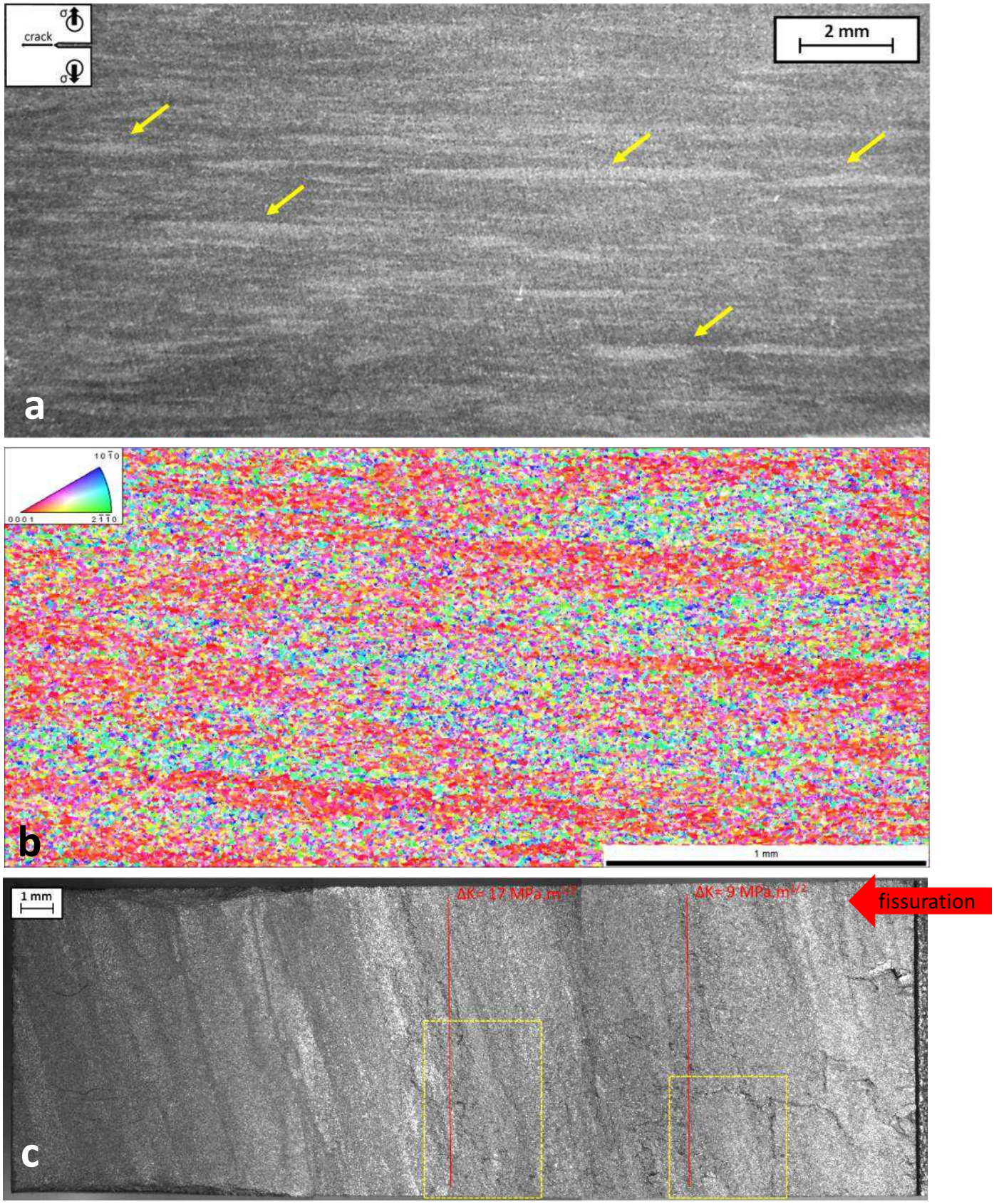



*Figure IV. 12: observations a) au microscope optique des macrozones après attaque chimique, b) en EBSD de ces mêmes macrozones, c) matérialisation de l'interaction de ces macrozones avec la pointe de fissure sous forme de traces et de marches sur l'éprouvette de TA6V αβ vieillie 10 000 h/350°C puis testée à température ambiante. Sens de fissuration de droite à gauche.*

Ces groupements de nodules, écrasés dans la direction perpendiculaire à celle du forgeage, s'étendent sur des longueurs millimétriques, avec une orientation cristallographique similaire. Il en résulte une microstructure texturée, formant des macro-zones. L'existence de telles structures a été rapportée dans les travaux de le Biavant [1] qui les qualifie de structures « fantômes », de dimensions millimétriques, influant sur le comportement en fatigue du matériau. Les travaux de le Biavant ont notamment montré que dans le cas d'une fissure de dimension inférieure à la macro-zone, la fissuration est fortement influencée par :

- L'hétérogénéité des densités d'amorçage de fissures au sein des macro-zones, liée à leurs différentes orientations cristallographiques.
- Les interfaces entre macro-zones constituant un obstacle microstructural à la propagation de fissure ?

La Figure IV. 13 montre la présence de macrozones après observation EBSD d'un alliage TA6V forgé [2], les macro-zones faisant référence aux groupements de nodules α dont le plan basal (0001) est orienté suivant la direction Y (couleur rouge). Duval [3] rapporte que ces macro-zones sont responsables d'un abaissement de durée de vie en fatigue, dû à l'amorçage précoce de fissures au sein de macro-zones favorisant le glissement basal.

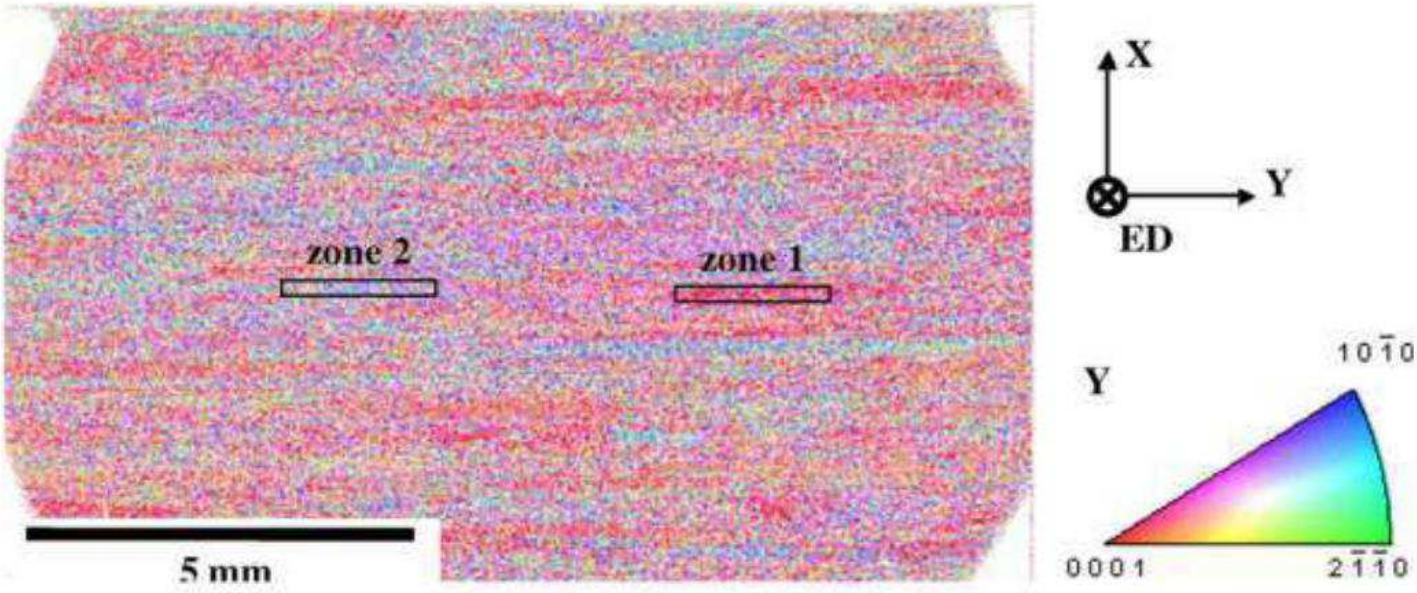



*Figure IV. 13: observations EBSD menées sur un alliage TA6V forgé, montrant la présence de macro-zones [2]*

L'interaction de ces macro-zones avec la zone plastique (process zone) en pointe de fissure est considérée ici comme l'origine des marches précédemment évoquées sur les courbes de fissuration. La

désorientation cristallographique des grains entre une macro-zones et les grains avoisinants observée en EBSD ralentirait l'avancée de fissure en produisant lesdites marches.

Les Figure IV. 12.c et Figure IV. 14.c montrent une macrographie du faciès de rupture de l'éprouvette vieillie 10 000 h testée à 20°C, en reportant sur le faciès les longueurs de fissure où se produisent les marches. Il est possible d'associer, à l'emplacement de ces valeurs de ΔK, l'apparition de traces formant des formes écrasées dans la direction perpendiculaire à celle du forgeage et de dimension millimétrique, similaire à celle des macro-zones, soulignant une interaction de la fissure avec ces macro-zones d'orientation particulière.

Les faciès de rupture des éprouvettes vieillies testées à 350°C sont également présentées sur la Figure IV. 15, en y plaçant les emplacements des ruptures de pentes observées sur les courbes de fissuration.

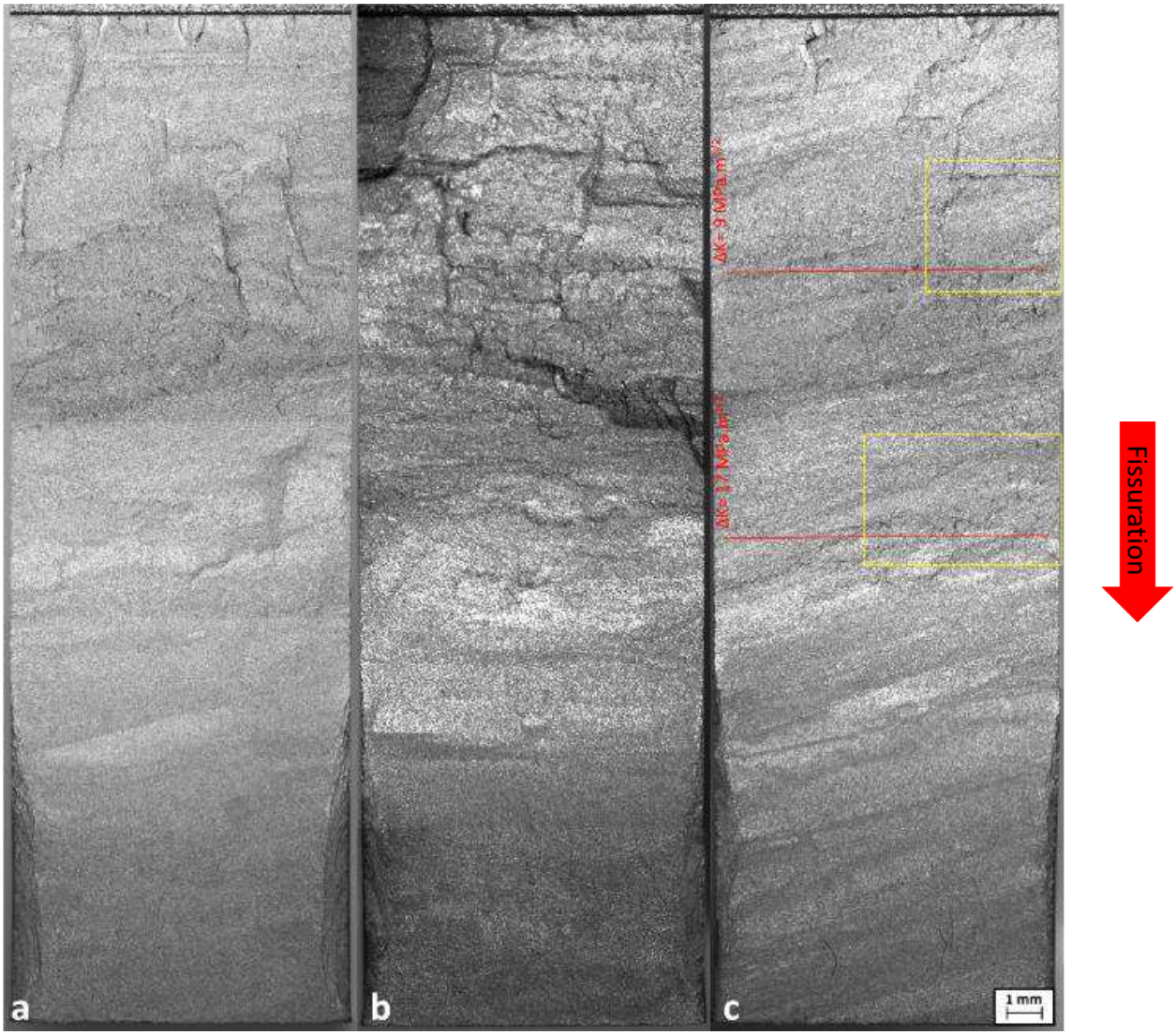



*Figure IV. 14: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de TA6V αβ testées à température ambiante : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h à 350°C, c) vieilli 10 000 h à 350°C. Sens de fissuration de haut en bas.*

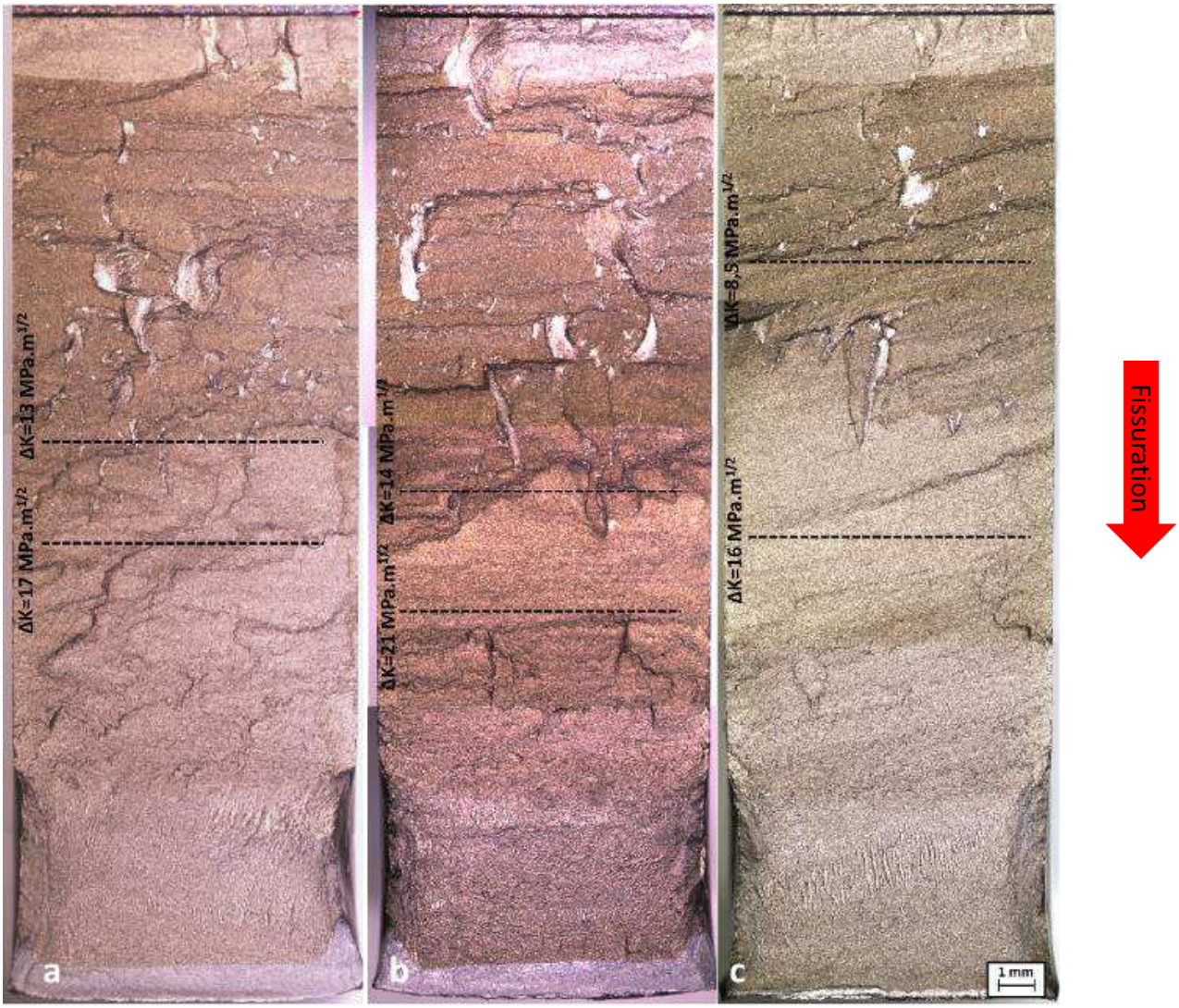
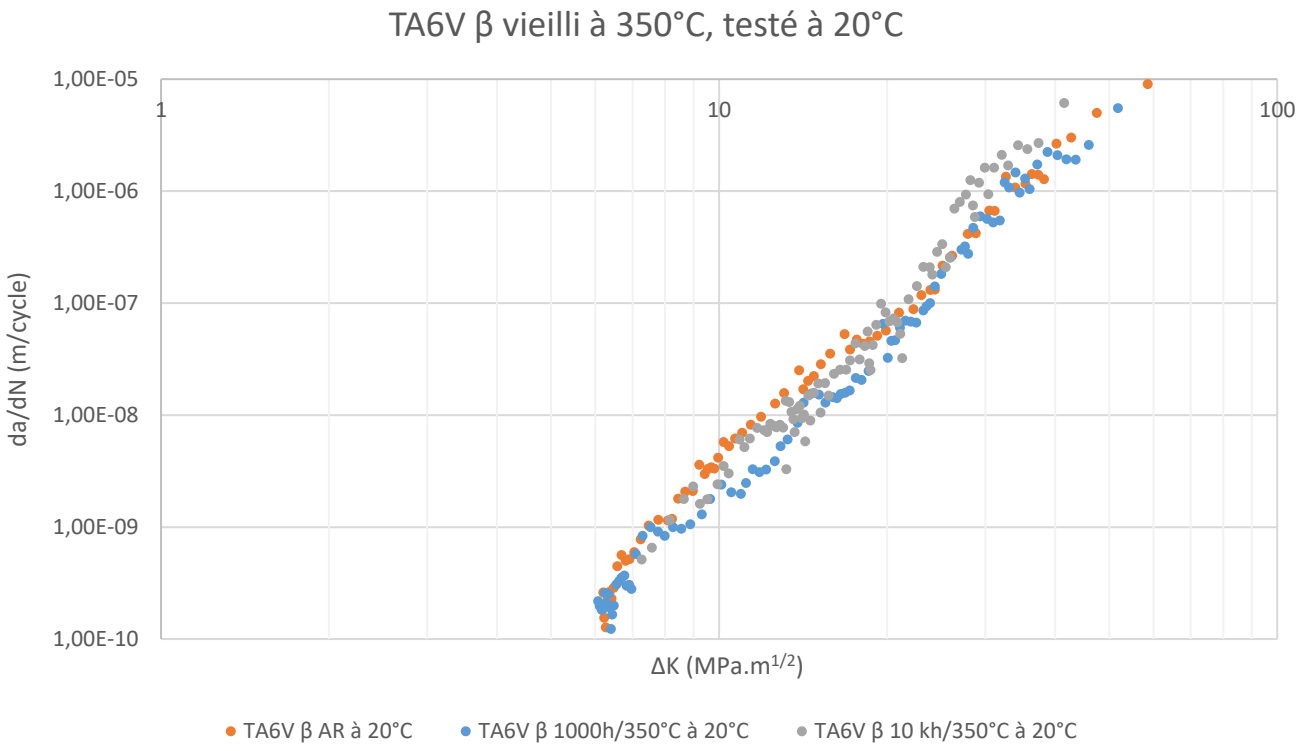



*Figure IV. 15: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de TA6V αβ testées à 350°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h à 350°C, c) vieilli 10 000 h à 350°C. Les emplacements des ruptures de pente sont reportés en pointillés. Sens de fissuration de haut en bas.*

### 4.2.2. TA6V β

L'absence d'effet notable du vieillissement sur la résistance à la fissuration par fatigue est également vérifiée dans le cas du TA6V β, dont les courbes de fissuration relatives aux matériaux vieillis sont rapportées sur la Figure IV. 16. La superposition des nuages de points témoigne de comportements en fissuration similaire ainsi que d'une bonne reproductibilité des essais, avec peu de dispersion. Les ruptures de pente visibles pour les essais à haute température se produisent de manière identique pour toutes les conditions de vieillissement. A ce stade, la conclusion de ces résultats est un effet négligeable du vieillissement à 350°C sur les propriétés en fissuration et une prédominance de l'effet de la microstructure initiale sur ces propriétés. Les macrographies des faciès de rupture regroupées sur les

Figure IV. 17 et Figure IV. 18 n'indiquent pas de différences notables, avec un faciès conservant un relief accidenté et de nombreuses facettes de nature cristallographique.



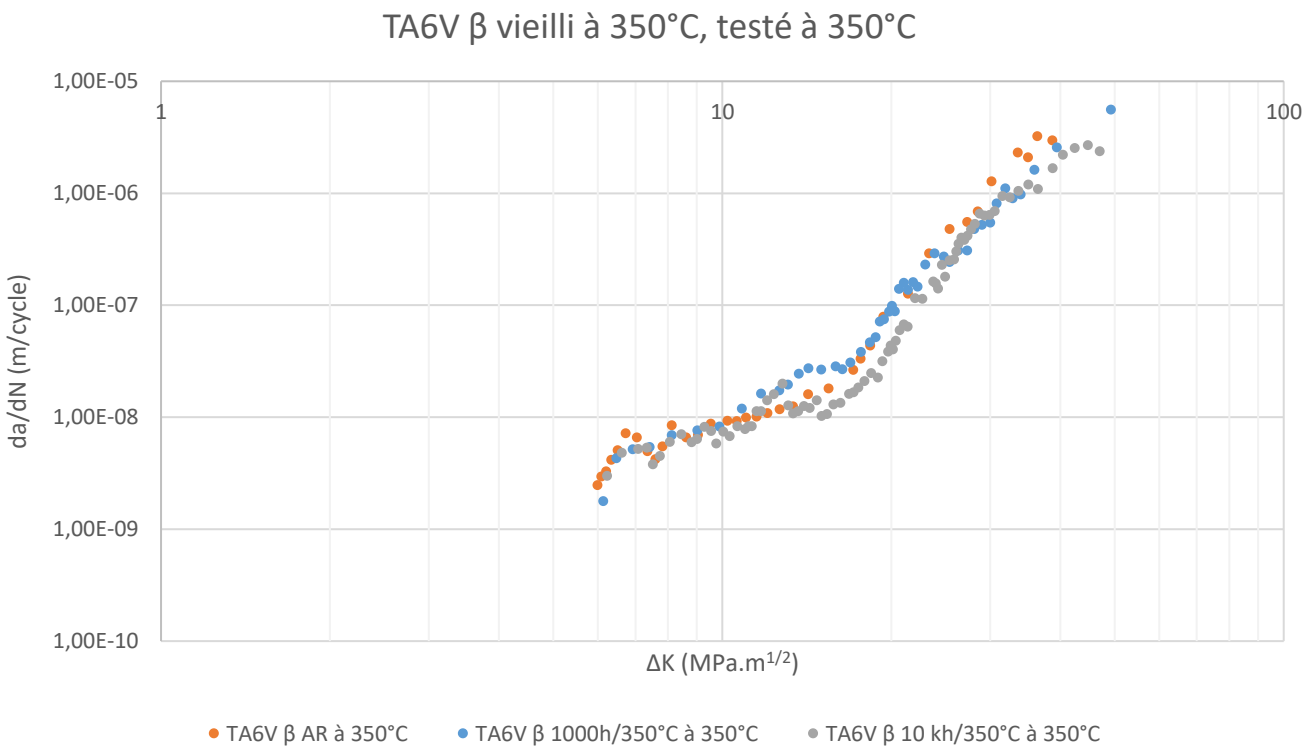




*Figure IV. 16: courbes de fissuration pour les échantillons de TA6V β vieillis*

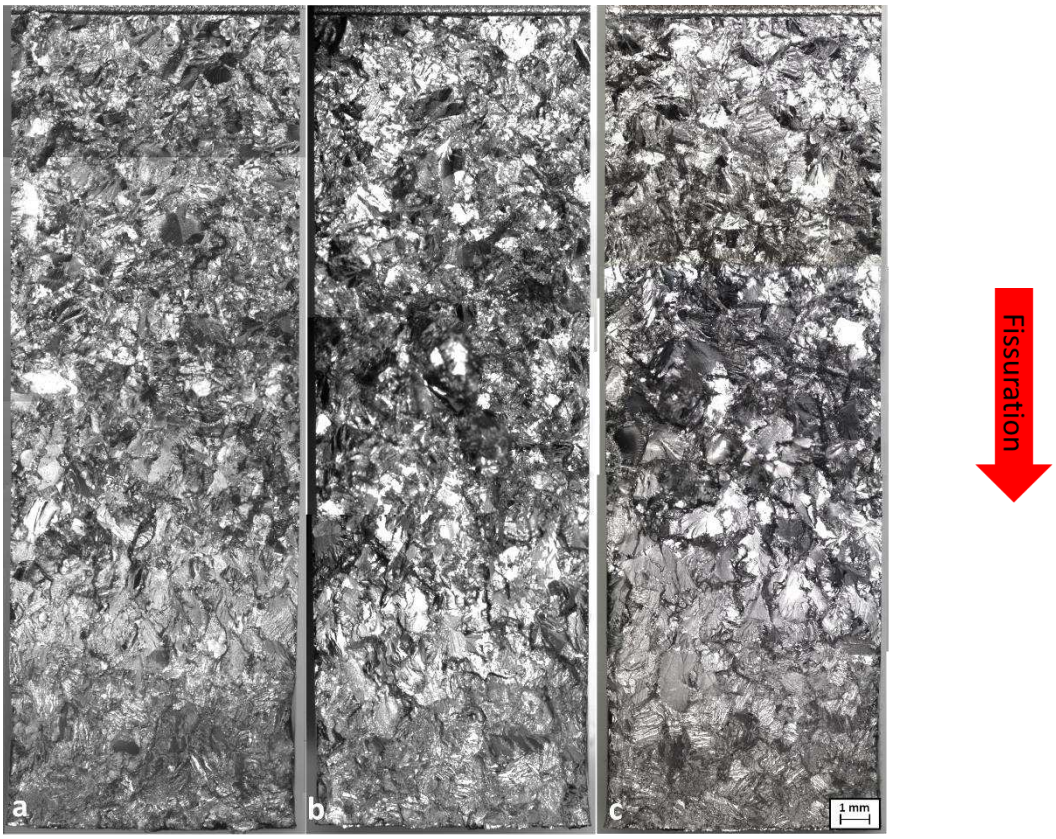



*Figure IV. 17: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de TA6V β testées à température ambiante : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h à 350°C, c) vieilli 10 000 h à 350°C. Sens de fissuration de haut en bas.*

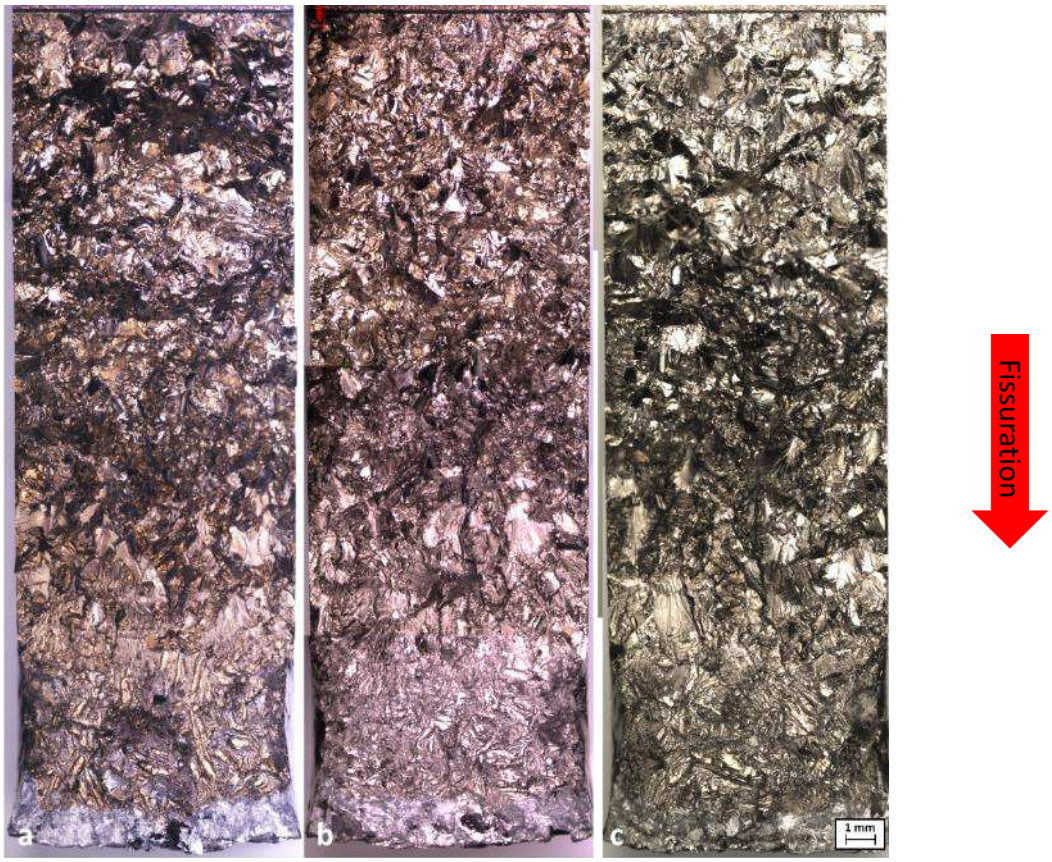



*Figure IV. 18: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de TA6V β testées à 350°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h à 350°C, c) vieilli 10 000 h à 350°C. Sens de fissuration de haut en bas.*

### 4.2.3. Ti6242

Le Ti 6242 vieilli à 450°C et 500°C se distingue des alliages précédents avec un effet discernable mais modéré du vieillissement sur la résistance à la fissuration à 20°C, dans le domaine restreint des vitesses de propagation supérieures à $10^{-7}$ m/cycle et pour des valeurs de ΔK élevées, au-delà de ΔK=17 MPa.m$^{1/2}$ : en effet, au-delà de cette valeur de ΔK, les courbes relatives aux états vieillis divergent de l'état de réception comme l'indique la Figure IV. 19. La divergence semble plus marquée à mesure que la durée et la température de vieillissement s'accroissent.

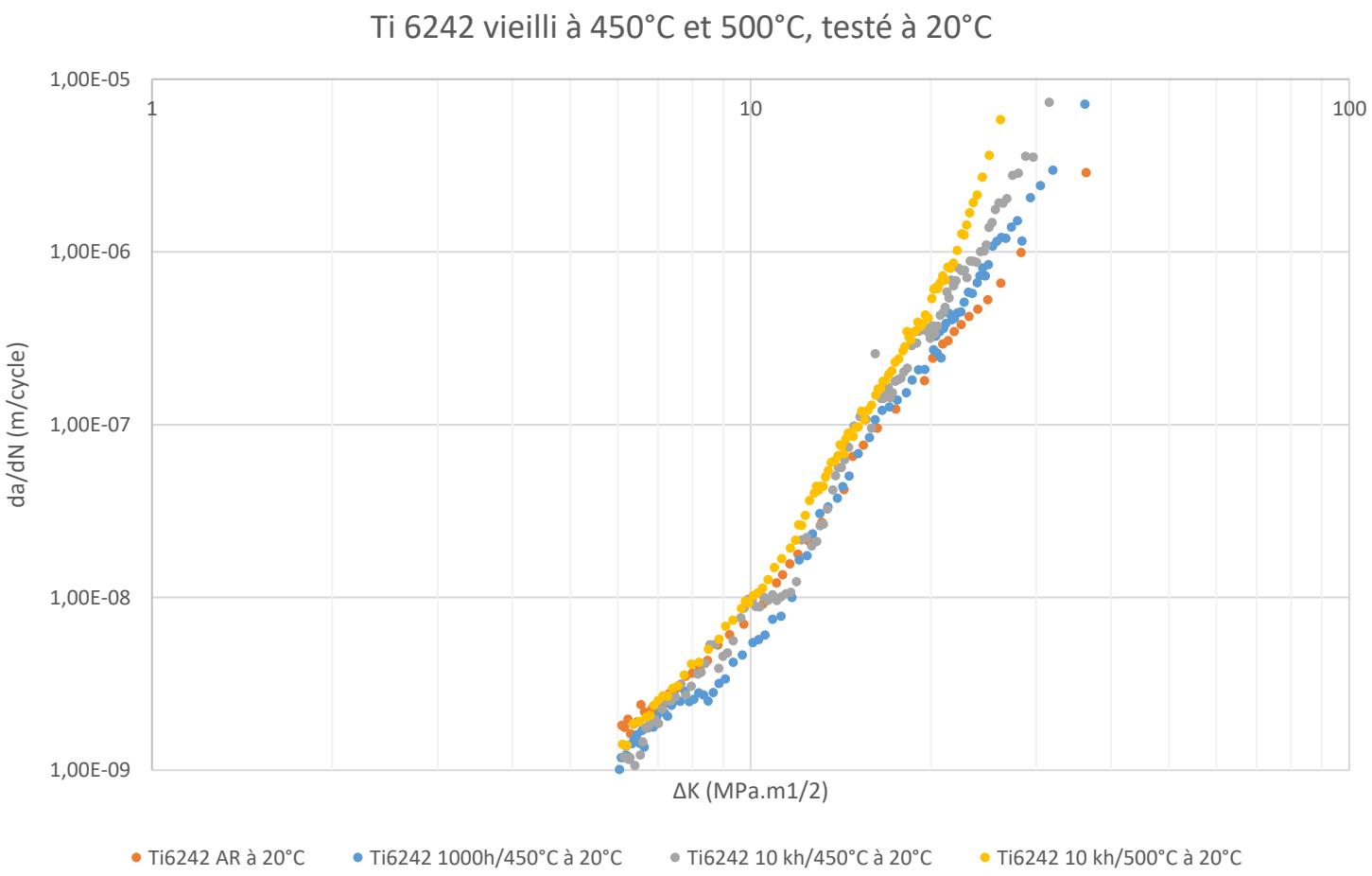


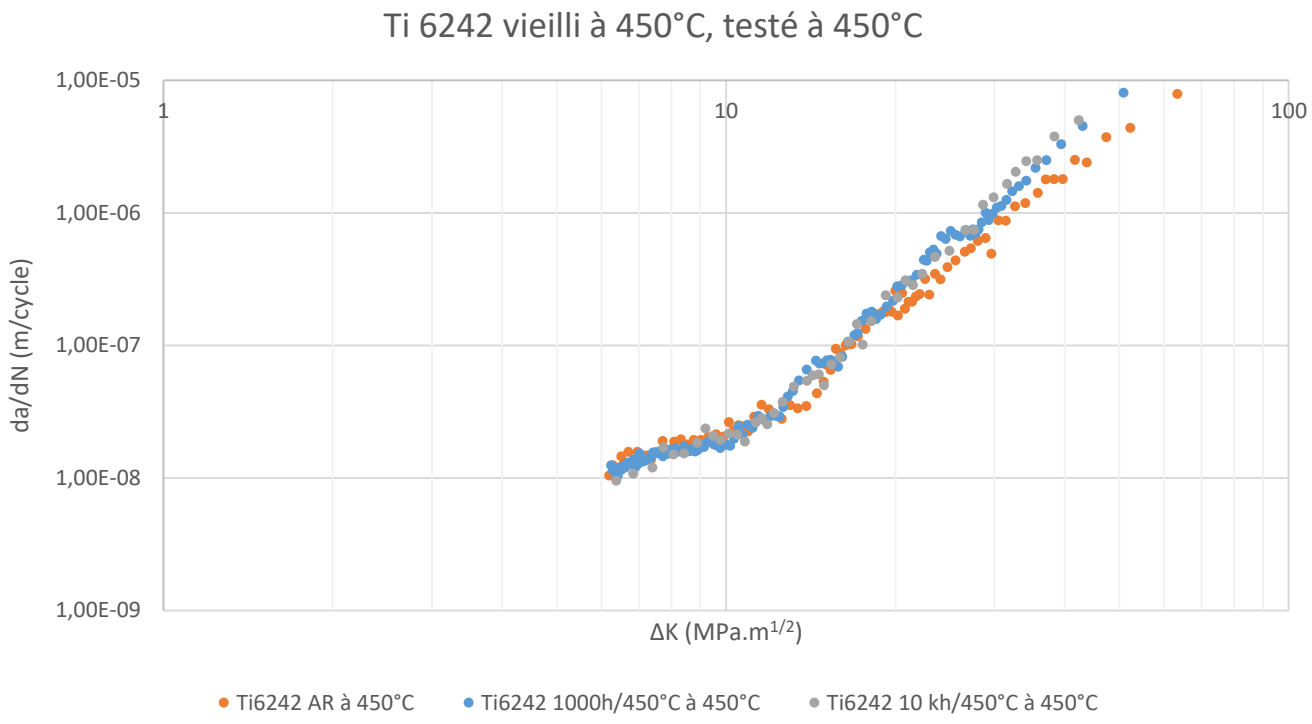

*Figure IV. 19: courbes de fissuration pour les échantillons de Ti6242 vieillis, testés à température ambiante*

A haute température, l'effet du vieillissement est également présent dans la région supérieure du domaine de Paris, soit pour des valeurs de ΔK supérieures à 20 MPa.m$^{1/2}$. Ce constat est illustré sur la Figure IV. 20. En deçà de cette valeur de ΔK, les comportements des différents états restent identiques, avec notamment la récurrence du palier précédant une rupture de pente autour de 14 MPa.m$^{1/2}$, rapportée précédemment dans la partie des résultats à l'état de réception.

Même si un effet du vieillissement a été décelé sur les courbes de fissuration, les macrographies des surfaces de rupture ne permettent pas d'identifier des différences majeures, ni de lien précis entre l'augmentation des vitesses de fissuration à fort ΔK et une modification significative du mécanisme de propagation associé. Les faciès de rupture des éprouvettes vieillies montrent sur la Figure IV. 21 une surface légèrement bosselée vis-à-vis de l'état de réception, cette dernière condition se caractérisant par un faciès plat, régulier, d'aspect lisse avec une multitude de facettes submillimétriques assimilables aux nodules alpha rompus. La comparaison entre l'état de réception et l'état vieilli 10 000 h à 500°C, qui constitue pourtant la condition de vieillissement extrême, présente de fortes similitudes.

En température, les éprouvettes vieillies à 450°C et testées à 450°C montrent sur la Figure IV. 22 le même type de rupture à l'échelle macroscopique que leur homologue à l'état de réception. Il en est de même pour les éprouvettes vieillies à 500°C et testées à cette même température, comme illustré sur la Figure IV. 23.

Concernant le Ti6242 vieilli, il n'est donc pas possible d'établir de lien entre les modifications de la résistance à la fissuration, et des changements décelables à l'échelle macroscopique des modes de rupture.



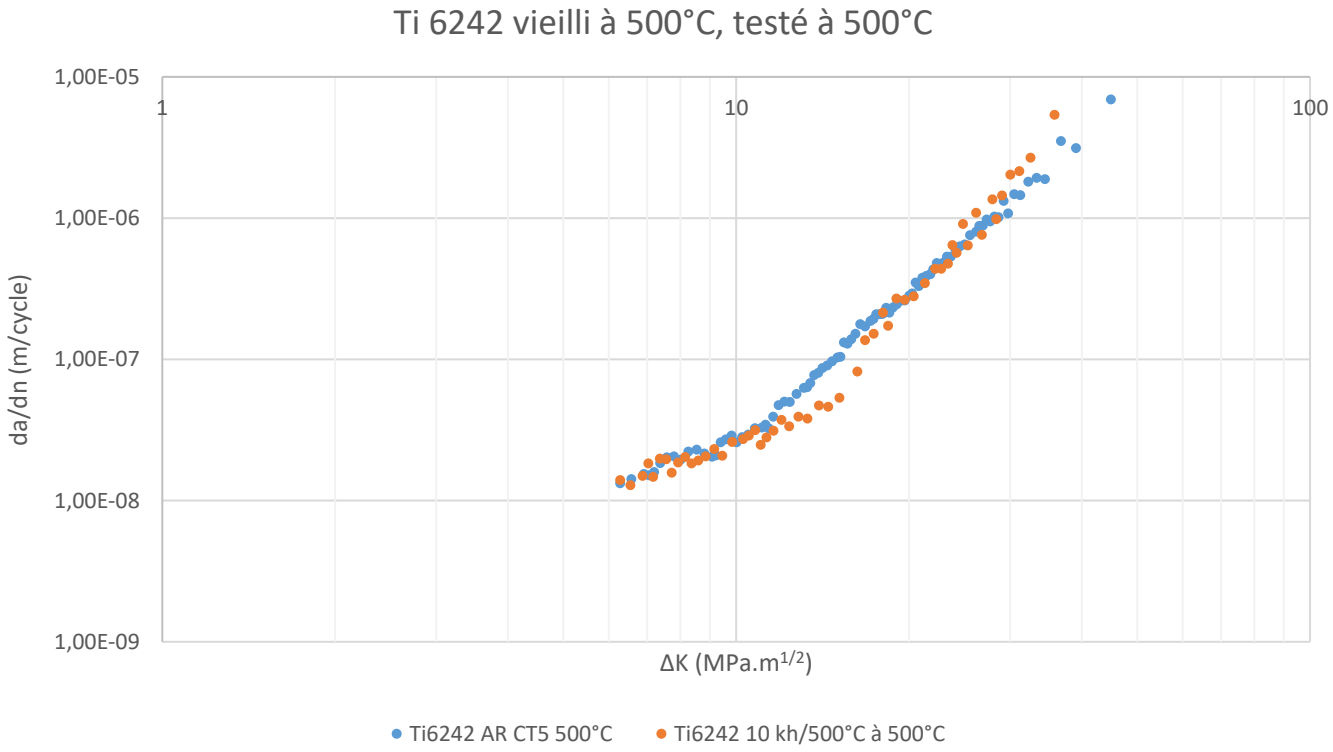




*Figure IV. 20: courbes de fissuration pour les échantillons de Ti6242 vieillis, testés en température*

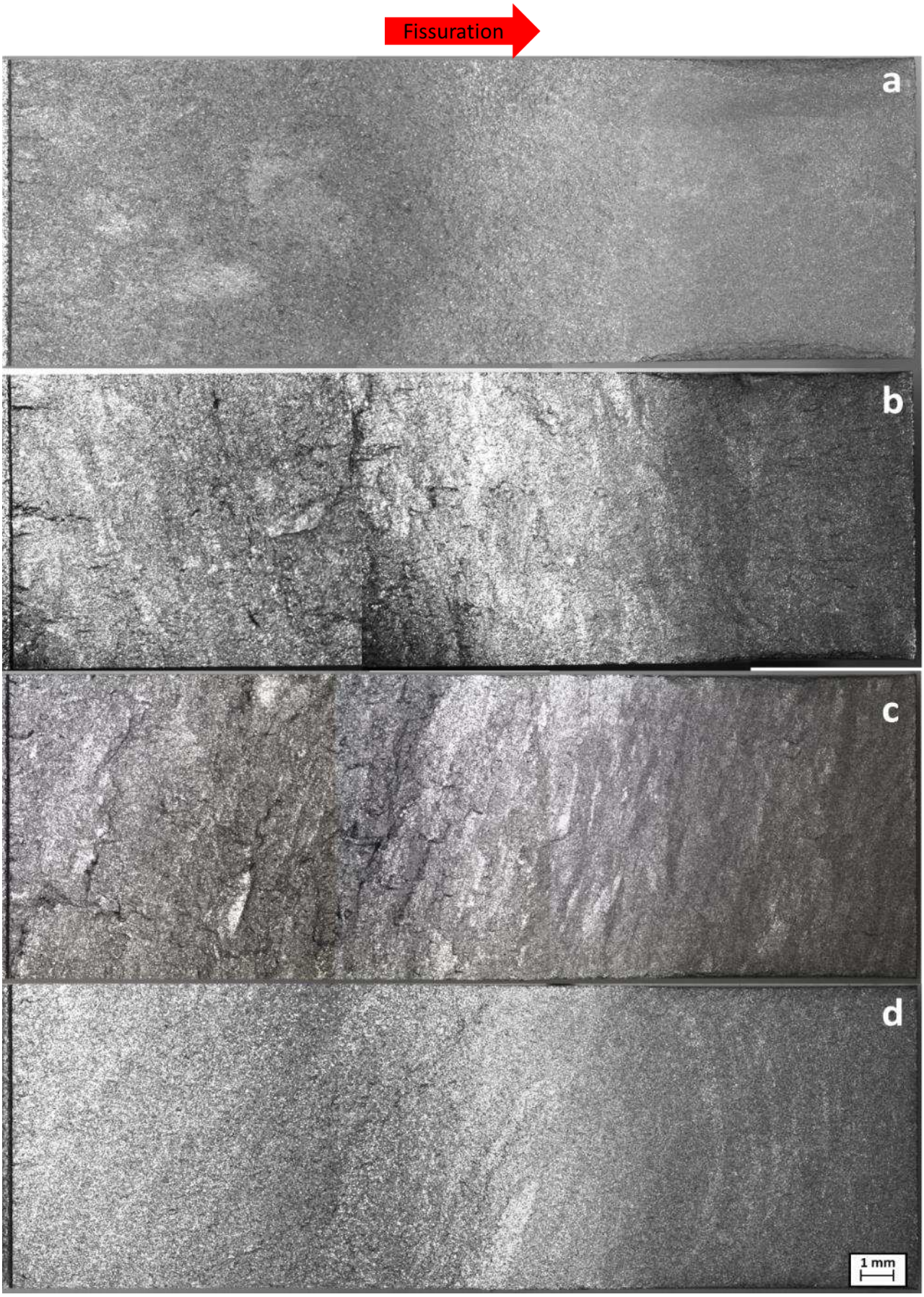



*Figure IV. 21: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti6242 testées à 20°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h à 450°C, c) vieilli 10 000 h à 450°C, d) vieilli 10 000 h à 500°C. Sens de fissuration de gauche à droite.*

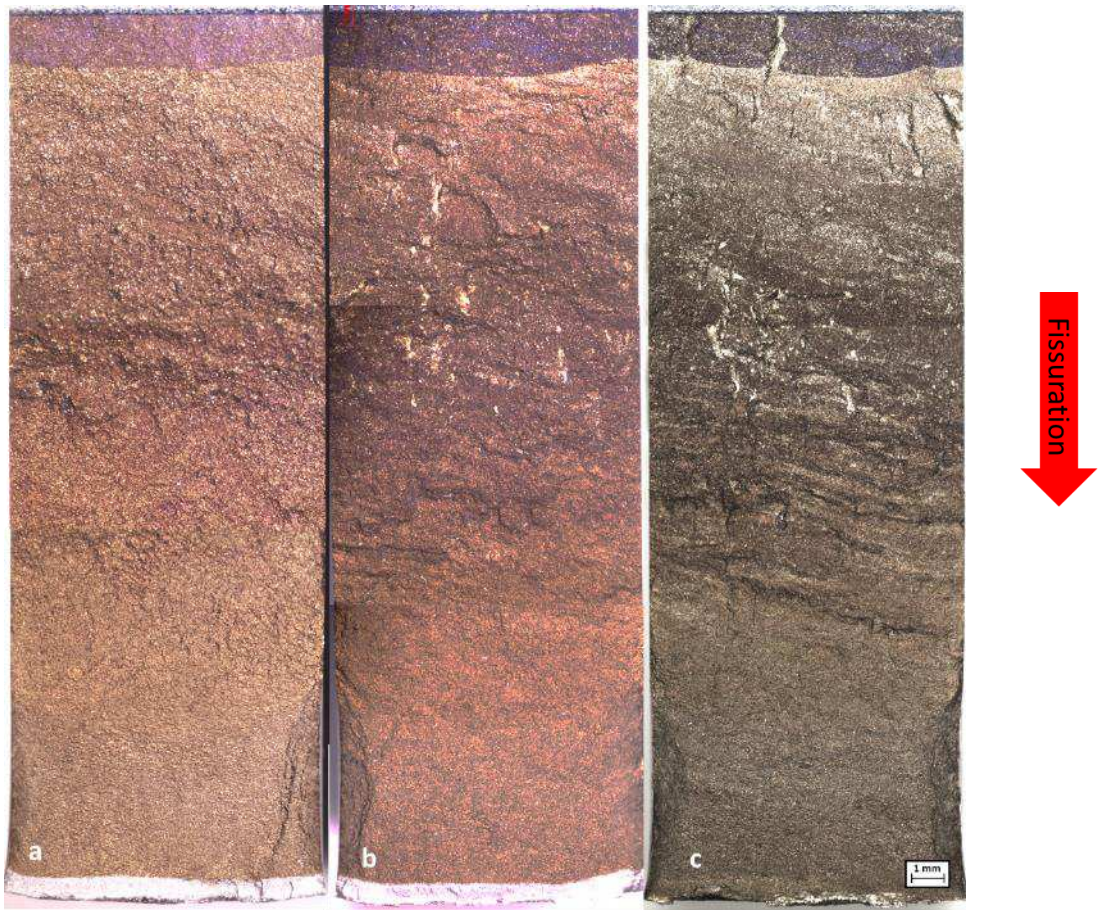



*Figure IV. 22: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti6242 testées à 450°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h à 450°C, c) vieilli 10 000 h à 450°C. Sens de fissuration de haut en bas.*

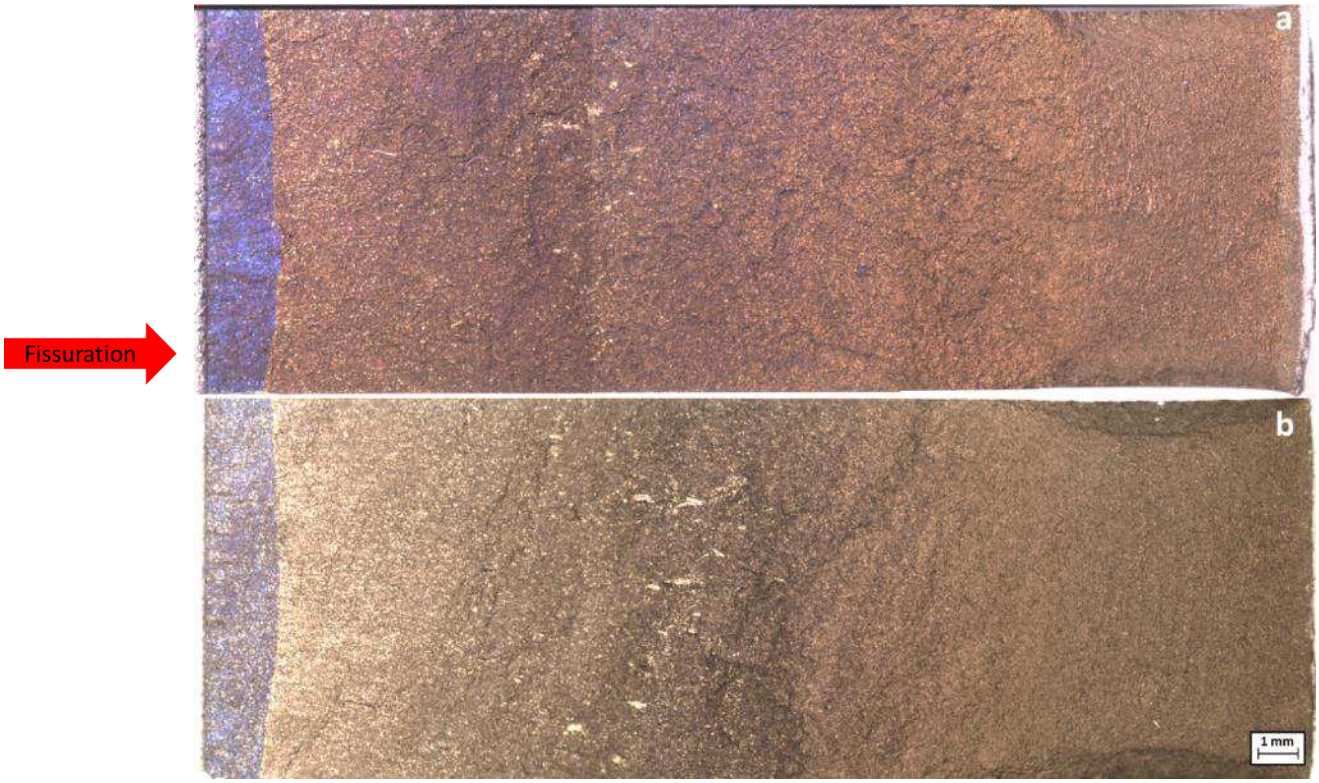
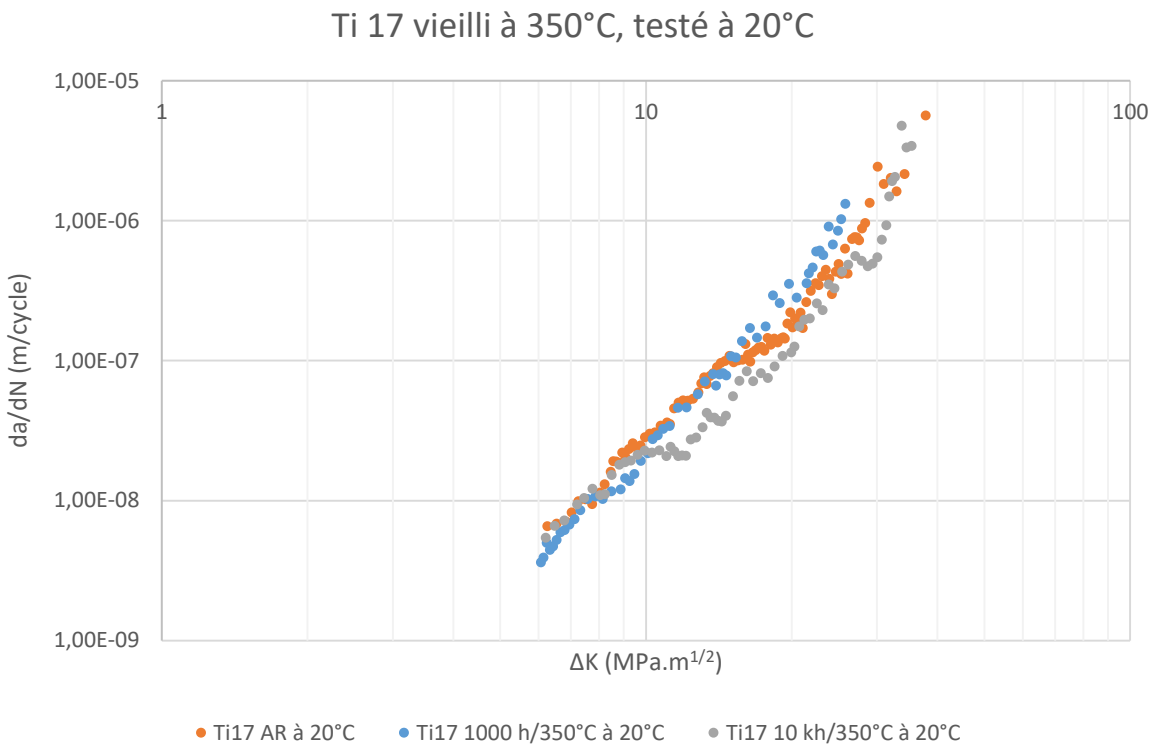



*Figure IV. 23: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti6242 testées à 500°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 10 000 h à 500°C. Sens de fissuration de gauche à droite.*

### 4.2.4. Ti17

Les courbes de fissuration à température ambiante de l'alliage Ti 17 vieilli à 350°C sont contenues dans un faisceau de points restreint autour de la courbe décrivant le comportement à l'état de réception. En particulier, les états vieillis montrent la même pente dans le domaine de Paris et aucune divergence marquée avec l'état de réception. Cette tendance est conservée en température comme l'indique la Figure IV. 24. L'examen des faciès de rupture à l'échelle macroscopique ne montre également aucune différence notable, aussi bien à température ambiante (Figure IV. 25) qu'à 350°C (Figure IV. 26).

Cependant, à l'instar des résultats de comportement cyclique, le vieillissement à 450°C produit des modifications notables dans le comportement en fissuration par fatigue à température ambiante. En effet, même si les courbes des cas vieillis se superposent avec celle du cas à l'état de réception aux faibles valeurs de $\Delta K$, dans le cas vieilli 1000 h, au-delà d'une valeur de $\Delta K$ critique notée $\Delta K_{cr}$, la vitesse de propagation de fissure est plus élevée dans le cas du matériau vieilli. Cette élévation des vitesses de propagation au-delà de $\Delta K_{cr}$ se produit de sorte que la courbe da/dN-$\Delta K$ de l'état vieilli diverge progressivement de celle de l'état de réception, traduisant un effet « fragilisant » du vieillissement. Une augmentation similaire des vitesses de propagation est observée après 10 000 h de vieillissement, mais elle intervient à des valeurs de $\Delta K_{cr}$ plus basses. Il en résulte une disposition de courbes de fissuration en « éventail », avec des écarts d'autant plus marqués que les conditions de vieillissement deviennent sévères en termes de durée. Ces constats sont illustrés sur la Figure IV. 27.



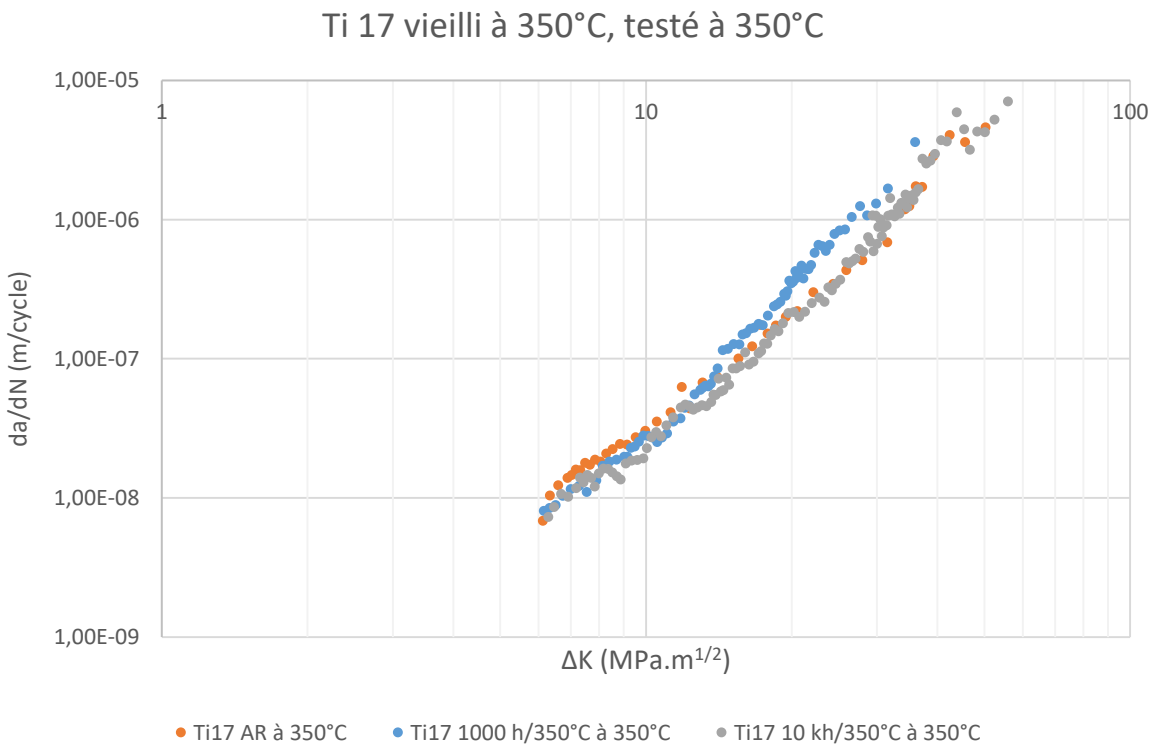




*Figure IV. 24 : courbes de fissuration pour les échantillons de Ti 17 vieillis à 350°C*

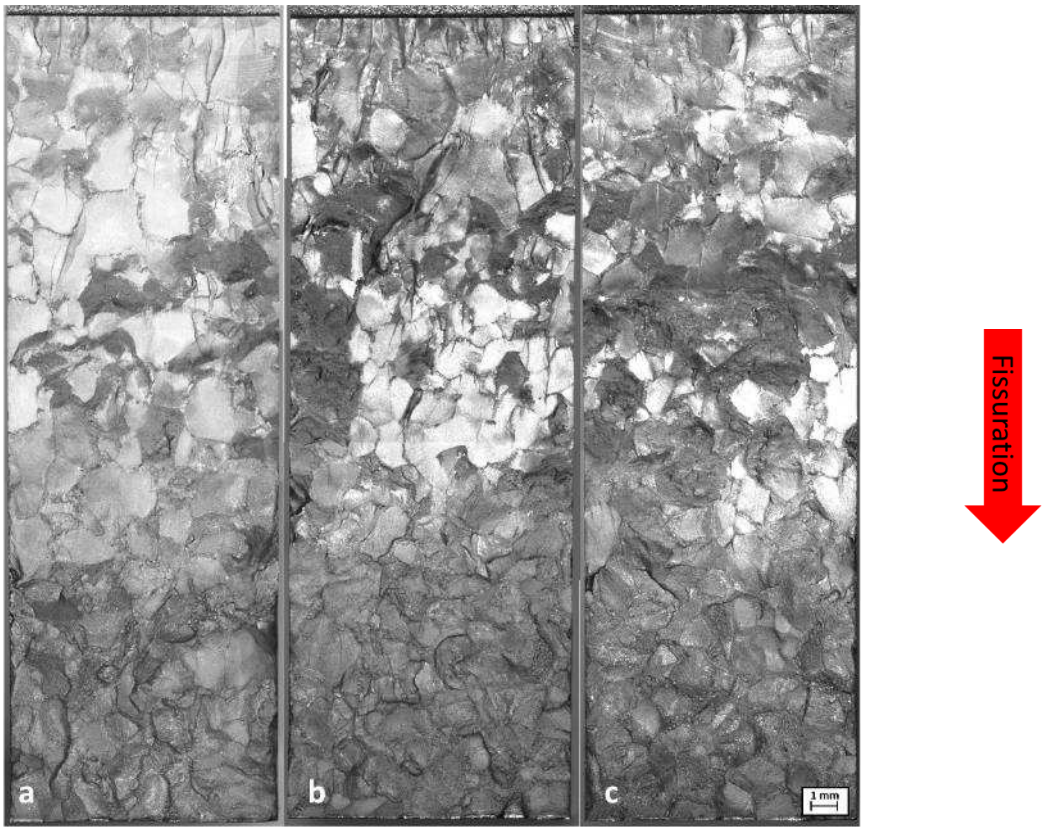



*Figure IV. 25: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti 17 vieillies à 350°C puis testées à 20°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h, c) vieilli 10 000 h. Sens de fissuration de haut en bas.*

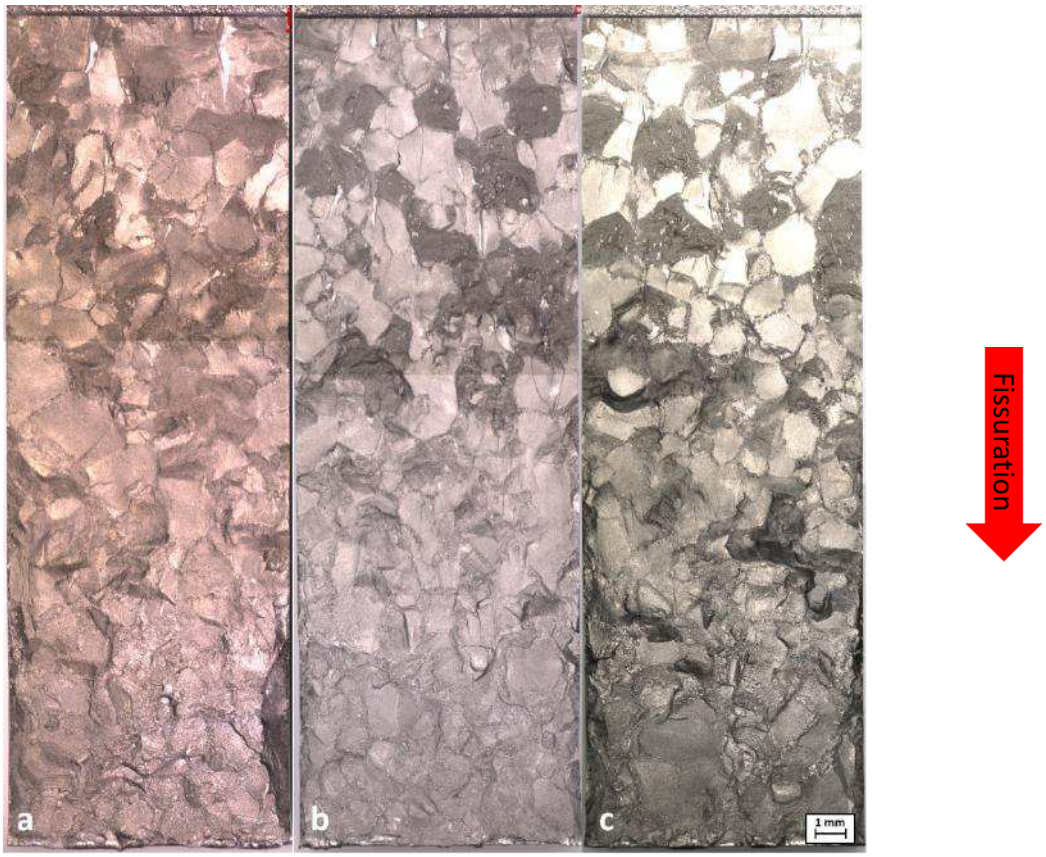
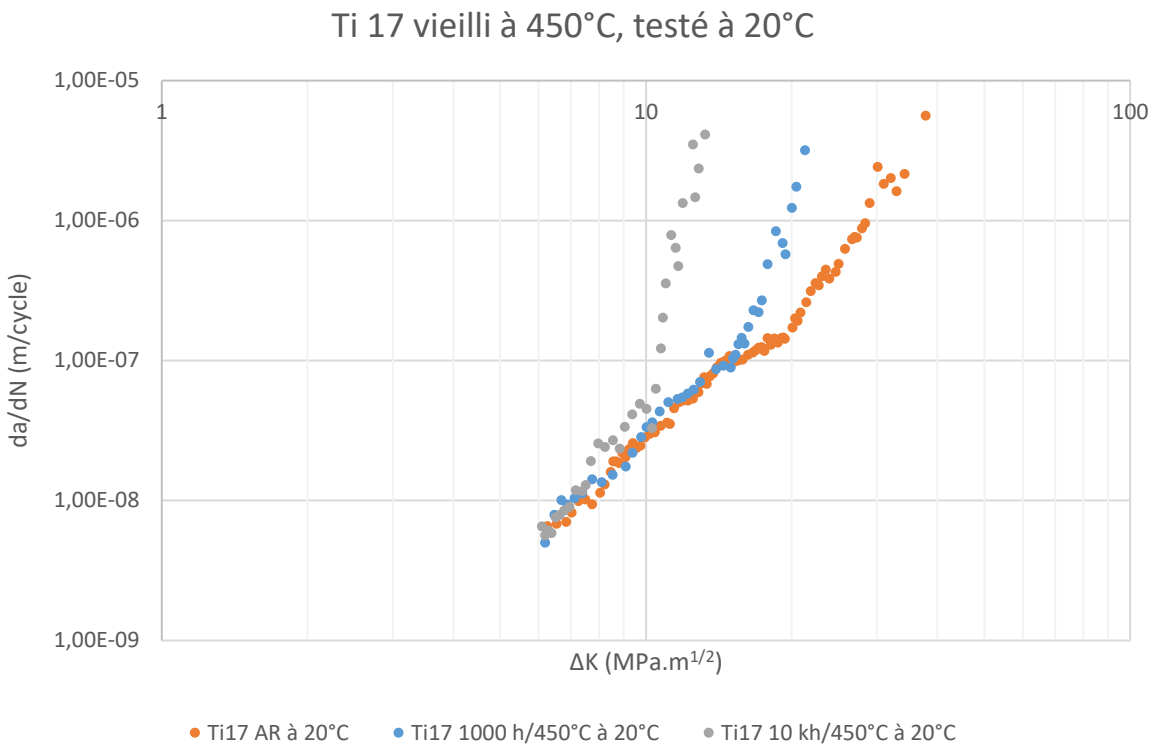



*Figure IV. 26: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti 17 vieillies à 350°C puis testées à 350°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h, c) vieilli 10 000 h. Sens de fissuration de haut en bas.*



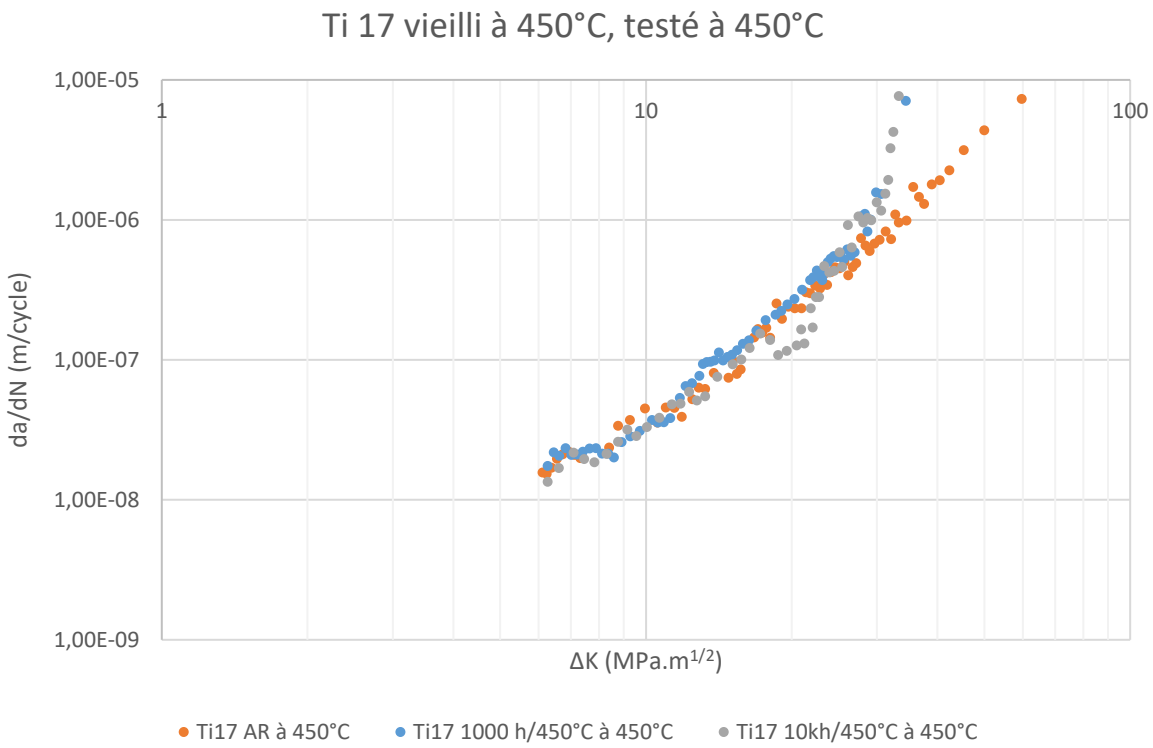




*Figure IV. 27: courbes de fissuration pour les échantillons de Ti 17 vieillis à 450°C*

De ce fait, il est possible, pour une durée de vieillissement donnée, d'identifier des valeurs de $\Delta K_{cr}$ aux transitions démarquant deux domaines caractéristiques : un premier domaine ou le comportement des cas vieillis est similaire à celui de l'état de réception avec une superposition quasi-parfaite des courbes, et un second domaine où le vieillissement induit une augmentation des vitesses de fissuration. Ces valeurs de $\Delta K_{cr}$ ont été évaluées à $\Delta K_{cr}$=15 MPa.m½ pour le cas vieilli 1000 h et à $\Delta K_{cr}$=10 MPa.m½ pour le cas vieilli 10 000 h. Le Tableau IV. 1 regroupe les vitesses mesurées pour chaque condition de part et d'autre de la valeur de transition $\Delta K_{cr}$, mettant en avant une augmentation des vitesses de propagation d'autant plus importante que la durée de vieillissement croit.

| ΔK (MPa.m$^{1/2}$) / Condition | 10 | 12 | 20 |
|---|---|---|---|
| Etat de reception (AR) | 2,8x10$^{-8}$ m/cycle | 5,2x10$^{-8}$ m/cycle | 1,7x10$^{-7}$ m/cycle |
| 1000 h/450°C | 3,4x10$^{-8}$ m/cycle | 5,5x10$^{-8}$ m/cycle | 1,2x10$^{-6}$ m/cycle x7 |
| 10 kh/450°C | 4,5x10-8 m/cycle | 1,3x10-6 m/cycle x24 | - |

*Tableau IV. 1:vitesses de fissuration avant et après les valeurs de ΔKcr, pour chaque condition du Ti 17 vieilli à 450°C*

La macrographie de la surface de rupture à température ambiante du cas vieilli 1000 h montre un faciès similaire à celui de l'état de réception. Toutefois, l'apparition d'une rugosité et d'une topographie de surface plus marquée est remarquée plus tôt dans le processus de fissuration vis-à-vis de l'état de réception, précisément au voisinage de la valeur de $\Delta K_{cr}$ indiquée par des traits discontinus sur la Figure IV. 28. La condition vieillie 10 000 h montre quant à elle des différences claires avec les faciès précédents. La surface de rupture conserve son caractère plan et lisse et ce jusqu'à la rupture finale. La valeur de $\Delta K_{cr}$ correspondant au cas vieilli 10 000 h est également reportée par des traits discontinus sur la Figure IV. 28. Cependant, cette valeur de $\Delta K_{cr}$ ne peut pas à ce stade être macroscopiquement rattachée à une quelconque modification de l'aspect de surface de rupture. Les larges facettes planes recouvrent l'ensemble du faciès avec un aspect globalement régulier et peu déformé.

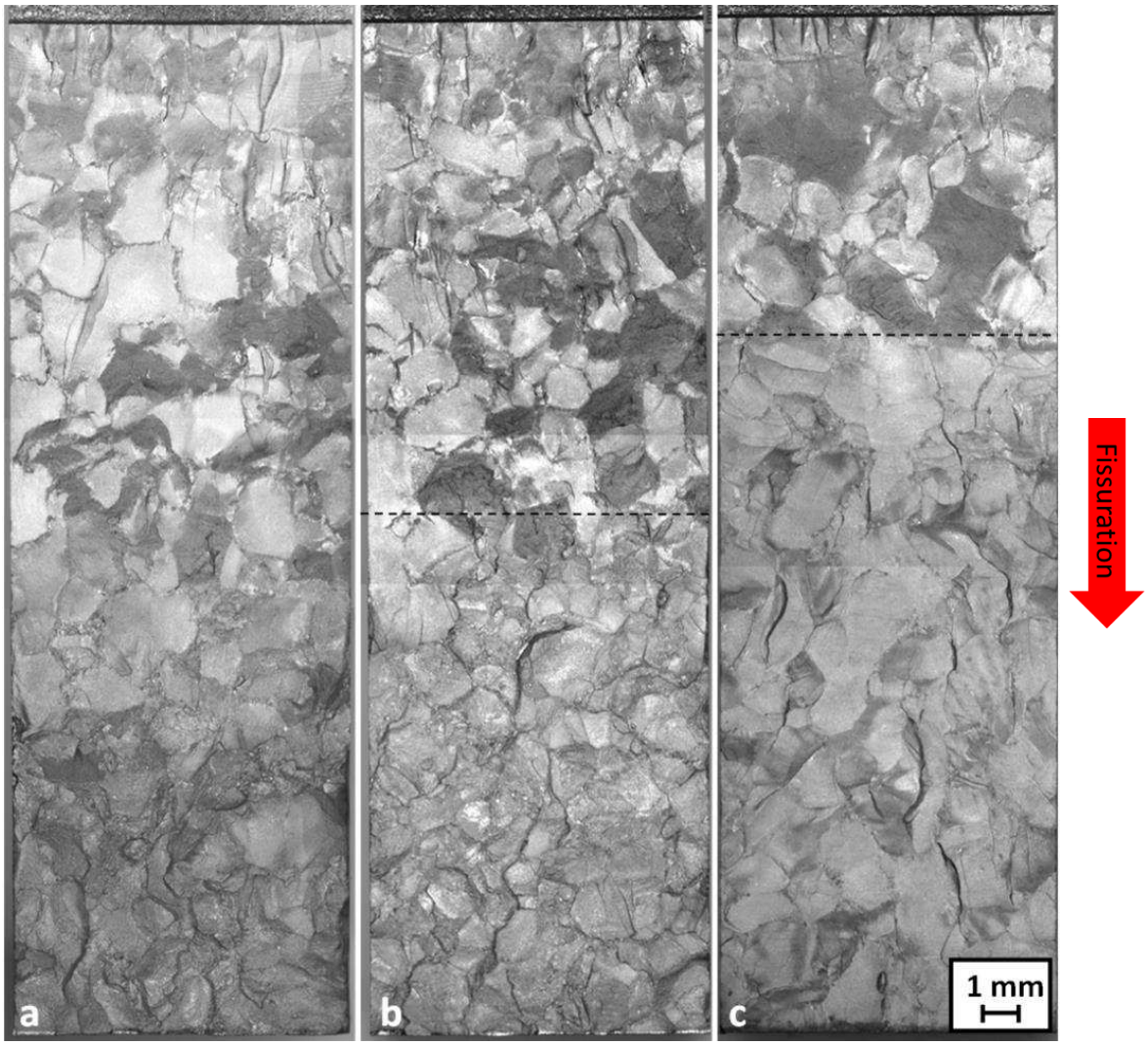



*Figure IV. 28: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti 17 vieillies à 450°C puis testées à 20°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h, c) vieilli 10 000 h. Sens de fissuration de haut en bas.*

Pour les essais sur les mêmes matériaux vieillis effectués à 450°C, l'effet fragilisant du vieillissement est estompé, avec un effet sur les vitesses de fissuration repoussé vers une valeur de $\Delta K_{cr}$ plus élevée et estimée à $\Delta K_{cr}$ =29 MPa.m½ sur la Figure IV. 27. La différence de comportement en propagation entre les cas vieillis 1000 h et 10 000 h, particulièrement marquée à température ambiante, disparait à 450°C. Par ailleurs les faciès de rupture à 450°C montrent de légères différences entre l'état de réception et les états vieillis sur la Figure IV. 29. La zone de rupture formant des facettes lisses et oxydées semble plus étendue dans le cas de l'état de réception, les cas vieillis voyant ce domaine de propagation d'aspect plat et lisse s'arrêter plus tôt dans le processus de fissuration en laissant place à une zone de rupture finale plus étendue, peu oxydée et à la topographie plus rugueuse et marquée comme l'indique la Figure IV. 29.

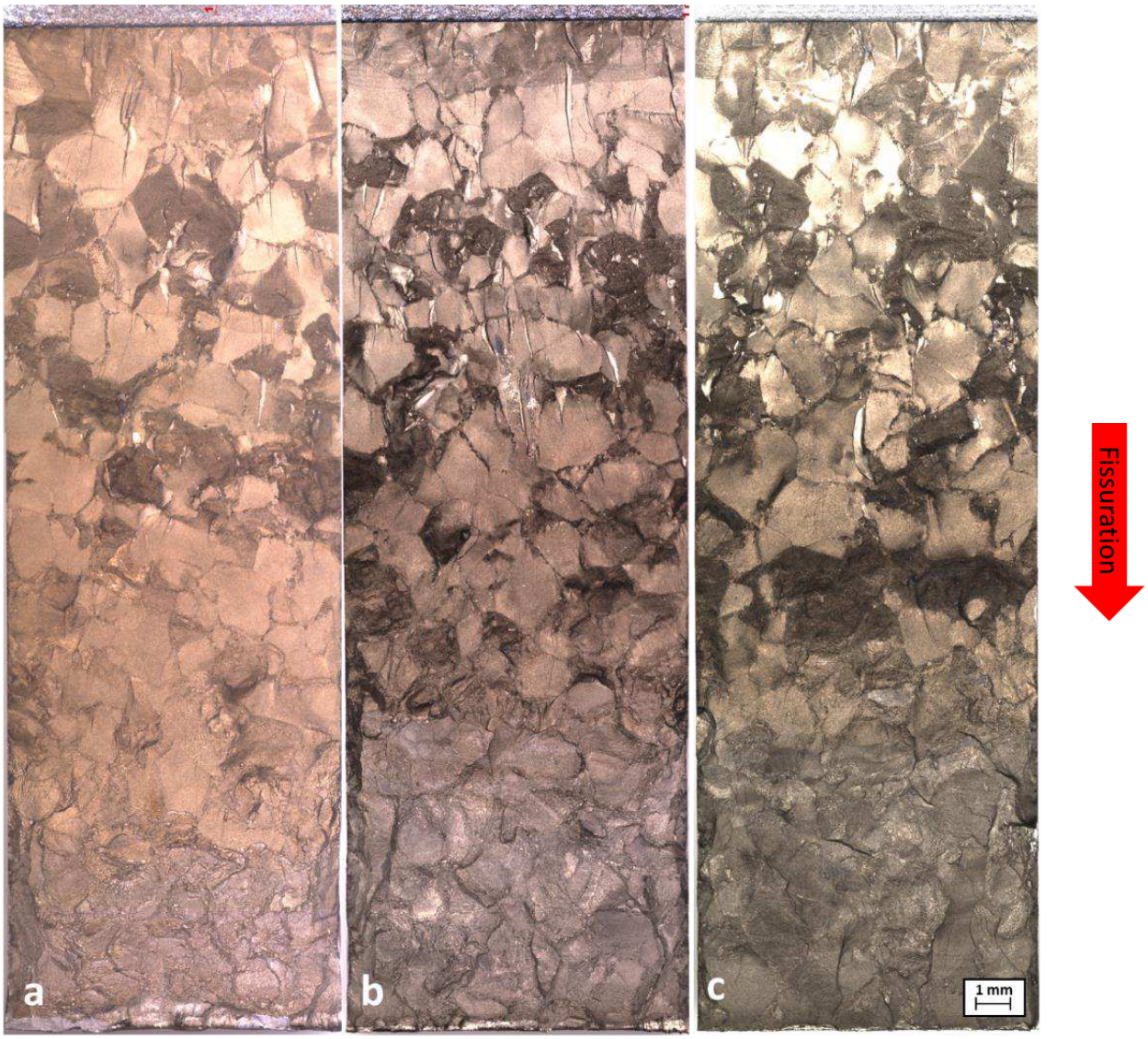



*Figure IV. 29: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti 17 vieillies à 450°C puis testées à 450°C : a) à l'état de réception, b) vieilli 1000 h, c) vieilli 10 000 h. Sens de fissuration de haut en bas.*

*Bilan intermédiaire*

La conclusion des essais de fissuration sur les alliages vieillis peut se résumer dans les points suivants :

- Le vieillissement à 350°C n'a pas d'effet sur le comportement en fissuration du TA6V dans ses deux configurations αβ et β, que ce soit à température ambiante ou à 350°C. L'influence de la microstructure issue du forgeage reste prépondérante, nommément les macro-zones dans le cas αβ, les ex-grains β ainsi que les colonies de lamelles alpha d'orientation morphologique similaire dans le cas β.
- Le Ti6242 voit son comportement en fissuration à température ambiante être modérément impacté par le vieillissement dans le domaine restreint des ΔK élevés (>17 $MPa.m^{1/2}$), avec une divergence du comportement des cas vieillis vis-à-vis de l'état de réception d'autant plus marquée que la durée et la température de vieillissement sont importantes
- Le Ti 17 vieilli à 350°C ne voit pas son comportement différer de l'état de réception, à température ambiante comme à 350°C. Cependant pour les essais à température ambiante, le vieillissement à 450°C voit un premier effet fragilisant se prononcer après 1000 h. Une divergence nette par rapport à l'état de réception apparait, avec une accélération des vitesses de propagation après un seuil de ΔK critique. Cette accélération est accentuée après 10 000 h et se produit à un seuil de ΔK critique encore plus faible. L'effet fragilisant constaté à température ambiante s'estompe toutefois à haute température, avec une divergence moins marquée des courbes des cas vieillis vis-à-vis de l'état de référence et repoussée à une valeur de ΔK critique plus élevée.

# Chapitre 5 : le cas de l'alliage Ti 17

# 5. Le cas de l'alliage Ti 17

Les parties précédentes ont mis en évidence le Ti 17 comme l'alliage le plus sensible au vieillissement du point de vue des propriétés mécaniques, tout particulièrement pour l'exposition à 450°C. L'objectif de cette partie est d'identifier les mécanismes suivant lesquels le vieillissement affecte l'état métallurgique et l'endommagement, ainsi que l'échelle à laquelle ces mécanismes opèrent, au moyen de différentes caractérisations mécaniques et observations. Les comparaisons des dégradations de propriétés mécaniques entre différentes conditions de vieillissement ont par la suite motivé l'établissement d'équivalences temps/température.

## 5.1. Discussion autour des résultats obtenus en comportement cyclique

A la suite des caractérisations précédentes, des essais de comportement cyclique complémentaires ont été effectués sur l'alliage Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C. La Figure V. 1 récapitule l'évolution des déformations et contraintes maximales en fonction du nombre de cycles lors des essais à 20°C, pour différentes conditions de vieillissement.

Les tendances observées précédemment sont confirmées pour la nouvelle condition 10 000 h/450°C, à savoir une diminution des niveaux de déformation plastique maximum atteints suivant les durées de vieillissement croissantes (Figure V. 1. a à c), ainsi qu'une relative augmentation des niveaux de contrainte pour un même niveau de déformation donné (Figure V. 1.d à f). Il est en outre à noter que l'éprouvette relative à la condition vieillie 10 000 h subit une rupture précoce au cycle 93 du palier à ±0.9% de déformation totale (Figure V. 1. c et f), là où les autres conditions ne conduisent pas à la rupture après les 100 cycles, témoignant de la fragilisation du matériau. Cet effet du vieillissement est toutefois effacé à haute température comme l'indique la Figure V. 2. En effet, le matériau vieilli 10 000 h montre à 450°C un développement de la déformation plastique maximale similaire aux autres conditions (Figure V. 2. a à c), ainsi que des niveaux de contraintes de l'ordre de ceux à l'état de réception (Figure V. 2. d à f).

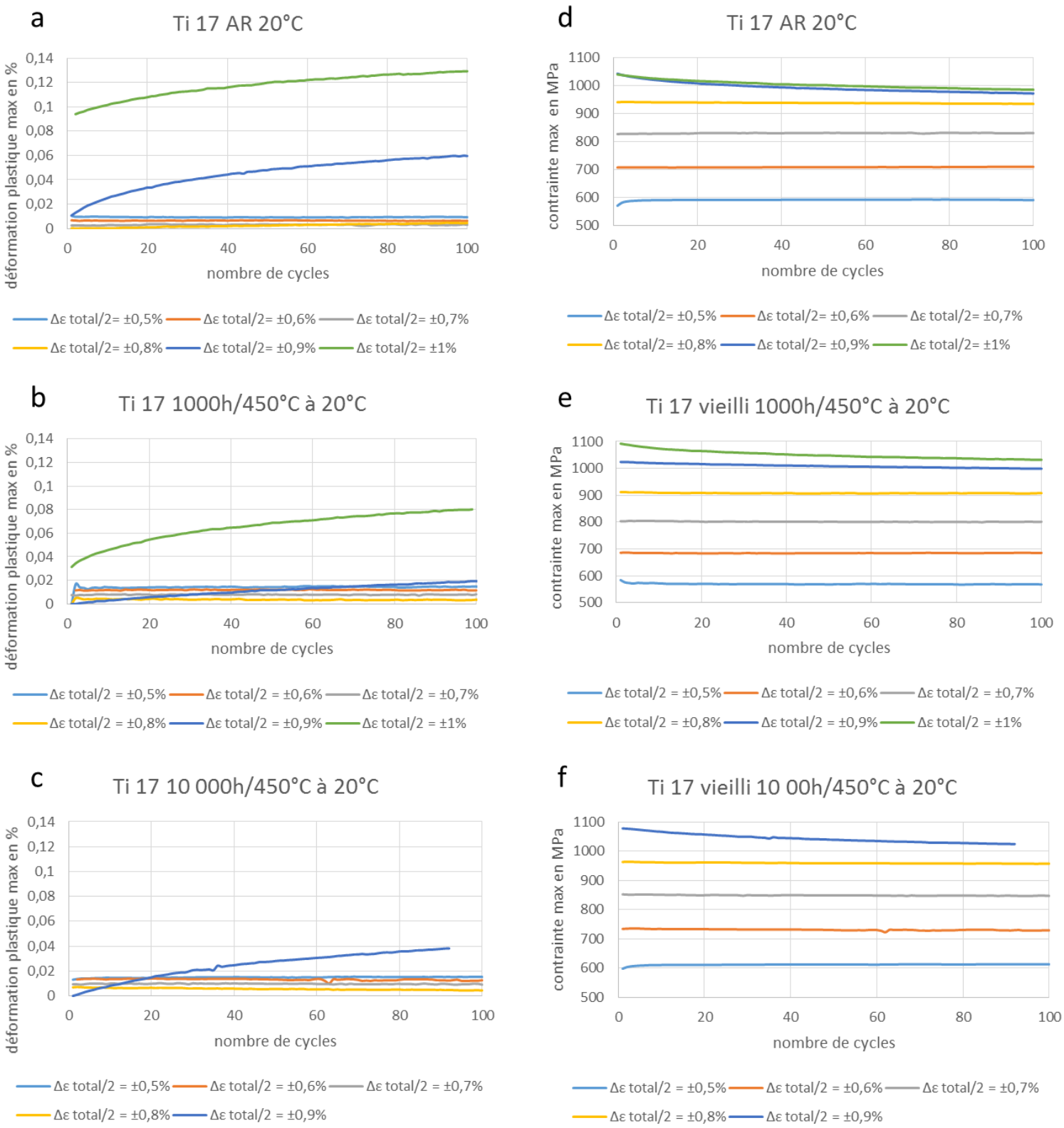



*Figure V. 1: évolution des déformations et contraintes maximales pour chaque condition de vieillissement, testée à 20°C*

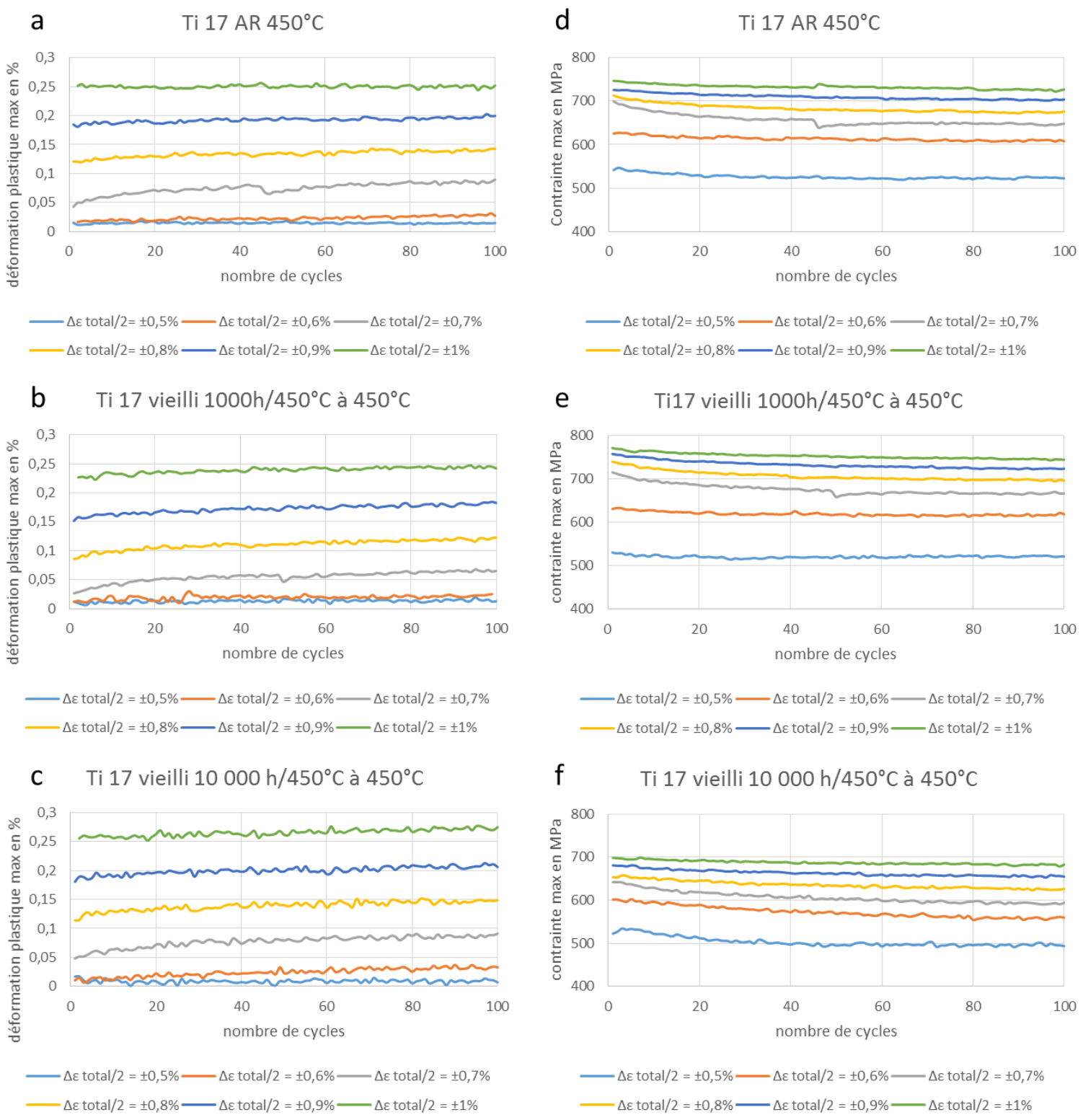



*Figure V. 2: évolution des déformations et contraintes maximales pour chaque condition de vieillissement, testée à 450°C*

Afin d'établir un lien entre l'effet du vieillissement constaté pour le Ti 17 et des modifications éventuelles dans les modes d'endommagement, une analyse fractographique des échantillons rompus a été effectuée. Le faciès de rupture de l'éprouvette de Ti 17 vieillie 1000 h à 350°C et testée à 20°C qui ne présente pas d'effet notable du vieillissement (rupture au cycle 64 du palier de déformation à $\Delta\varepsilon_t$=±1%), est comparé au faciès de la condition 10 000 h/450°C testée à 20°C montrant l'effet le plus marqué du vieillissement en termes de diminution de la déformation plastique maximale atteinte (rupture au cycle 93 du palier de déformation à $\Delta\varepsilon_t$=±0,9%). Les faciès observés en microscopie optique sont présentés sur la Figure V. 3.

Cette comparaison révèle de claires différences dans l'aspect de surface. En effet, dans le cas de l'éprouvette vieillie 1000 h à 350°C, la rupture produit un faciès d'aspect brillant, présentant un fort dénivelé et un relief de la taille des ex-grains β, à tendance intergranulaire. L'éprouvette vieillie 10 000 h à 450°C se distingue quant à elle par un faciès nettement plus plan, avec une zone d'amorçage clairement définie et repérée par une croix rouge sur la Figure V. 3. La rupture perd alors sa nature intergranulaire, avec un aspect de surface au microscope optique plus plan et plus mat.

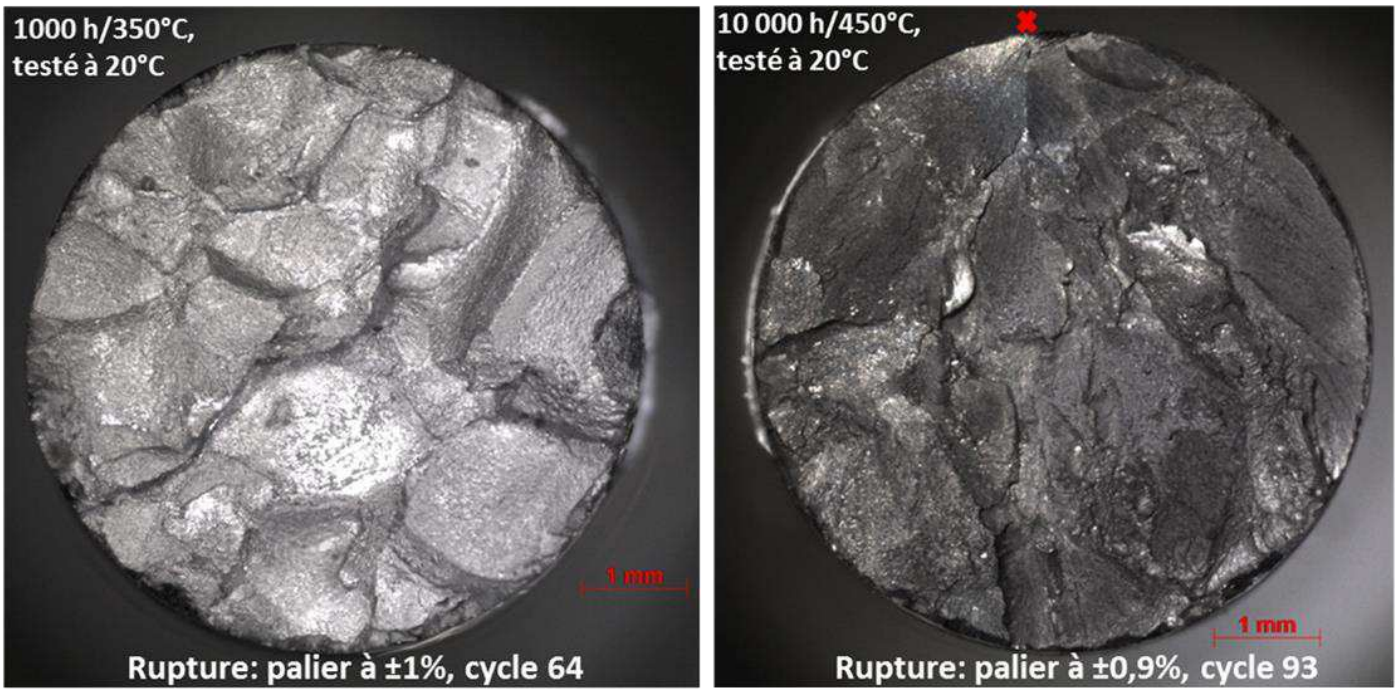



*Figure V. 3: observations optiques des faciès de rupture des éprouvettes vieillies 1000 h à 350°C (gauche) et 10 000 h à 450°C (droite), testées à 20°C.*

Les observations conduites au MEB permettent d'identifier dans le cas de l'éprouvette vieillie 1000 h à 350°C une rupture de nature intergranulaire ductile avec la formation de cupules. En effet, les Figure V. 4.a à Figure V. 4.c d'une part, Figure V. 4.d à Figure V. 4.f d'autre part présentent des agrandissements successifs de deux zones mutuellement éloignées au sein du faciès. A faible grossissement, il est possible de constater dans les deux zones (Figure V. 4.a et Figure V. 4.d respectivement) les marquages laissés par le déchaussement d'ex-grains β. A plus fort grossissement, les cupules sont clairement visibles (Figure V. 4.c et Figure V. 4.f) et recouvrent l'ensemble des surfaces observées.

La condition vieillie 10 000 h à 450°C présente quant à elle un amorçage sur de la phase $\alpha_{GB}$ comme l'indique la présence d'une surface d'aspect lisse et sans cupules repérées par une flèche sur la Figure V. 5.a, en amont des sillons se propageant dans le sens de la rupture visibles sur les Figure V. 5.a et Figure V. 5.b. La suite de la rupture progresse toutefois bien de manière transgranulaire.

Les Figure V. 5.a à Figure V. 5.c d'une part, Figure V. 5.d à Figure V. 5.f d'autre part présentent des agrandissements successifs de deux zones éloignées du faciès. Les Figure V. 5.c et Figure V. 5.e montrent à une échelle plus fine l'émergence de traces de lamelles semblant avoir subi des décohésions. La Figure V. 5.c montre notamment ces traces de décohésion, arrangées de manière similaire aux enchevêtrements de lamelles dont trois variants sont identifiés grâce à des flèches. Autre fait marquant, les cupules ne sont plus présentes sur le faciès. Lorsque la rupture se produit au niveau de la phase $\alpha_{GB}$, l'aspect de cette phase est lisse et net, comme l'indique la Figure V. 5.f.

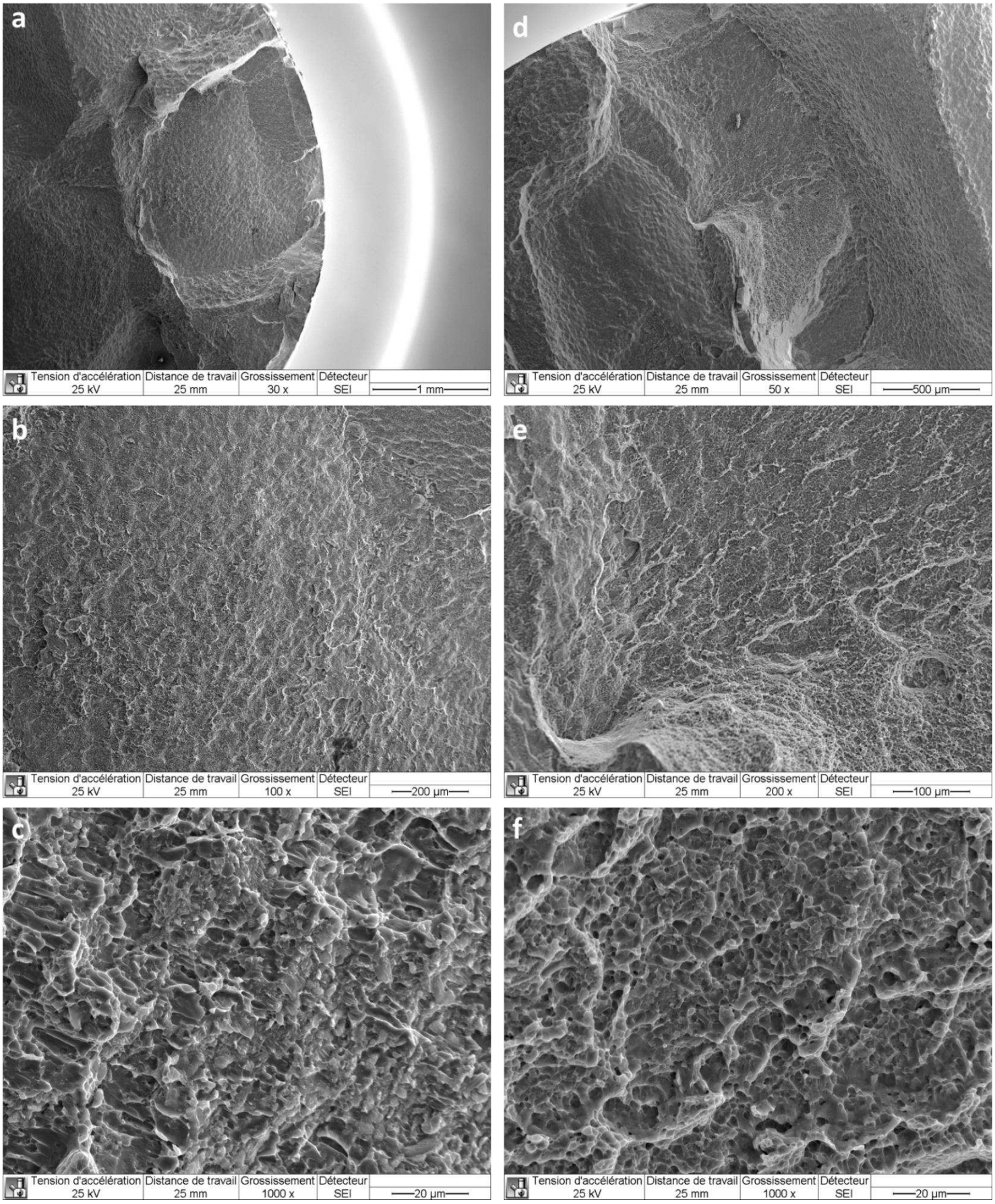



*Figure V. 4: observation MEB de l'éprouvette vieillie 1000 h à 350°C testée à 20°C*

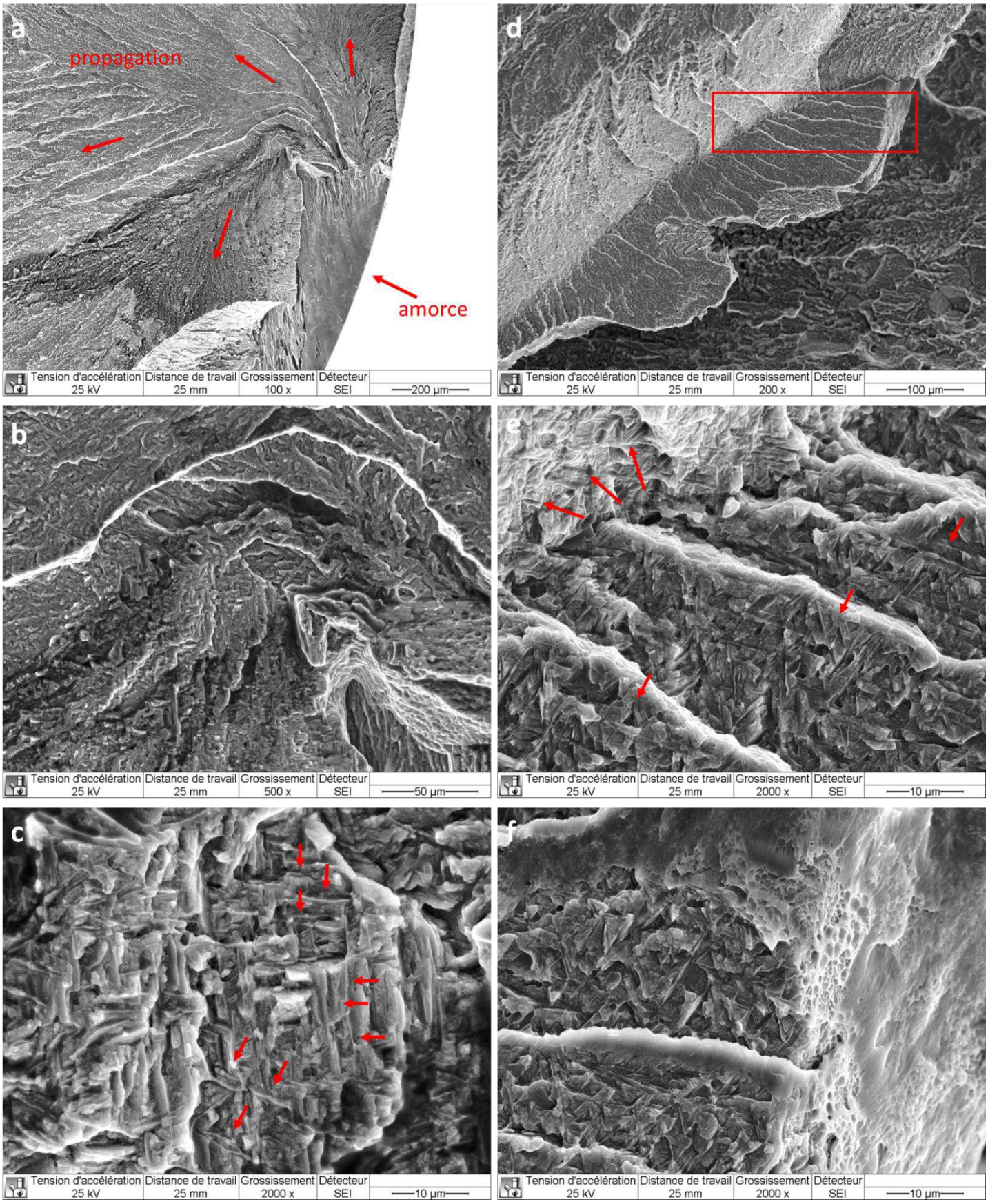



*Figure V. 5: observation MEB de l'éprouvette vieillie 10 000 h à 450°C, testée à 20°C : a) amorçage sur phase $\alpha_{GB}$, b) sillons à plus fort grandissement, c) 3 variants de lamelles présentant des décohésions, d) seconde zone observée, e) empreintes de décollement, f) phase $\alpha_{GB}$ rompue ne montrant que peu de cupules (côté droit).*

*Bilan intermédiaire :*

L'influence du vieillissement sur le comportement cyclique du Ti 17 se résume à ce stade en deux points :

- Comportement macroscopique :

Un vieillissement à 450°C induit un abaissement progressif des seuils d'apparition et des niveaux de déformation plastique maximale atteints à 20°C, en lien avec une relative augmentation des niveaux de contraintes (durcissement). Cependant ces évolutions sont quantitativement faibles et ne traduisent pas une modification radicale du comportement cyclique. Au cours de la déformation à 450°C, ces faibles différences sont effacées.

- Déformation puis endommagement du matériau :

En l'absence d'effet du vieillissement, la déformation semble majoritairement accommodée par la phase $\alpha_{GB}$, ductile. En effet, la rupture avec formation de cupules, à fort caractère intergranulaire et au relief important domine. Après vieillissement cependant, la rupture intervient de manière plus précoce dans l'historique de chargement et perd son relief au profit d'un faciès plus plan. Une modification du comportement de la phase $\alpha_{GB}$ vis-à-vis de la déformation imposée est à supposer, avec une disparition des cupules au profit de traces de décohésion de lamelles.

Ces derniers constats sont à considérer avec prudence cependant, au regard du faible nombre d'éprouvettes rompues, et du fait que le but premier des essais de comportement cyclique n'est pas de mener l'échantillon à rupture. Cependant l'information livrée par l'analyse des faciès rupture donne une première indication sur l'élément microstructural d'intérêt où se manifestent les effets du vieillissement. La déformation puis l'endommagement du Ti 17 vieilli à 450°C sera investigué de manière plus approfondie en traction.

## 5.2. Analyse du comportement en traction macroscopique

Dans le but d'approfondir la compréhension de l'effet d'un vieillissement à 450°C sur le comportement mécanique du Ti 17 à température ambiante, des essais de traction complémentaires ont été entrepris. La Figure V. 6 regroupe les courbes de traction à température ambiante des différentes conditions vieillies (courbes obtenues pour une vitesse de déplacement vérin de 2 mm/min).

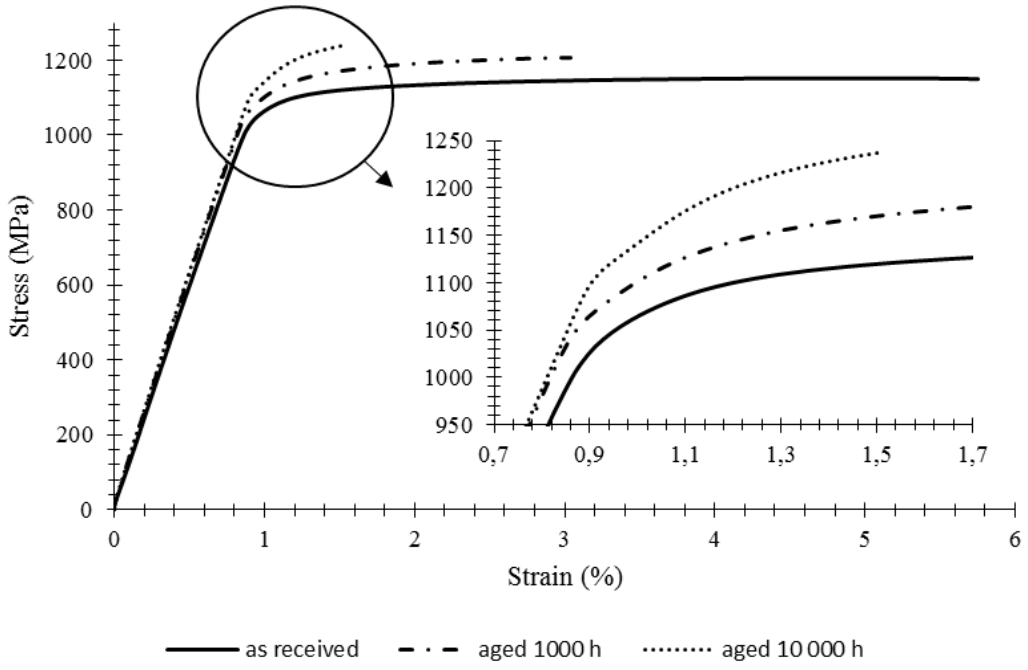



*Figure V. 6: courbes de traction à température ambiante pour le Ti 17 vieilli à 450°C (données Airbus Group Innovations)*

Le vieillissement induit une faible augmentation des niveaux de limite d'élasticité $\sigma_{e0,2}$ et de contrainte à la rupture $\sigma_r$, de l'ordre de 50 MPa entre chaque condition de vieillissement. Un effet plus prononcé est remarqué sur la valeur de l'allongement total à la rupture, qui passe de 5,1% pour l'état de réception à 1,5% pour la condition vieillie 10 000 h, la valeur pour la condition intermédiaire de 1000 h étant de 2,9%. Ces résultats sont synthétisés dans le Tableau V. 1.

| Durée de vieillissement (h) | $\sigma_{e0,2}$ (MPa) | $\sigma_r$ (MPa) | Allongement total à la rupture (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 1088±8 | 1153±12 | 5,1±0,6 |
| 1000 | 1136±9 | 1207±8 | 2,9±0,4 |
| 10 000 | 1185±5 | 1231+11 | 1,5±0,2 |

*Tableau V. 1: données sur le comportement en traction du Ti 17 vieilli à 450°C*

La diminution de l'allongement total à la rupture et l'augmentation des niveaux de contraintes consécutives au vieillissement observés en traction, confirment le durcissement observé lors des essais de comportement cyclique ainsi qu'une fragilisation du matériau. Il est également constaté que les effets du vieillissement sont plus prononcés durant les premiers stades de l'exposition en température avant de saturer pour des temps plus longs. En effet, le durcissement observé en traction entre l'état vieilli 1000 h et l'état de réception d'une part, est quasi équivalent avec le durcissement entre l'état vieilli 10 000 h et l'état vieilli 1000 h d'autre part. De même, la chute d'allongement total à la rupture est plus importante en comparant l'état de réception avec l'état vieilli 1000h, que la même comparaison établie entre l'état vieilli 1000 h et l'état vieilli 10 000 h. L'effet du vieillissement se prononce ainsi surtout au cours des premières 1000 h d'exposition à 450°C.

L'examen fractographique des surfaces de rupture a été conduit de manière systématique pour les échantillons de traction également. Les examens en microscopie optique des surfaces de rupture de face et de biais sont présentés sur Figure V. 7 afin de mieux rendre compte de la topographie développée par la rupture. Comme en comportement cyclique, l'état de réception (Figure V. 7.a et Figure V. 7.b) présente un relief marqué et des déchaussements d'ex-grains β, avec une rupture de nature intergranulaire. Après 1000 h de vieillissement (Figure V. 7.c et Figure V. 7.d), le faciès montre un relief moins prononcé que pour l'état de réception. La tendance intergranulaire de la rupture semble ainsi s'estomper.

Après 10 000 h de vieillissement à 450°C (Figure V. 7.e et Figure V. 7.f), le faciès de rupture montre de claires différences avec les cas précédents. La zone d'amorce est clairement visible et repérée par une croix sur la Figure V. 7.e. Le relief est considérablement atténué et la rupture procède de manière quasi plane. Les déchaussements d'ex-grains β ont totalement disparu. La nature de la rupture semble être alors majoritairement transgranulaire.

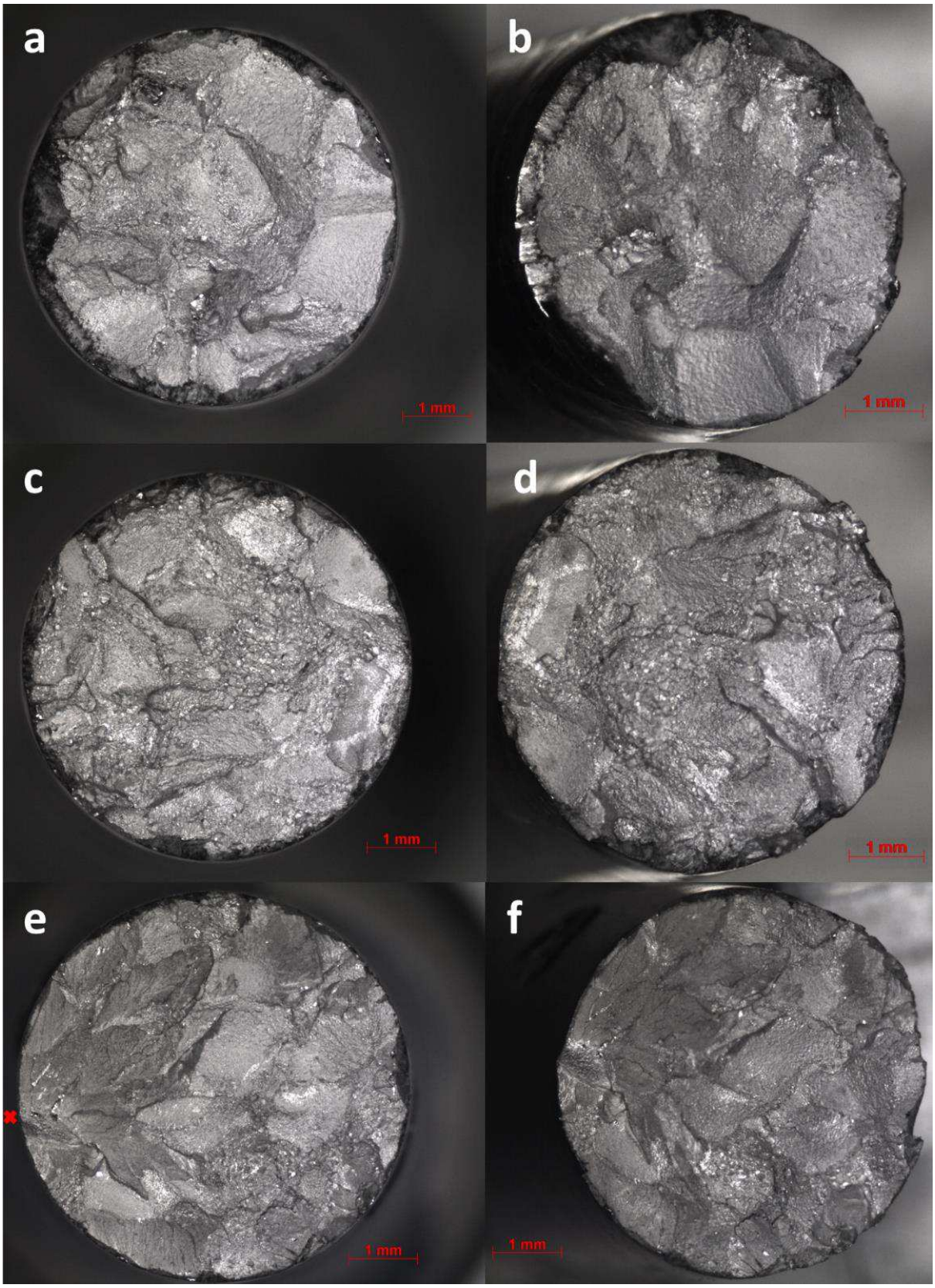



*Figure V. 7: observations optiques des faciès de rupture des éprouvettes de traction testées à 20°C : a) et b) état de réception, c) et d) vieilli 1000 h/450°C, e) et f) vieilli 10 000 h/450°C*

Les observations MEB révèlent ensuite les origines microstructurales des différences entre les modes de rupture associés aux différents états de vieillissement.

Pour l'état de réception, il apparait de façon claire que la rupture intergranulaire est directement liée à la ductilité de la phase $\alpha_{GB}$, qui laisse au cours des déchaussements d'ex-grains β des traces de rupture ductile avec formation de cupules comme l'indique la Figure V. 8.a. La Figure V. 8.b montre même un processus d'endommagement intergranulaire en cours, interrompu à un stade antérieur à celui décrit dans la Figure V. 8.a. avec un grain en cours de décollement de la phase $\alpha_{GB}$ à laquelle il est rattaché et la formation progressive de cupules sur la surface de séparation.

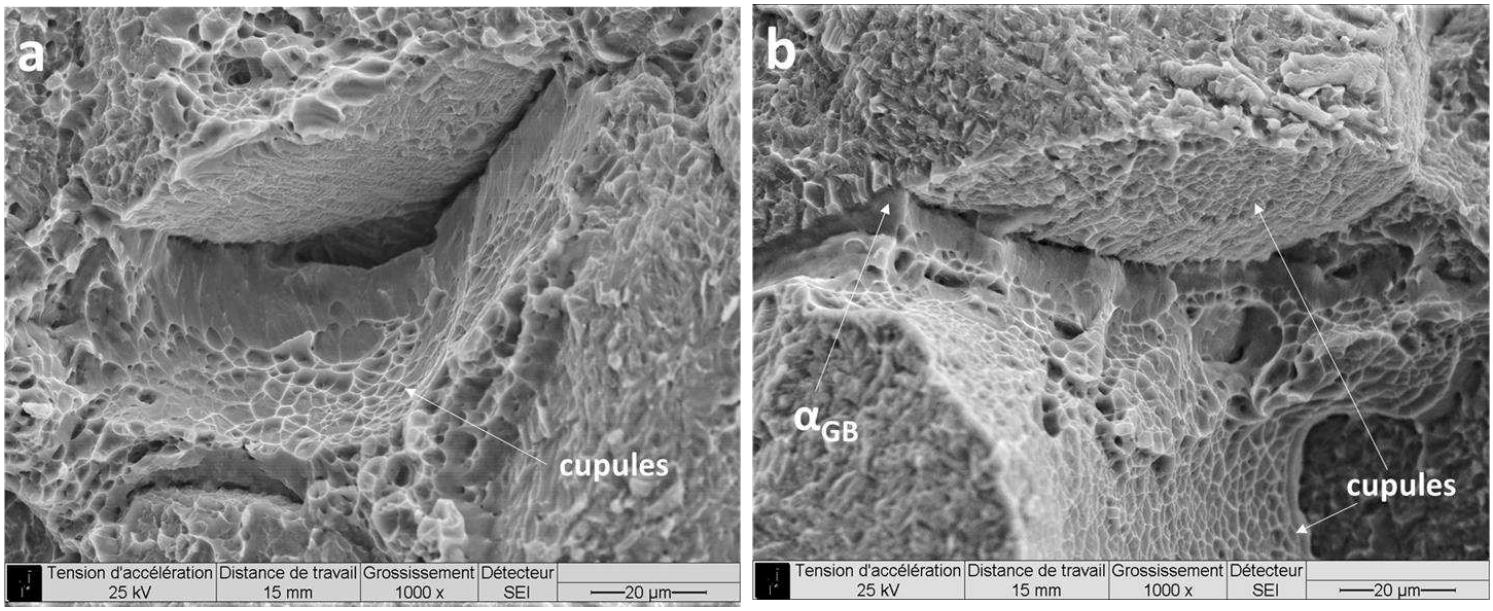



*Figure V. 8: observations MEB de la rupture intergranulaire ductile avec formation de cupules se produisant au sein du matériau à l'état de réception*

Le cas du matériau vieilli 1000 h montre également une part de rupture intergranulaire non négligeable. Cependant, ce constat est à pondérer par la disparition des cupules aux emplacements où la rupture se produit au niveau de la phase $\alpha_{GB}$, au profit de décohésions progressives de lamelles. Ce fait, illustré sur la Figure V. 9, suggère une modification du comportement de la phase $\alpha_{GB}$ qui semble perdre en ductilité, et une sollicitation accrue des interfaces entre lamelle α et matrice β.

Après 10 000 h de vieillissement les empreintes de décohésion de lamelles se généralisent sur une surface de rupture de nature transgranulaire très plane, à l'instar de ce qui a été observé en comportement cyclique et en fissuration (Figure V. 10).

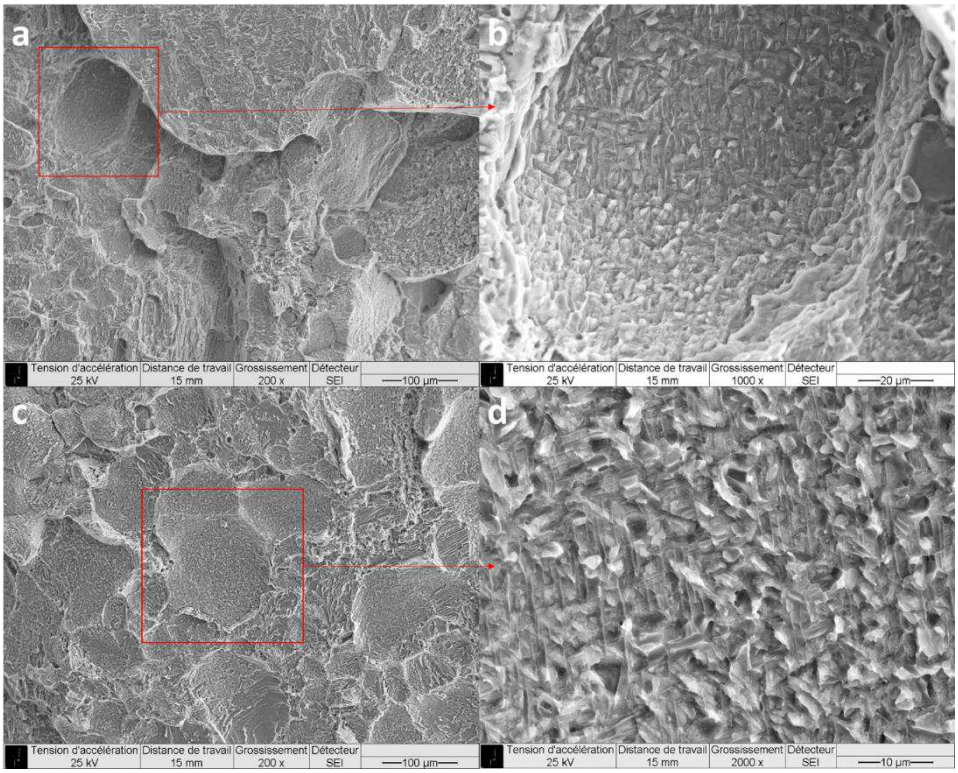



*Figure V. 9: observations MEB de la rupture se produisant au sein de l'éprouvette vieillie 1000 h/450°C, avec la disparition des cupules et l'apparition progressives d'empreintes de décollement de lamelles.*

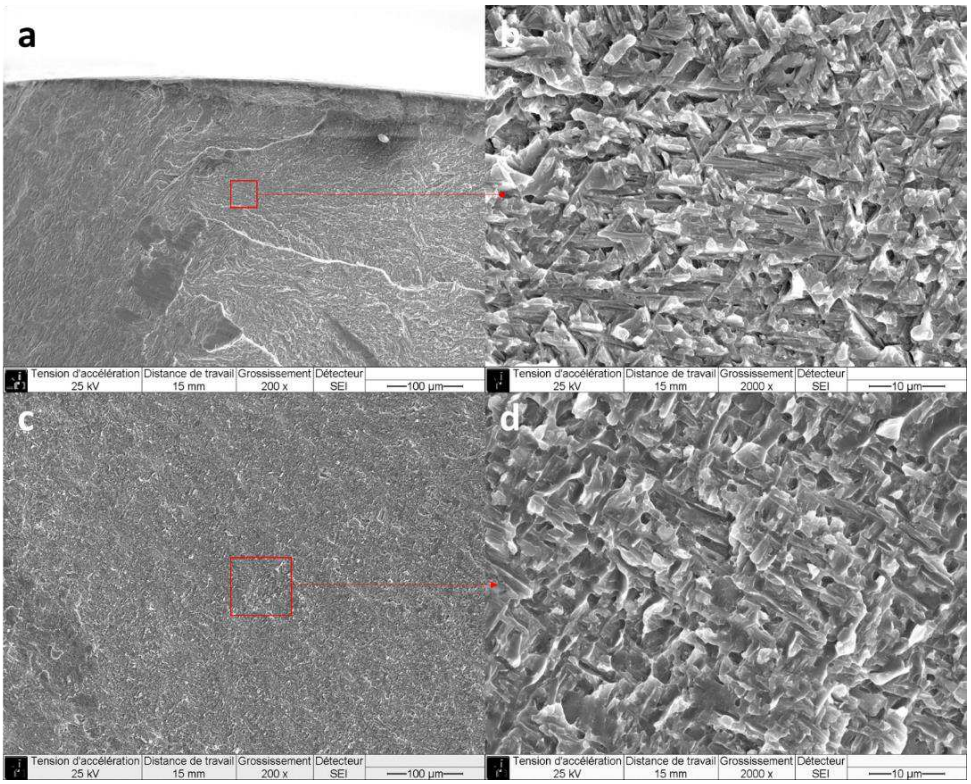



*Figure V. 10: observations MEB de la rupture transgranulaire plane se produisant au sein de l'éprouvette vieillie 10 000 h/450°C, avec la généralisation des empreintes de décohésion de lamelles.*

*Bilan intermédiaire :*

Du point de vue des propriétés mécaniques en traction, l'effet du vieillissement se traduit également par un durcissement et une fragilisation du matériau. La dégradation de l'allongement total à la rupture intervient principalement durant les premiers 1000 h de vieillissement avant de saturer pour des temps plus longs. Ce dernier constat constitue une première information sur la cinétique de dégradation des propriétés mécaniques liée au vieillissement.

Du point de vue des mécanismes d'endommagement, les observations menées à la fois sur les éprouvettes de comportement cyclique et de traction suggèrent que la phase $\alpha_{GB}$ joue, en l'absence d'un effet du vieillissement, le rôle de site d'endommagement privilégié. Cette phase α aux joints de grain présente une ductilité importante à l'état de réception, permettant d'accommoder la déformation entre grains, conduisant au mode de rupture intergranulaire.

Lorsque le vieillissement produit un effet marqué comme dans le cas du Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C, la phase $\alpha_{GB}$ intergranulaire qui initialement était le siège privilégié de l'endommagement semble perdre en partie ce statut. Il s'ensuit une rupture perdant son caractère majoritairement intergranulaire au profit d'un mécanisme transgranulaire important. L'absence de cupules sur le faciès de l'éprouvette vieillie plaide en faveur de la perte de ductilité accrue de la phase α, dont le comportement mécanique subit visiblement des modifications importantes suite au vieillissement.

Cependant, ces constats n'interviennent qu'après rupture et ne constituent qu'un scénario « reconstitué » du comportement de la phase $\alpha_{GB}$ au cours de la déformation. Des essais d'observation in-situ lors de la déformation seront mis en perspective afin de valider les constats précédents.

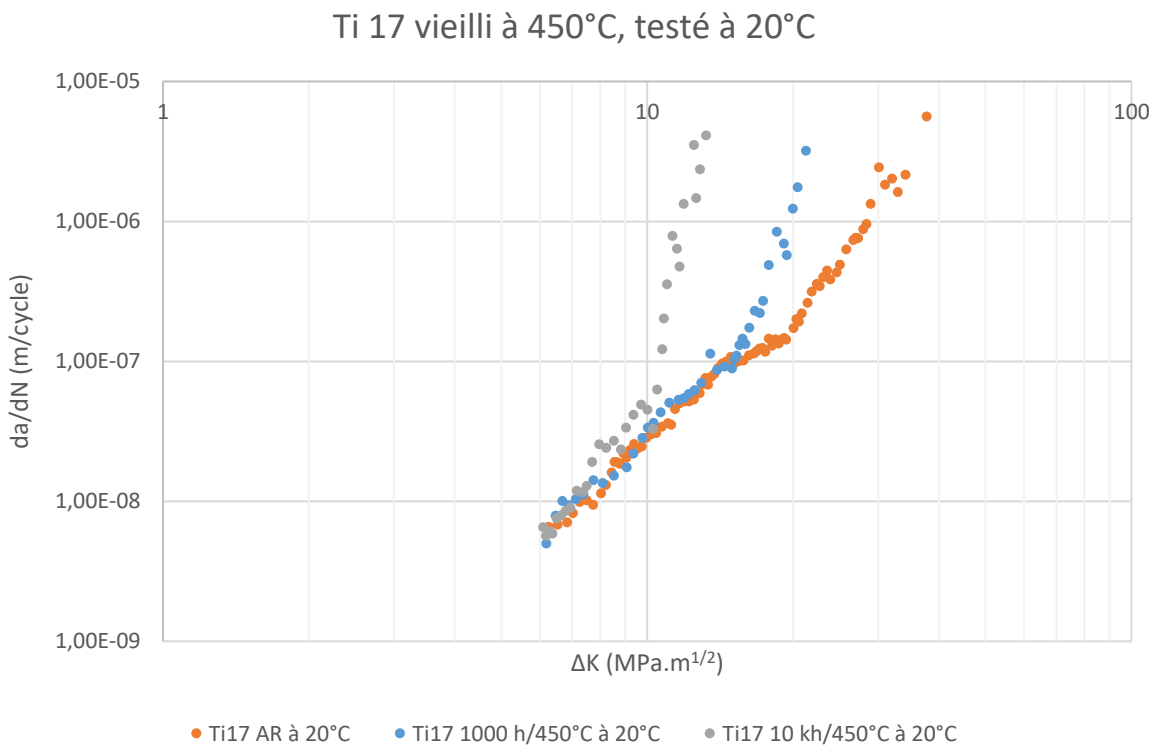
## 5.3. Comportement en fissuration

Dans les paragraphes qui suivent, les résultats en fissuration en partie exposés dans le chapitre précédent sont discutés à la lumière des modes d'endommagement, avec et sans effet du vieillissement, identifiés en déformation monotone et cyclique.

En fissuration par fatigue, il est également constaté un effet fragilisant, qui se traduit par une augmentation des vitesses de propagation de fissure au-delà d'une valeur critique de $\Delta K$, $\Delta K_{cr,}$ et ce pour une valeur donnée du rapport de charge typiquement de R=0.1. La Figure V. 11 rappelle les résultats des essais de fissuration exposés dans le chapitre précédent. Il peut être remarqué que les effets du vieillissement, marqués à température ambiante, s'estompent à haute température. Madsen et Ghonem [1] ont également constaté sur l'alliage Ti 1100 vieilli à 593°C au-delà de 1000 h, l'existence d'un effet moins prononcé à 593°C de la perte en ductilité en traction, comparativement aux résultats à température ambiante.

Dans le chapitre bibliographique, une modification dans l'interaction dislocation/précipité $Ti_3Al$, qui passerait d'un mécanisme de cisaillement à température ambiante à un contournement en température a été avancée pour expliquer ce phénomène. Sai Srinadh et al. [2] ont également mis en avant un effet négatif des précipités $Ti_3Al$ sur l'allongement à rupture en traction, à température ambiante. La présence de ces précipités est en effet liée une déformation de nature plus hétérogène et une tendance accrue au glissement planaire. A haute température cependant, cette tendance disparait du fait de l'homogénéisation accrue de la déformation, ainsi que de l'activation de systèmes de glissements plus nombreux donnant une rupture moins facettée et plus homogène.

Par la suite, l'analyse des effets du vieillissement en fissuration sur le Ti 17 portera essentiellement sur les résultats obtenus à température ambiante, plus prononcés et exploitables.



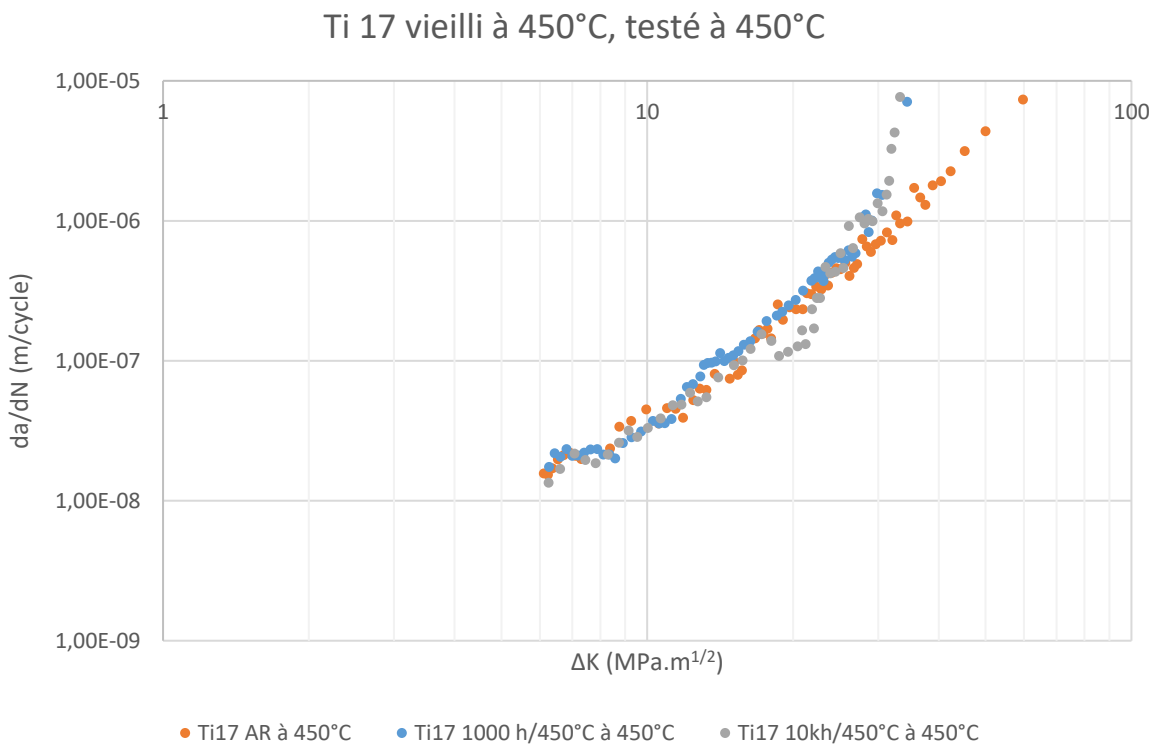




*Figure V. 11: rappel des résultats en fissuration à 20°C et 450°C pour le Ti 17 vieilli à 450°C*

Le Tableau V. 2 récapitule pour chaque condition vieillie à 450°C les valeurs de $\Delta K_{cr}$ pour les essais de fissuration effectués à 20°C:

| Durée de vieillissement (h) | $\Delta K_{cr}$ (MPa x $m^{1/2}$) | Différence avec la condition précédente (MPa x $m^{1/2}$) |
|---|---|---|
| 0 | $\Delta K_{\text{avant rupture}} = 38$ | - |
| 1000 | 15±1 | 23 |
| 10 000 | 10±1 | 5 |

*Tableau V. 2: récapitulatif des valeurs de ΔKcr pour les essais effectués à 20°C, pour chaque condition vieillie à 450°C*

Il est ainsi constaté que la diminution des valeurs de ΔK critique après vieillissement à 450°C est particulièrement prononcée durant les premiers stades de l'exposition en température avant de saturer pour des temps plus longs, suivant la même tendance que celle observée pour la dégradation des propriétés de traction. En effet, la difference entre la valeur maximale de ΔK mesurée à l'état de réception avant la rupture finale et la valeur de $\Delta K_{cr}$ de l'état vieilli 1000 h est de 23 MPa x $m^{1/2}$. Avec les durées de vieillissement croissantes, la différence entre valeurs de $\Delta K_{cr}$ des états vieillis 1000 h et 10 000 h sature à 5 MPa x $m^{1/2}$. Cette tendance est similaire à des cinétiques métallurgiques rencontrées dans le cas de la précipitation de nouvelles phases décrites dans la partie bibliographique [3,4], et vient suggérer le lien entre les pertes de propriétés mécaniques liées au vieillissement, et la précipitation de composés intermétalliques abordée précédemment.

Afin d'établir un lien entre l'accélération de la fissuration se produisant au niveau des valeurs de $\Delta K_{cr}$ précédemment mentionnées et l'émergence de potentielles modifications dans les mécanismes de rupture mis en jeu, un examen fractographique des faciès de rupture a été effectué. Comme le rappelle la Figure V. 12, le chapitre 4 a permis de révéler que peu de différences étaient observées au niveau macroscopique entre l'état de réception et l'état vieilli 1000 h/450°C.

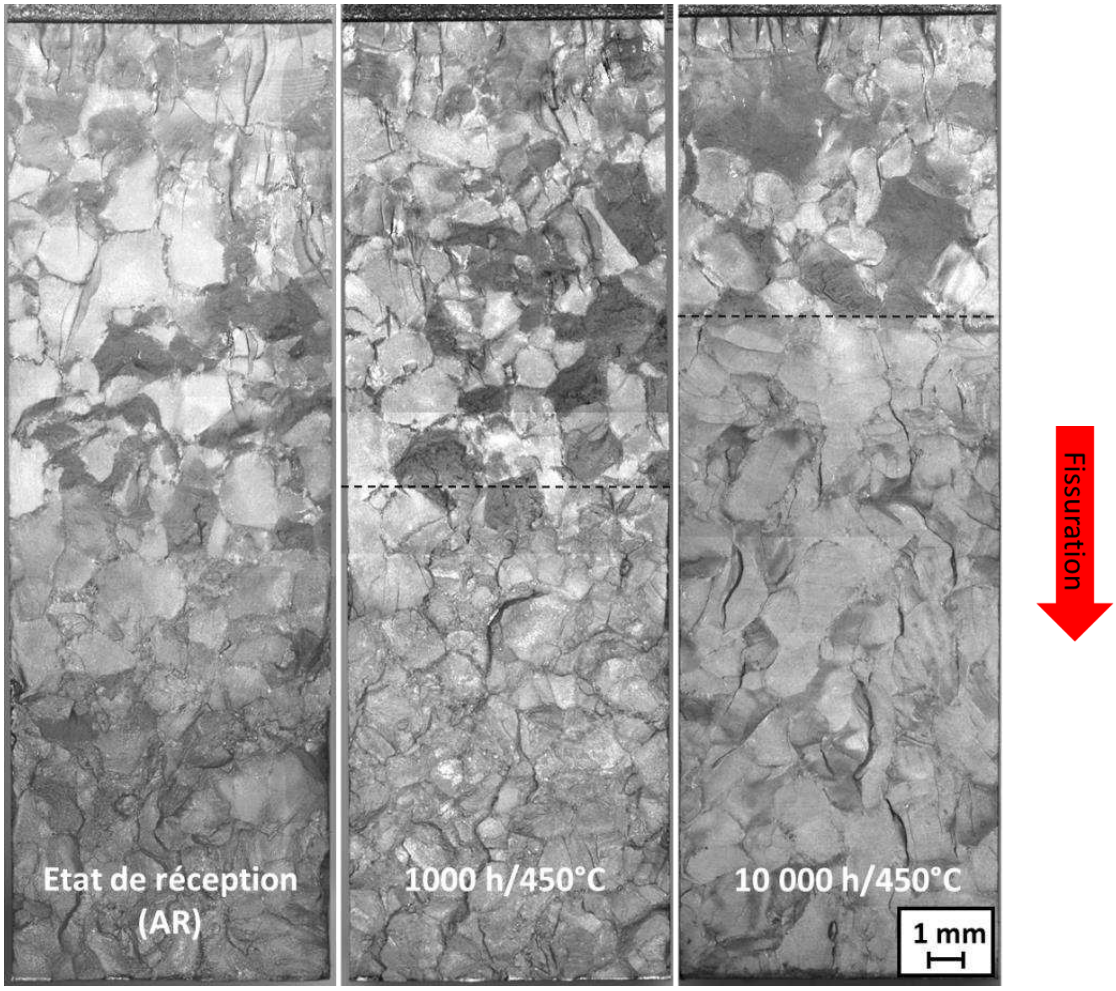



*Figure V. 12: macrographies des surfaces de rupture des éprouvettes de Ti 17 vieillies à 450°C puis testées à 20°C*

A l'échelle microscopique cependant, un changement majeur est remarqué sur l'état vieilli 1000 h. Pour une fissuration au-delà de $\Delta K_{cr}$, l'apparition de traces distinctes témoignant de possibles décohésions le long des interfaces de lamelles α est constatée. Ces traces ou empreintes visibles sur les Figure V. 13.a et Figure V. 13.c, consistent en une multitude de formes concaves dont la taille et la disposition spatiale sont réminiscentes de l'enchevêtrement des lamelles α caractéristique de la microstructure du Ti 17. A la même valeur de ΔK, ces traces ne sont pourtant pas visibles sur la surface de rupture de l'état de réception (Figure V. 13.b et Figure V. 13.d), qui conserve l'aspect régulier décrit précédemment. De telles décohésions entre les lamelles α et la matrice β peuvent par conséquent être considérées en première approche comme la conséquence de transformations métallurgiques locales aux interfaces lamelle α/matrice β induites par le vieillissement comme la précipitation de nouvelles phases ou l'apparition de zones déplétées en éléments d'ajouts (PFZs) détaillées dans le chapitre bibliographique. L'exposition prolongée en température viendrait ainsi altérer la résistance cohésive de ces interfaces.

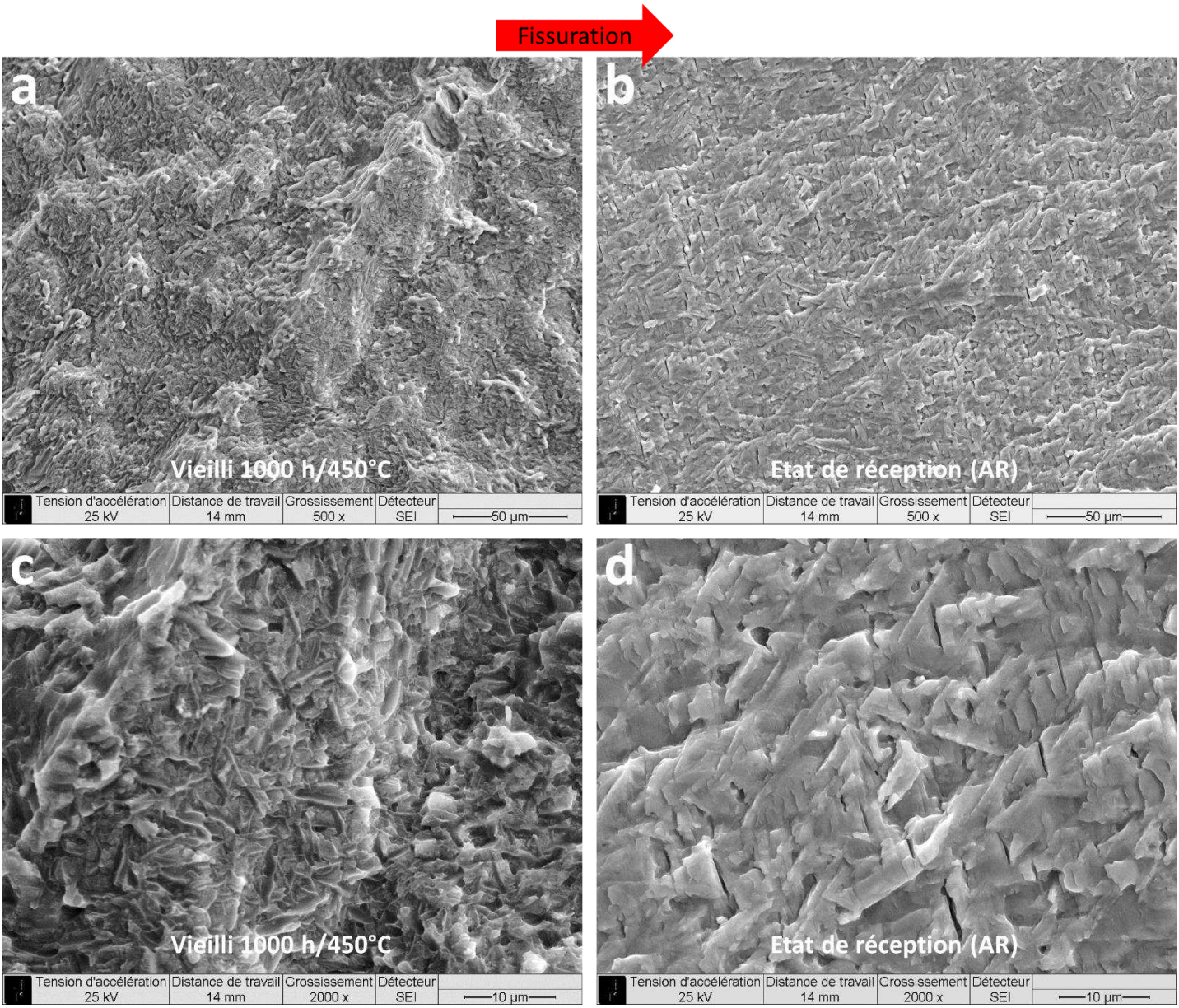



*Figure V. 13: observations MEB des faciès de rupture au-delà de la valeur de $\Delta K_{cr}$ pour différentes conditions : a) et c) traces d'empreintes de lamelles observées sur l'échantillon vieilli 1000 h pour $\Delta K$ = 20 MPa × m$^{1/2}$, b) et d) état de réception à la même valeur de $\Delta K$ = 20 MPa × m$^{1/2}$ exempt de traces d'empreintes*

Ce dernier constat est également appuyé par des observations similaires menées sur la surface de rupture du cas vieilli 10 000 h/450°C, et illustrées sur la Figure V. 14. Au-delà de la valeur de $\Delta K_{cr}$ associée à cette condition, les mêmes traces de décohésion lamelle/matrice sont observées (Figure V. 14.a et Figure V. 14.c), alors que l'état de réception en est exempt et conserve le même aspect développé pour des valeurs de $\Delta K$ précédant $\Delta K_{cr}$ (Figure V. 14.b et Figure V. 14.d).

La phase α intergranulaire montre également une déformation importante dans le cas vieilli 10 000 h/450°C, comme l'indiquent les flèches dans les Figure V. 14.c et Figure V. 14.d, avec l'apparition et l'élargissement d'un sillon le long de la phase aux joints de grain.

Les traces de « décohésion » de lamelles ainsi que l'endommagement observé au niveau de la phase $\alpha_{GB}$ vont dans le sens des observations rapportées dans le chapitre bibliogaphique par Funkenbush et al. [5]

au sujet des extrusions de lamelles au niveau des interfaces α/β, et Sauer et al. [6] au sujet de la phase $\alpha_{GB}$ vue comme une zone de déformation plastique préférentielle.

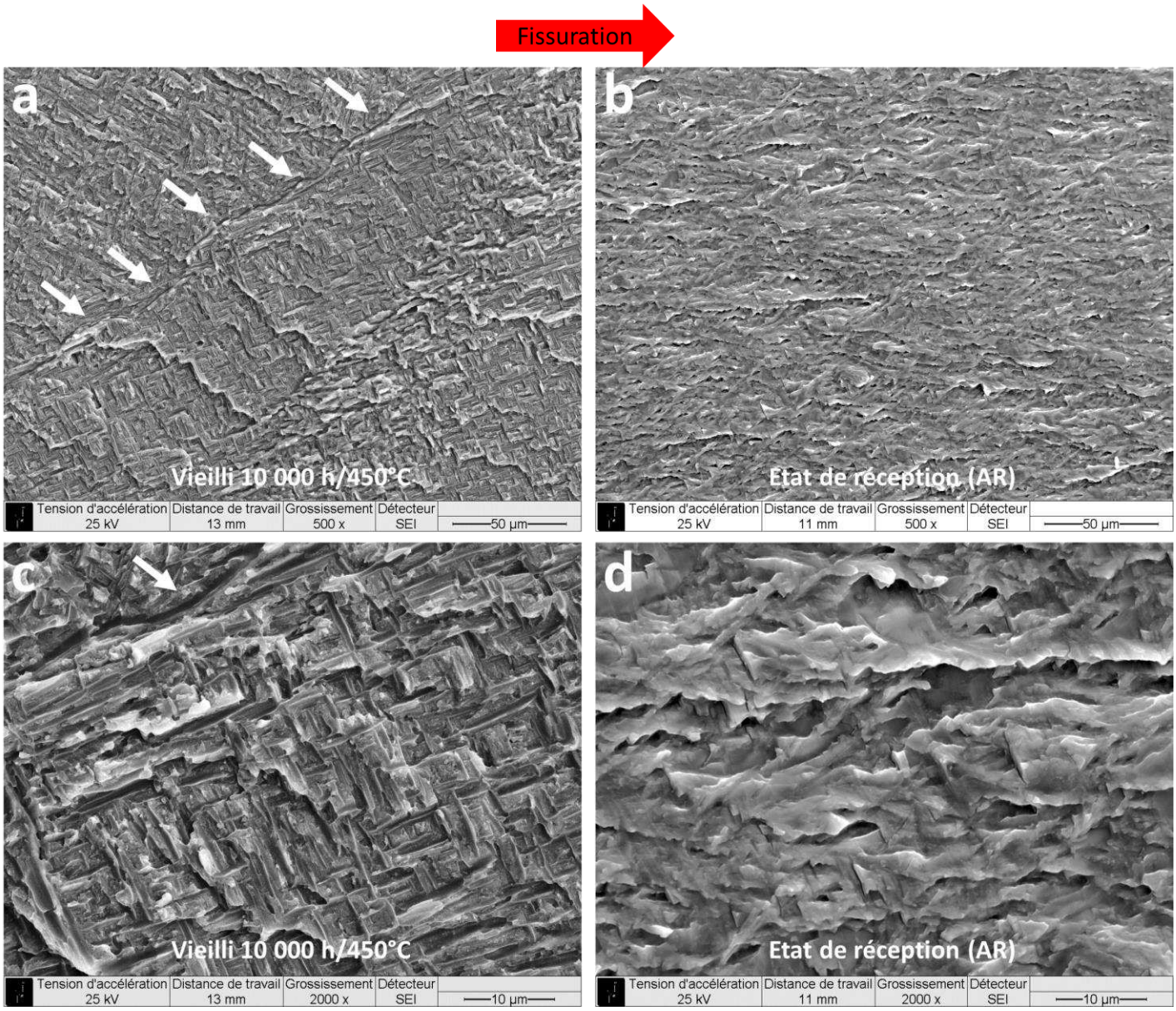



*Figure V. 14: observations MEB des faciès de rupture au-delà de la valeur de $\Delta K_{cr}$ pour différentes conditions : a) et c) traces d'empreintes de lamelles et déformation de la phase $\alpha_{GB}$ observées sur l'échantillon vieilli 10 000 h pour $\Delta K$ = 12 MPa × m$^{1/2}$, b) et d) état de réception à la même valeur de $\Delta K$ = 12 MPa × m$^{1/2}$ exempt de traces d'empreintes*

Dans l'optique d'établir un lien entre les modes de rupture et la plasticité se développant en pointe de fissure, les observations ont par la suite porté sur le profil de l'éprouvette rompue. Il est intéressant de constater que le développement du déplacement hors plan, issu du sillage plastique développé par la progression de la fissure, évolue suivant la condition de vieillissement. En effet, les observations menées au microscope interférométrique apportées sur la Figure V. 15 montrent que dans le cas de l'échantillon à l'état de réception, ce déplacement hors plan se développe de manière continue et progressive avec les longueurs de fissures croissantes.

Après 1000 h de vieillissement, bien que le développement initial de ce déplacement hors plan garde son caractère continu, une localisation apparait à l'emplacement de la flèche sur la Figure V. 15, révélant une déformation hétérogène. Il est également intéressant de remarquer que l'apparition d'un déplacement hors plan visible coïncide avec l'occurrence de la divergence du comportement en fissuration vis-à-vis de l'état de réception, matérialisée par la valeur de $\Delta K_{cr}$ reportée en pointillés sur les observations. Ce dernier élément tend à établir une relation entre les traces de décollement observées précédemment à l'échelle microscopique et le développement d'une déformation plastique critique. L'hypothèse est qu'une fois ce seuil de déformation plastique critique en pointe de fissure atteint, le mode de rupture du matériau passerait de celui de l'état de réception avec un aspect régulier exempt de traces distinctes de lamelles, à une rupture associée à une plasticité limitée au niveau des interfaces lamelle/matrice générant des empreintes de décohésion lamelle/matrice.

Après 10 000 h, le développement du déplacement hors plan perd totalement son caractère étendu, progressif et continu. A ce stade, il n'est plus possible de discerner comme dans le cas vieilli 1000 h l'emplacement où la localisation de la déformation intervient. Le vieillissement de 10 000 h à 450°C induirait ainsi une localisation de la déformation telle que cette dernière resterait confinée au voisinage immédiat de la pointe de fissure, avec une plasticité que ne se généralise pas comme dans le cas de l'état de réception. Ces dernières observations constituent une illustration complémentaire de la perte en ductilité du matériau suite au vieillissement, déjà dévoilée par les essais de comportement cyclique et de traction.

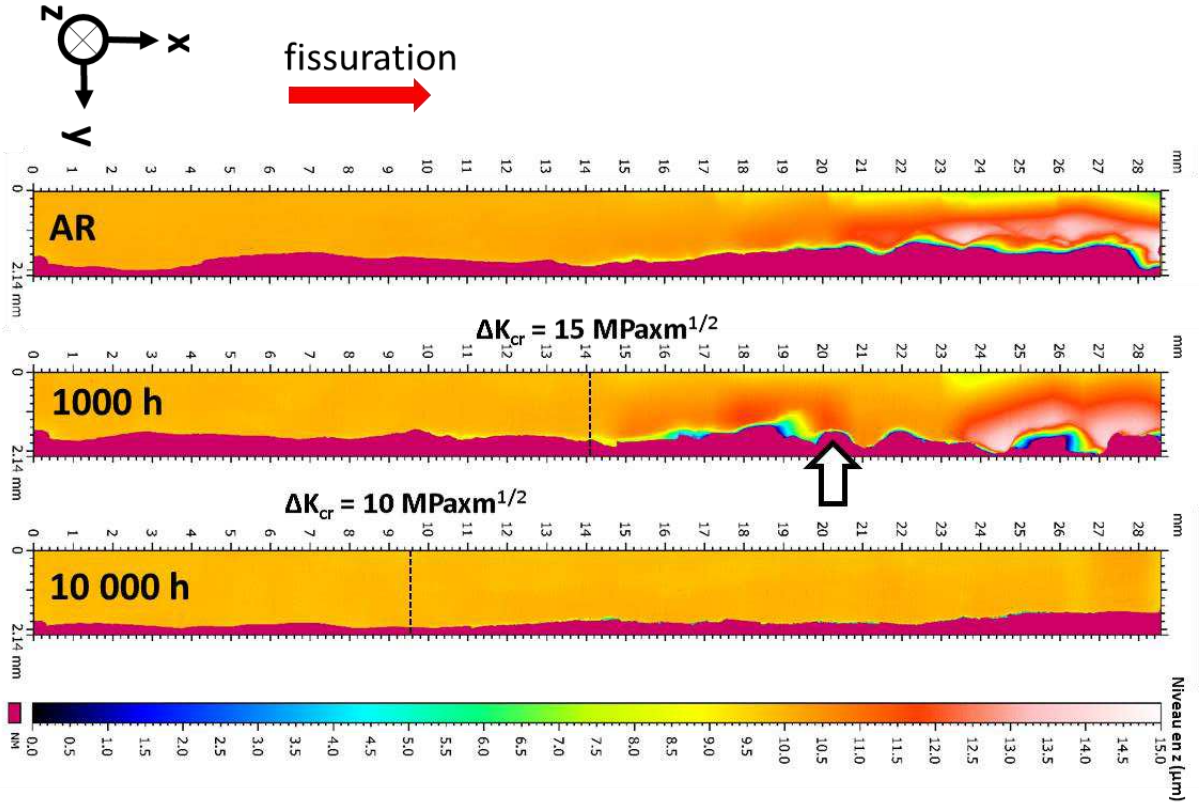



*Figure V. 15: mesures au microscope interférométrique du déplacement hors-plan au voisinage de la fissure pour les différentes conditions du Ti 17, fissurées à température ambiante.*

*Bilan intermédiaire :*

Ainsi, le bilan de l'effet du vieillissement sur les propriétés en fissuration s'établit selon les points suivants :

- Effet fragilisant à température ambiante, avec une augmentation des vitesses de fissuration au-delà d'une valeur critique de $\Delta K$, $\Delta K_{cr}$. De manière analogue à la perte en allongement total à la rupture en traction, la dégradation des valeurs de $\Delta K_{cr}$ au cours du vieillissement à 450°C est plus prononcée durant les premiers stades de l'exposition en température. Cette information des cinétiques de dégradation des propriétés mécaniques liées au vieillissement permettra de développer la discussion sur les équivalences temps/températures à la fin de ce chapitre.
- Effet du vieillissement marqué à température ambiante mais estompé en température. Ce constat est appuyé par la littérature qui rapporte une modification les mécanismes de déformation : passage du cisaillement des précipités à température ambiante à leur contournement en température, associé à l'activation de systèmes de glissement supplémentaires, résultant en une homogénéisation de la déformation.
- Modification du développement de la plasticité en pointe de fissure et apparition de traces de décohésions en lien étroit avec les accélérations de la fissuration. Une perte progressive du caractère généralisé de la plasticité et un confinement de celle-ci au voisinage immédiat de la fissure est observée. Ceci peut être interprété comme un indicateur supplémentaire de la perte en ductilité et du comportement macroscopiquement fragile induit par le vieillissement. L'attention se porte désormais sur l'endommagement à l'échelle des lamelles et des interfaces α/β.

A titre de synthèse, la Figure V. 16 illustre schématiquement le lien entre accélération de la fissuration et apparition d'empreintes de décollement à l'échelle des lamelles :

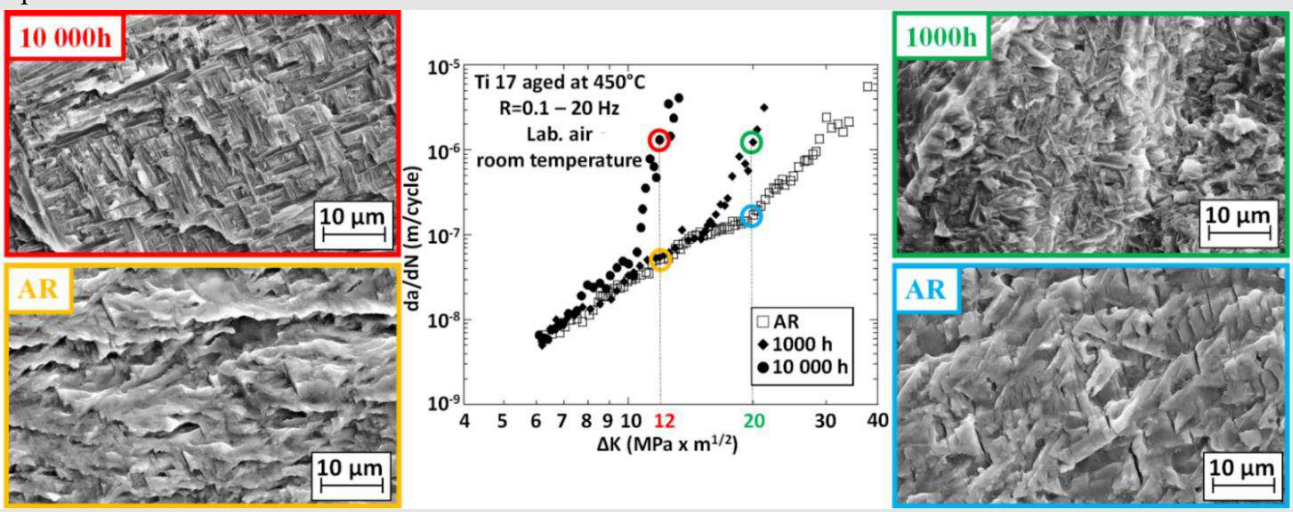



*Figure V. 16: mise en relation de l'apparition des valeurs de $\Delta K_{cr}$ avec les modifications observées vis-à-vis de l'état de réception sur le faciès de rupture.*

## 5.4. Analyse du comportement des interfaces phase α/matrice β

Les résultats de traction ont mis en avant la modification du comportement mécanique de la phase $\alpha_{GB}$ induite par le vieillissement, qui perd progressivement son rôle d'accommodation de la déformation. Toutefois, la traction macroscopique ne suffit pas à expliquer les mécanismes de formation des traces de décohésion de lamelles, retenues comme la modification majeure liée au vieillissement sur les faciès de fissuration. Un changement d'échelle dans les caractérisations est donc nécessaire afin d'obtenir une meilleure compréhension du comportement mécanique à l'échelle des interfaces α/β.

Des essais de traction in-situ sous MEB ont donc été entrepris afin d'observer les interfaces α/β non plus à l'état post-rupture mais au cours du processus de déformation. Ces observations ciblent principalement l'échelle de la lamelle et de la phase $\alpha_{GB}$, au sein du Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h à 450°C. Les différences dans l'apparition des bandes de glissement au sein du matériau, leur évolution au cours du chargement et leur interaction avec la microstructure feront l'objet d'une attention particulière.

### 5.4.1. Essais in-situ sur les conditions extrêmes : état de réception et état vieilli 10 000 h/450°C

La Figure V. 17 montre les points obtenus après les essais effectués sur le Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h/450°C. Une correction sur les modules de Young a été apportée pour s'affranchir des variations de rigidité machine. Les valeurs de module de Young issues des essais macroscopiques, de 115 et 123 GPa pour l'état de réception et vieilli 10 000 h/450°C respectivement, ont été utilisées en première approche. Le Tableau V. 3 synthétise les données relatives à ces essais. Les comportements contrainte-déformation en traction in-situ sont similaires à ceux observés en traction macroscopique, avec une perte en allongement total à la rupture et un durcissement consécutif au vieillissement. Il est nécessaire de préciser que le seuil d'apparition des bandes de glissement doit être seulement considéré à titre indicatif et ne concerne que localement les zones observées. En effet, pour le Ti 17 vieilli 10 000 h, il se peut que les bandes apparaissent bien plus tôt au voisinage de la zone de rupture sans être détectées au niveau les zones d'observation du fait de la nature très localisée de la déformation

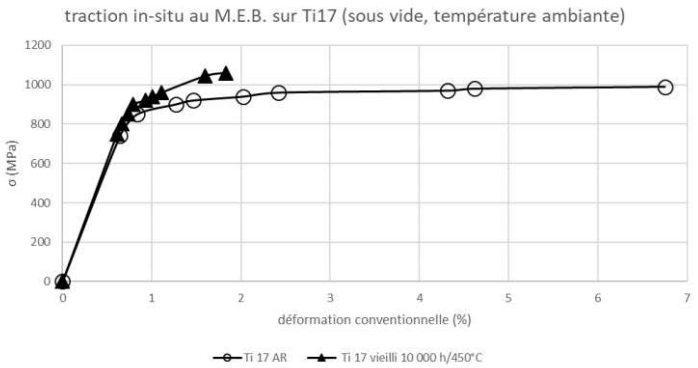



*Figure V. 17: courbes relatives aux essais de traction in-situ au MEB, à température ambiante sous vide*

| Durée de vieillissement (h) | Seuil d'apparition des bandes dans les zones observées (MPa) | Contrainte à la rupture $\sigma_r$ (MPa) | Allongement total à la rupture (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 850 | 990 | 6,8 |
| 10 000 | 960 | 1080 | 1,8 |

*Tableau V. 3: récapitulatif des données de traction in-situ*

La Figure V. 18 montre la micro-éprouvette rompue de Ti 17 à l'état de réception, avec une déformation avant rupture conséquente. La zone de striction est clairement visible à l'œil nu. A titre de comparaison, l'éprouvette de traction in-situ en Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C (Figure V. 19) montre un allongement total à la rupture considérablement réduit vis-à-vis de l'état de réception, de sorte que pratiquement aucune déformation n'est constatée à l'examen visuel.

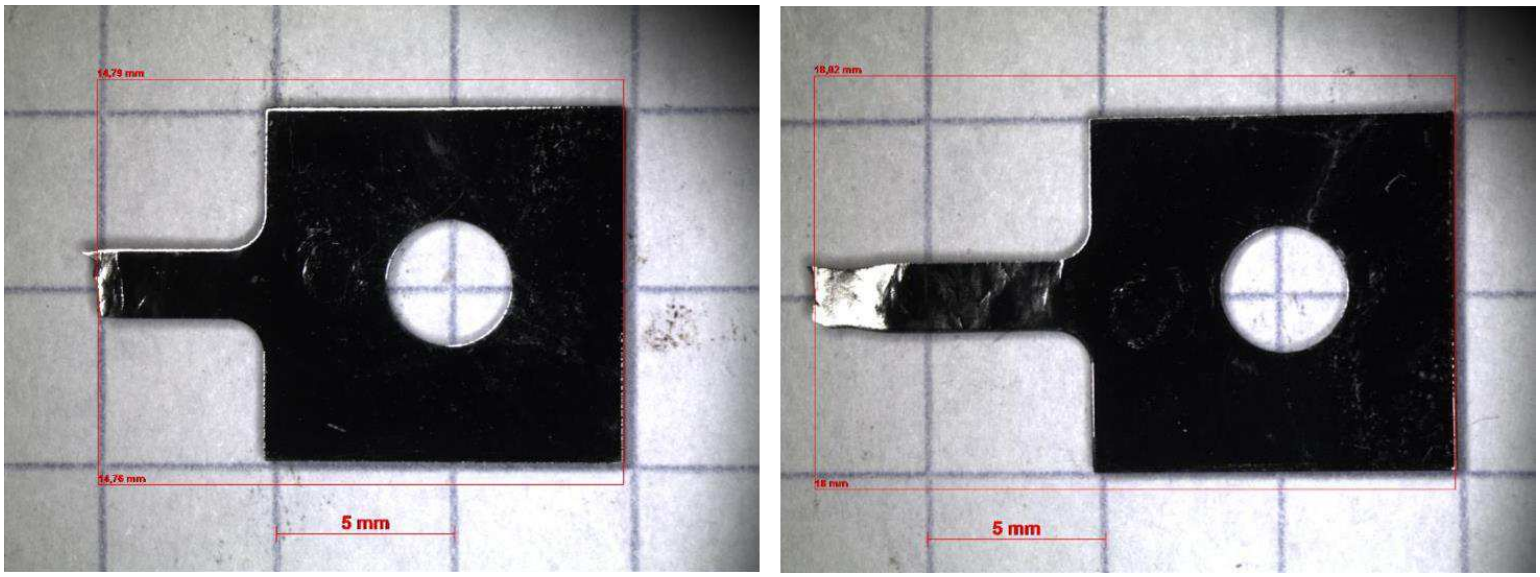



*Figure V. 18: observations optiques après rupture de la micro-éprouvette en Ti 17 à l'état de réception*

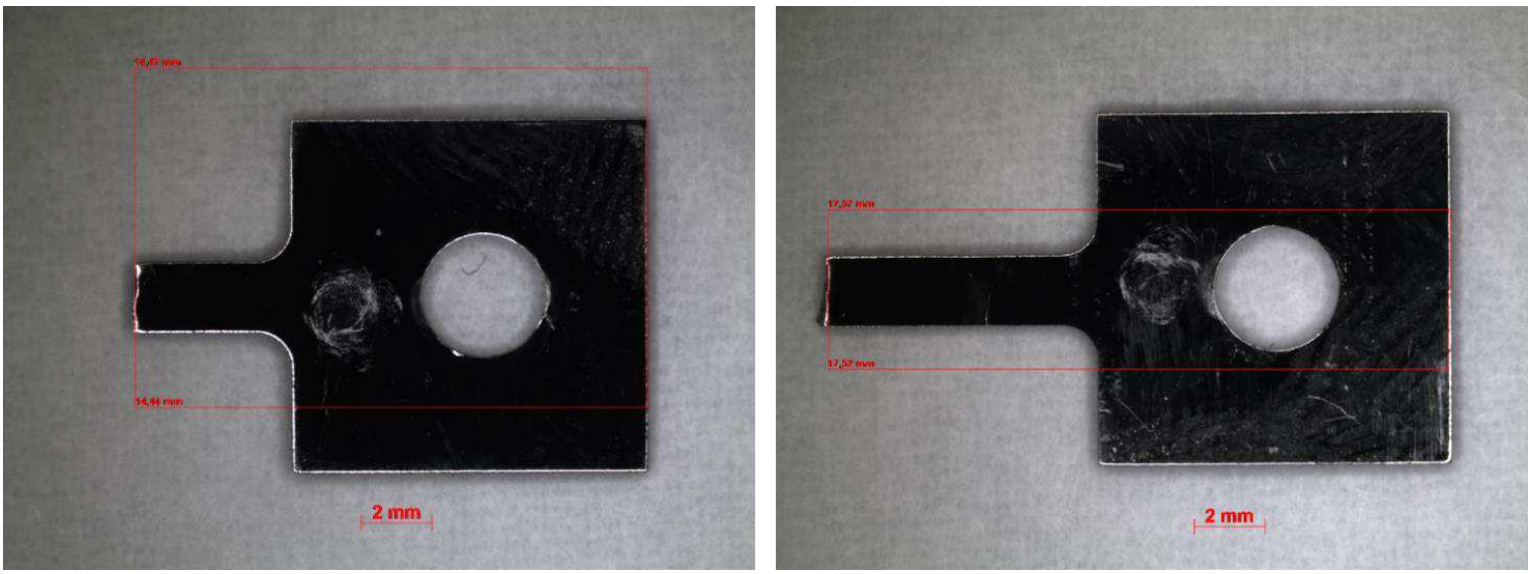



*Figure V. 19: observations optiques après rupture de la micro-éprouvette en Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C*

#### *5.4.1.1. Observations sur Ti 17 à l'état de réception*

Lors des essais in-situ, plusieurs zones intergranulaires présentant des couches de phase $\alpha_{GB}$ continues ainsi que plusieurs zones intragranulaires contenant principalement des lamelles ont été choisies et suivies pas à pas à chaque incrément de chargement. Concernant l'état de réception, le seuil d'apparition de la première bande dans les zones observées est situé autour de 850 MPa.

La comparaison des images à un chargement de 740 MPa (Figure V. 20.a) et avant la rupture (Figure V. 20.b) à 980 MPa montre dans le cas de la zone intergranulaire une déformation faisant apparaitre progressivement des bandes au sein de certaines lamelles ainsi qu'au sein de la phase $\alpha_{GB}$. La chronologie d'apparition de ces bandes est matérialisée par des flèches numérotées de 1 à 4 sur la Figure V. 20. La déformation se localise principalement au sein du liseré épais de phase $\alpha_{GB}$ et procède par glissement des grains le long de cette phase intergranulaire (Figure V. 20.b).

La même comparaison a été établie entre des zones intragranulaires, à un chargement de 740 MPa (Figure V. 21.a) et à l'état pré-rupture (Figure V. 21.b) à 980 MPa. La comparaison fait apparaitre des traces de glissement parallèles entre elles et perpendiculaires à l'axe de chargement dans le cas de l'état pré-rupture. Ces bandes traversent les limites microstructurales constituées par les lamelles, et ne sont pas contenues par les interfaces lamelle/matrice.

Il est également intéressant de constater que la déformation entre grains d'une même zone d'observation n'est pas homogène. Ainsi la Figure V. 22 montre une seconde zone intergranulaire où des bandes de glissement perpendiculaires au chargement et traversant les frontières de lamelles commencent d'abord à apparaitre dans le grain A. Le grain B montre à son tour quelques traces de glissement de manière différée et dans une moindre mesure que le grain A. Cette chronologie est matérialisée par des flèches numérotées par 1 et 2 sur les figures. Le grain C n'est quant à lui que peu affecté par la déformation.

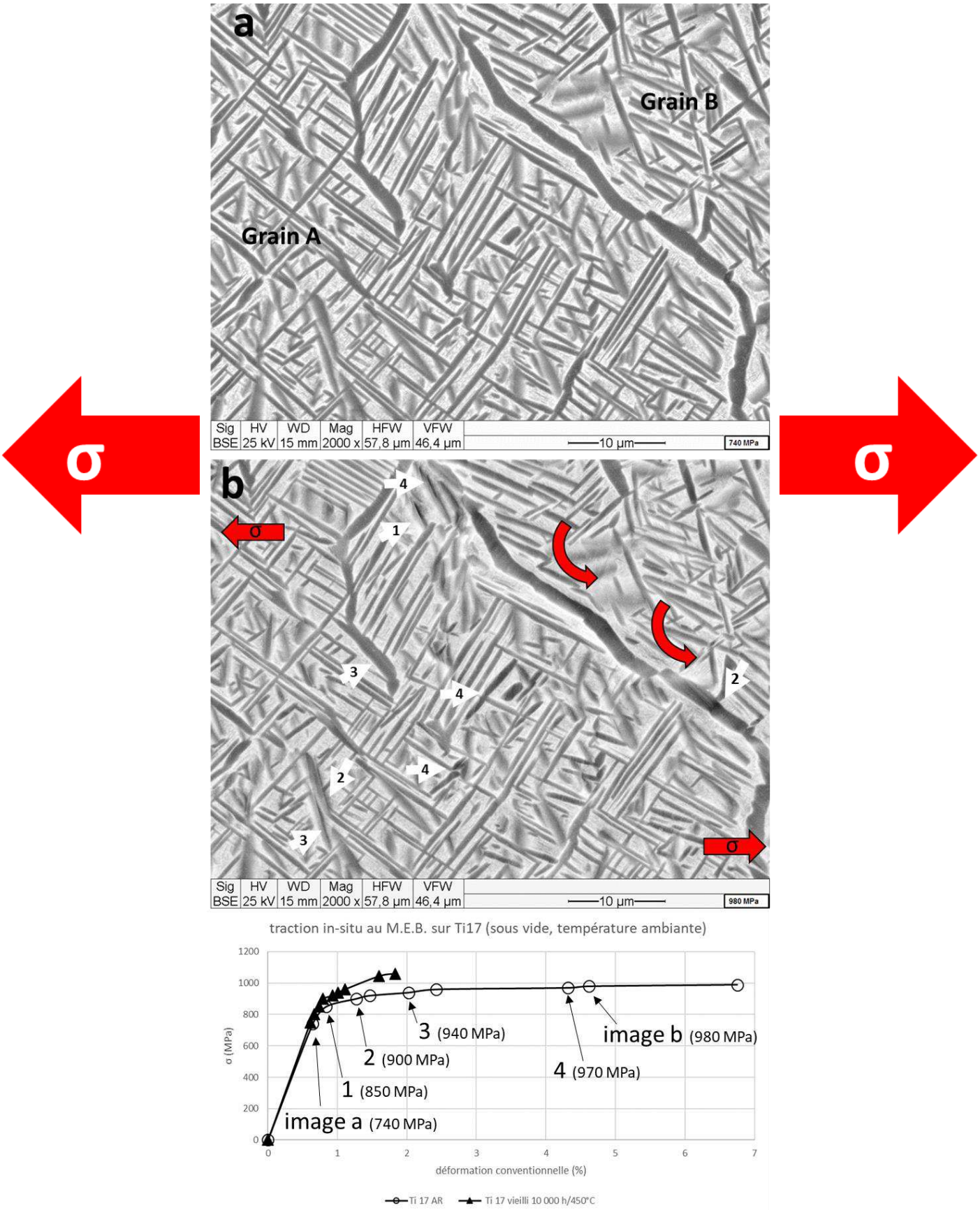



*Figure V. 20: observations de l'éprouvette en Ti 17 à l'état de réception durant les essais in-situ : a) la zone intergranulaire à 740 MPa, b) état pré-rupture à 980 MPa de la même zone intergranulaire*

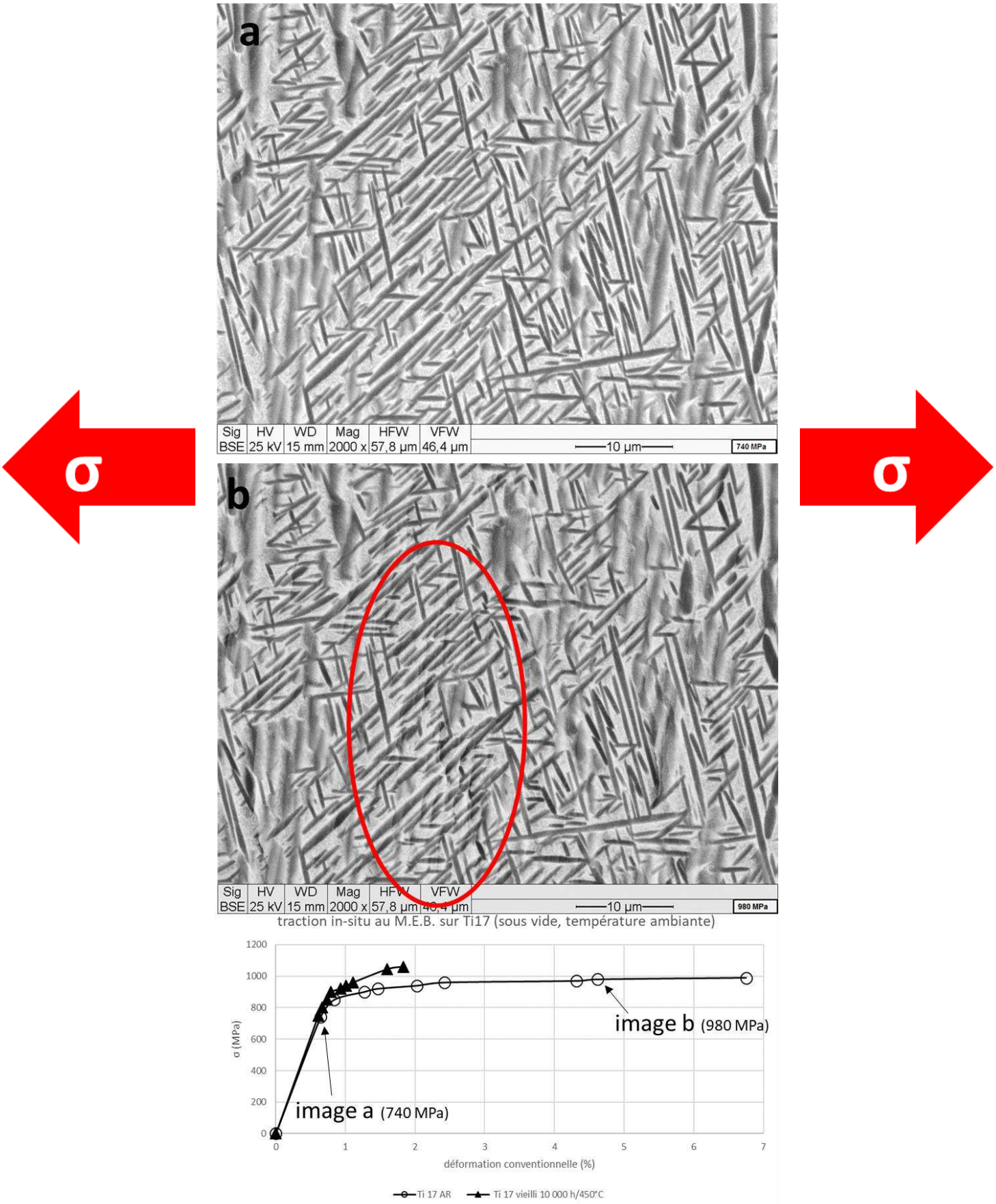



*Figure V. 21: observations de l'éprouvette en Ti 17 à l'état de réception durant les essais in-situ : a) zone intragranulaire à 740 MPa, b) état pré-rupture à 980 MPa de la même zone intragranulaire*

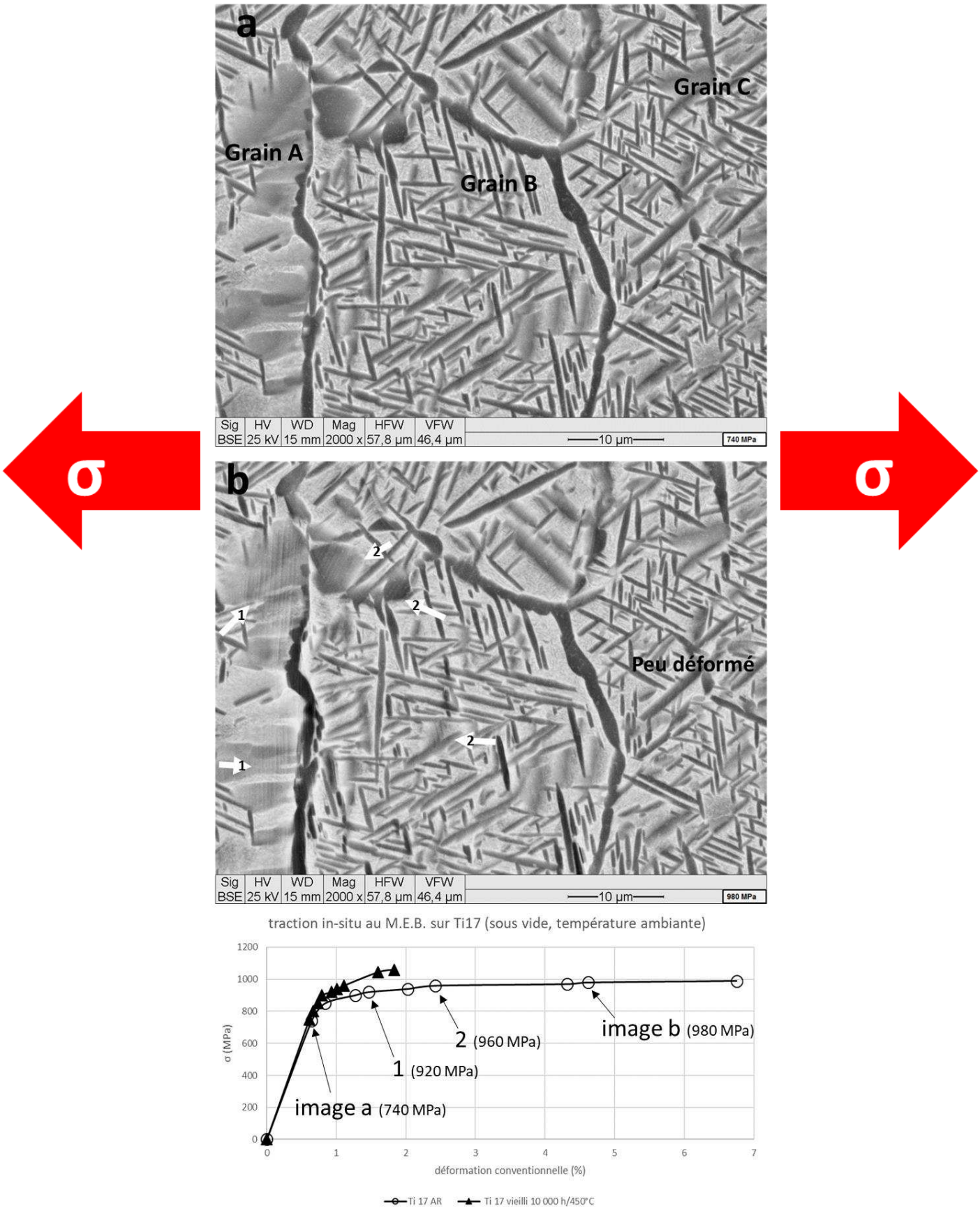



*Figure V. 22: observations de l'éprouvette en Ti 17 à l'état de réception durant les essais in-situ : a) seconde zone intergranulaire à 740 MPa, b) état pré-rupture à 980 MPa de la même zone intergranulaire*

L'hétérogénéité de la déformation au sein d'alliages de titane β-métastables a été étudiée dans les travaux de Duval [7]. Il en ressort que selon l'orientation cristallographique de la phase β évaluée par imagerie EBSD, différents niveaux de déformation se développent au sein des grains. Ainsi les grains dont la matrice β est orientée <111> par rapport à la direction de sollicitation se déforment relativement peu alors que ceux orientés <001> et proches d'un joint de grain peuvent se déformer jusqu'à 10 fois plus que la déformation minimale mesurée. Duval identifie ainsi les grains orientés suivant la direction <001> vis-à-vis de la direction de traction, et dans une moindre mesure ceux orientés selon <110>, comme l'origine de zones déformées de manière plus précoce. Ces résultats viennent appuyer les disparités de déformation entre grains observés dans le cadre de ces travaux.

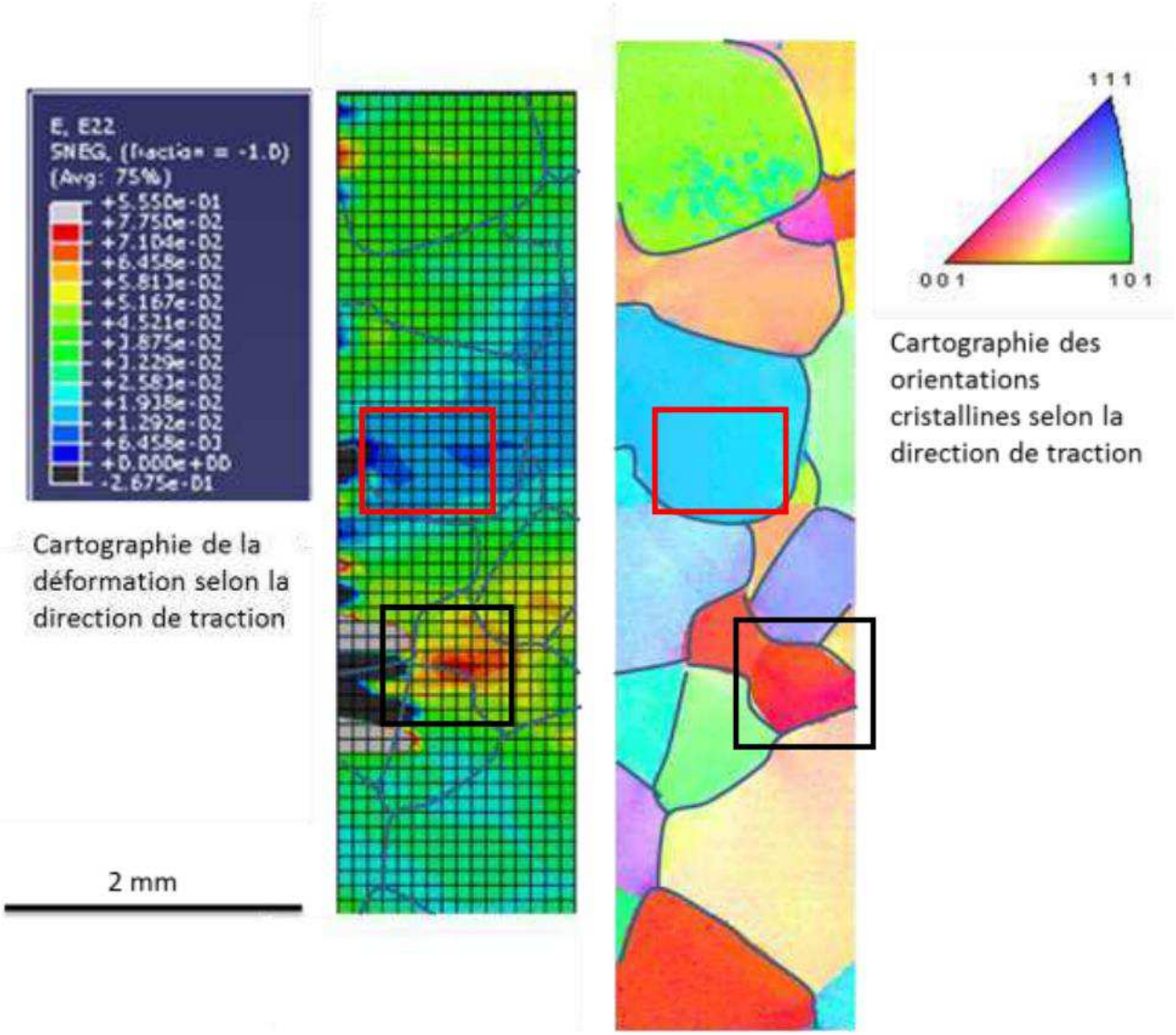



*Figure V. 23: mise en parallèle des champs de déformation obtenus par corrélation d'images avec l'image obtenue par EBSD de la zone utile de l'éprouvette dans les travaux de Duval [7]*

Afin de vérifier le lien entre ces hétérogénéités de déformation et l'orientation cristallographique des grains et des phases en présence, des observations EBSD ont été effectuées sur la longueur de la zone utile d'une éprouvette de traction in-situ en Ti 17 à l'état de réception. L'indexation des orientations est effectuée ici à l'instar des travaux de Duval, c'est à dire en prenant comme référence l'axe de traction (axe TD du chapitre 2). Ces cartographies sont présentées sur la Figure V. 24 en référençant d'une part l'orientation de la phase α (Figure V. 24.a) puis de la phase β (Figure V. 24.b). La phase α montre peu d'hétérogénéité d'orientation cristallographique à l'échelle des ex-grains β avec une dominante de couleurs jaune et vert se référant à des orientations relativement proches sur le triangle standard. Cependant, la phase $\alpha_{GB}$ indique localement aux joints de grains une désorientation notable (dominante bleue) contrastant avec le reste de l'éprouvette. Ce désaccord d'orientation cristallographique peut être à la source d'incompatibilités de déformation conduisant à la concentration de celle-ci au niveau de la phase $\alpha_{GB.}$ Ceci peut contribuer à expliquer en partie le rôle de point faible à l'endommagement de cette phase intergranulaire, avec une transmission difficile de la déformation.

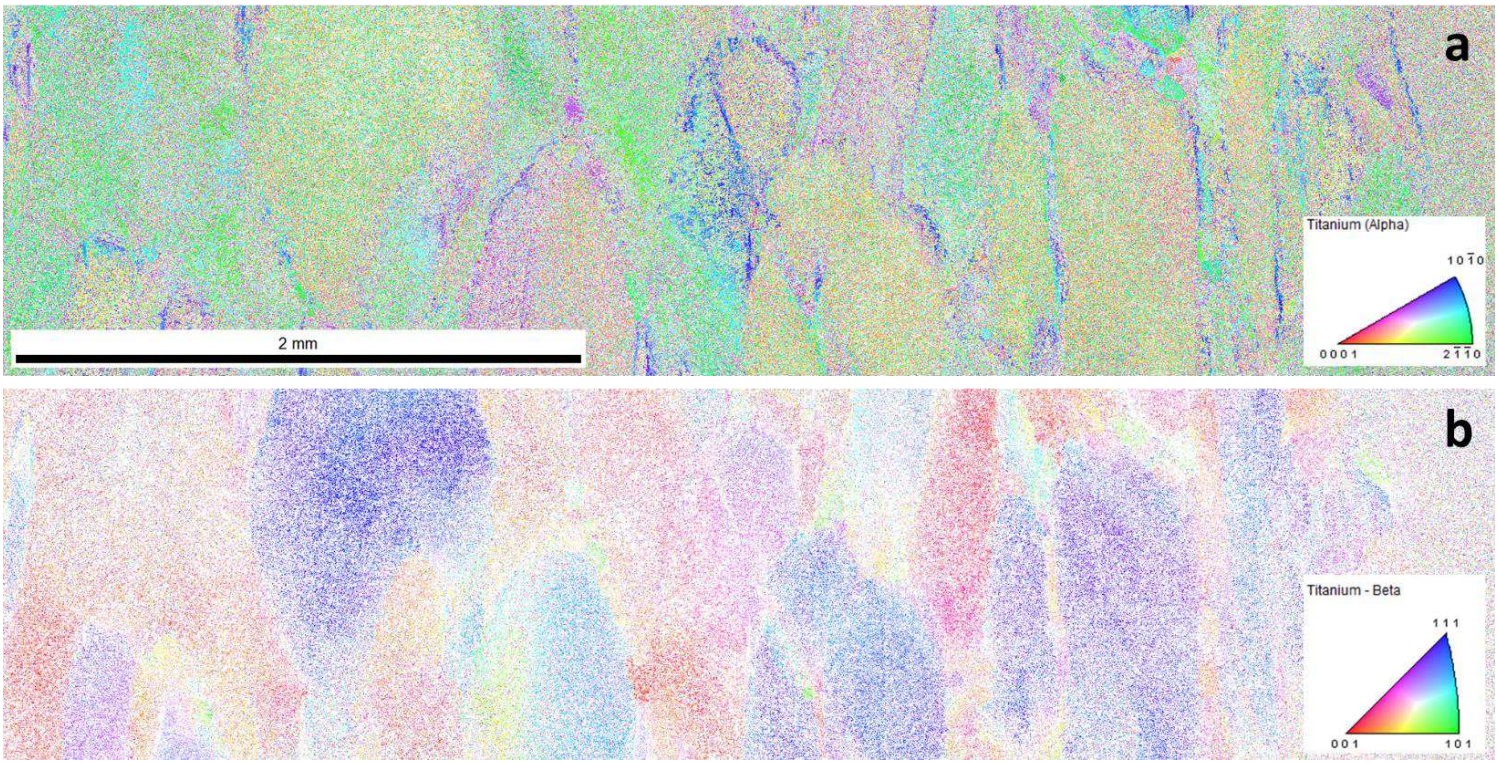



*Figure V. 24: cartographie EBSD de l'orientation des phases pour le Ti 17 à l'état de réception : a) phase α, b) phase β*

La phase β montre en comparaison une désorientation plus marquée entre grains avec des dominantes rouges et bleues indiquant des orientations opposées sur triangle standard : <001> pour la couleur rouge, <111> pour le bleu. Au regard des travaux de Duval, il est à supposer que les grains à dominante bleue auront moins tendance à se déformer que les grains à dominante rouge. Cette anisotropie de la phase β entre grains est ainsi à l'origine de la forte hétérogénéité de déformation intragranulaire d'un grain à l'autre.

#### *5.4.1.2. Observations sur Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C*

Dans le cas du Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C, le suivi d'une zone intergranulaire montre l'apparition de bandes de glissement à 960 MPa. Contrairement à l'état de réception où les bandes traversaient les lamelles α indifféremment de ces obstacles microstructuraux, le cas vieilli montre des bandes de glissement confinées au sein d'une lamelle, indiquées par des flèches sur la Figure V. 25. Relativement peu d'activité plastique est constatée au sein des zones observées vis-à-vis de l'état de réception.

Au sein des zones intragranulaires observées sur la Figure V. 26 l'apparition des bandes de glissement intervient autour de 900 MPa en restant toujours confinées au sein d'une lamelle. Le passage à 1060 MPa conduit à une importante relaxation d'environ 100 MPa dès l'arrêt de la traction, suivi peu de temps après par la rupture. Il est nécessaire de pondérer les résultats précédents en rappelant le caractère extrêmement localisé de la déformation dans le cas vieilli, qui doit être pris en compte avant d'analyser les évènements se produisant au sein des zones d'observation. En effet, les zones observées ne montrent que très peu de bandes de glissement, et ce même si la rupture finale se produit dans le voisinage immédiat d'une zone d'observation.

La Figure V. 27 montre en effet une zone d'observation repérée par un rectangle sombre du fait de la contamination par le faisceau du MEB, à environ 200 microns de la zone de rupture. Visiblement, tout l'endommagement est localisé au voisinage de la rupture finale sans que les zones d'observations n'aperçoivent l'évidence ni de déformation plastique, ni d'endommagement. Hormis au voisinage immédiat de la zone de rupture, la plasticité ne se généralise pas contrairement à l'état de réception. Dans le cas du matériau vieilli, les bandes de glissement ont donc pu apparaitre bien plus en amont dans l'histoire de chargement qu'au sein des zones d'observation, finalement peu déformées.

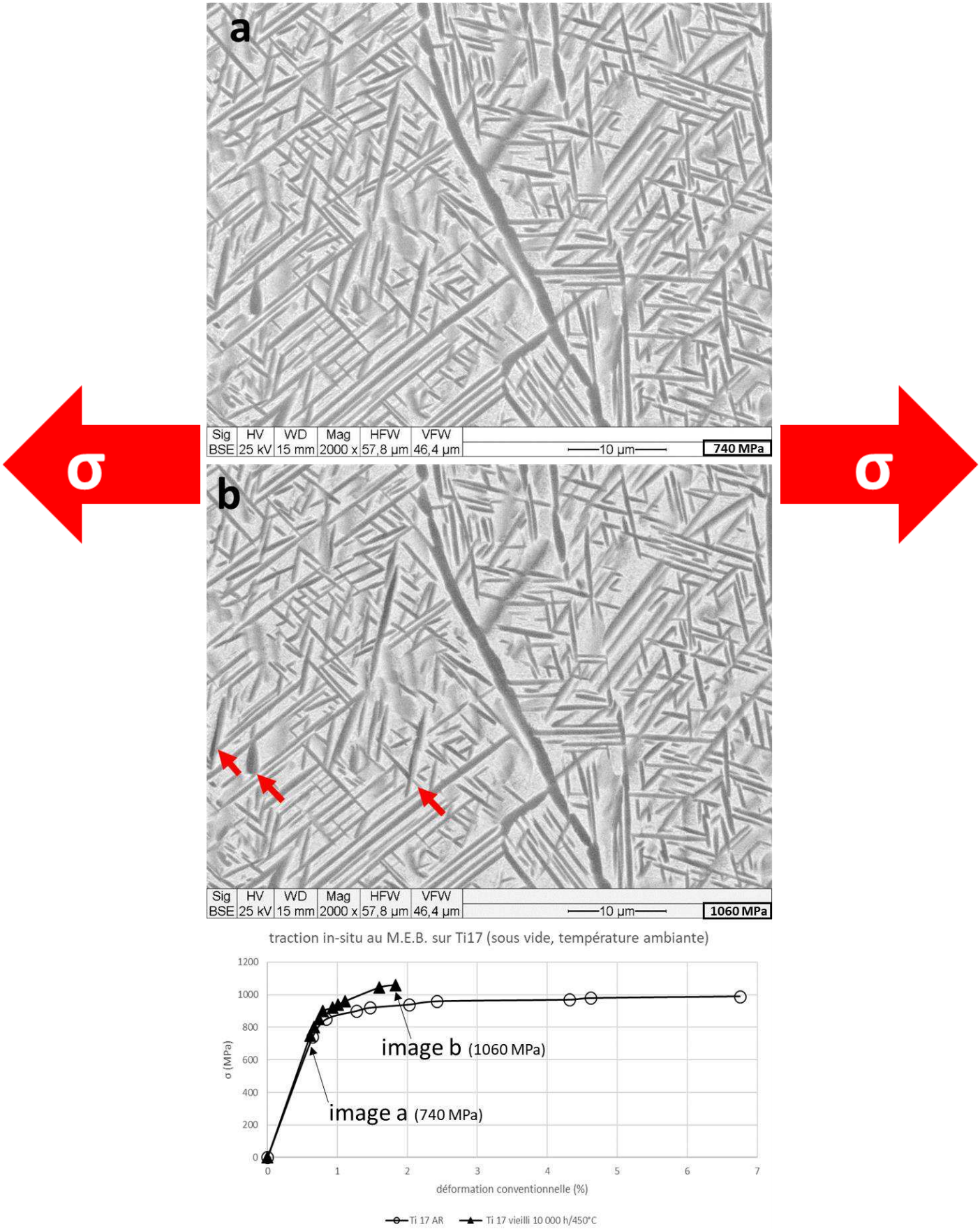



*Figure V. 25: observations de l'éprouvette en Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C durant les essais in-situ : a) zone intergranulaire à 740 MPa, b) état pré-rupture à 1060 MPa de la même zone intergranulaire*

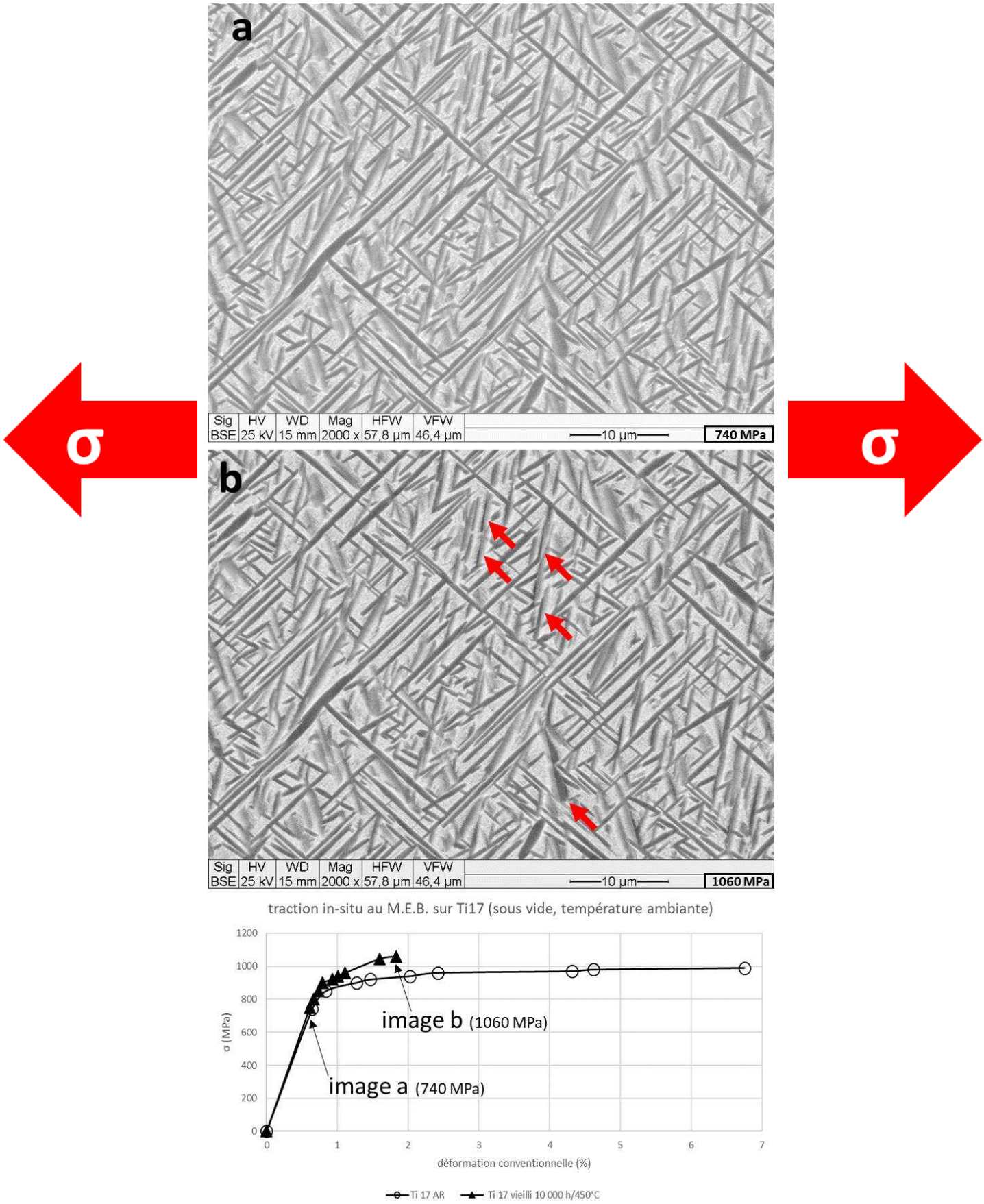



*Figure V. 26: observations de l'éprouvette en Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C durant les essais in-situ : a) zone intragranulaire à 740 MPa, b) état pré-rupture à 1060 MPa de la même zone intragranulaire*

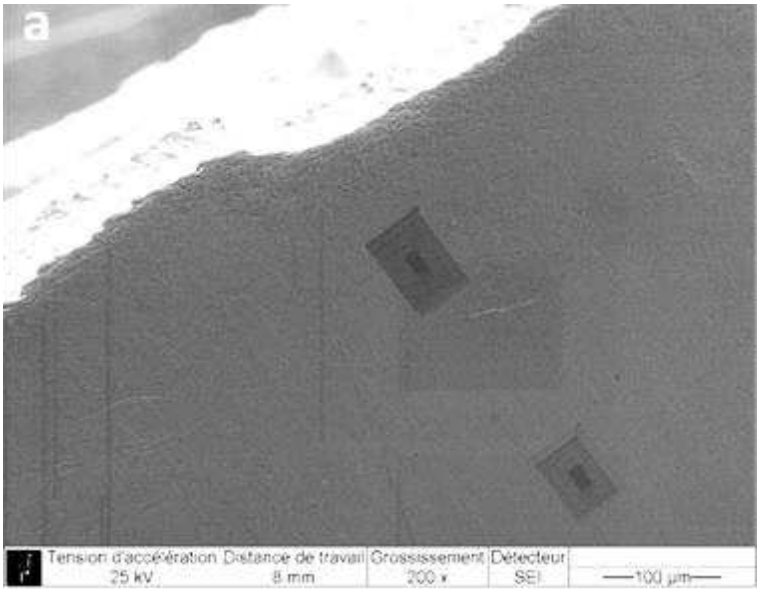



*Figure V. 27: illustration du caractère fortement localisé de la déformation dans l'éprouvette vieillie 10 000 h à 450°C : la rupture se produit à proximité des zones d'observation (rectangles sombres chargés par le faisceau du MEB), ces dernières ne voyant pourtant que peu de déformation plastique.*

*Bilan intermédiaire :*

Le bilan des essais de traction in-situ peut se résumer dans les points suivants :

- Sur le matériau à l'état de réception :
  - Le rôle prépondérant de la phase $\alpha_{GB}$ dans l'accommodation de la déformation est confirmé
  - Les bandes de glissement se développent indifféremment des frontières microstructurales constituées par les lamelles α et les interfaces α/β.
  - Une hétérogénéité de déformation entre grains est observée, liée à l'anisotropie d'orientation cristalline de la phase β
- Sur matériau vieilli 10 000 h/450°C :
  - Relativement peu d'activité plastique est remarquée au sein des zones observées.
  - Le faible nombre de bandes de glissement qui se développent au sein des zones observées est à pondérer par le caractère très localisé de la déformation après vieillissement. Dans la zone de rupture, des bandes de glissement ont pu apparaitre bien en amont de l'histoire de chargement.
  - La déformation est largement localisée au sein de zones réduites, les bandes de glissement ne traversent plus les lamelles comme dans le cas à l'état de réception mais restent confinées l'intérieur de celles-ci.

### 5.4.2. Examen fractographique des éprouvettes de traction in-situ

Bien que plusieurs zones aient été suivies lors des essais in situ, les observations faites sont par nature très locales. Une investigation du mode d'endommagement à l'échelle globale de la zone utile de l'éprouvette est ainsi nécessaire, avant de pouvoir évaluer qualitativement l'effet du vieillissement sur le comportement en traction in-situ du Ti 17. Cette nécessité est d'autant plus valable pour le Ti 17 vieilli 10 000 h, où le développement de la plasticité est confiné au sein d'une zone réduite. Un croisement d'observations à différents emplacements de la zone utile a donc été effectué.

#### *5.4.2.1. Observations sur Ti 17 à l'état de réception*

L'observation de la zone utile de l'éprouvette en Ti 17 à l'état de réception montre sur les Figure V. 28.a et Figure V. 28.b une amorce de la rupture finale sur un liseré de phase $\alpha_{GB}$, confirmant le rôle de point faible de cette phase en fissuration, abordé dans la bibliographie [6,8,9].

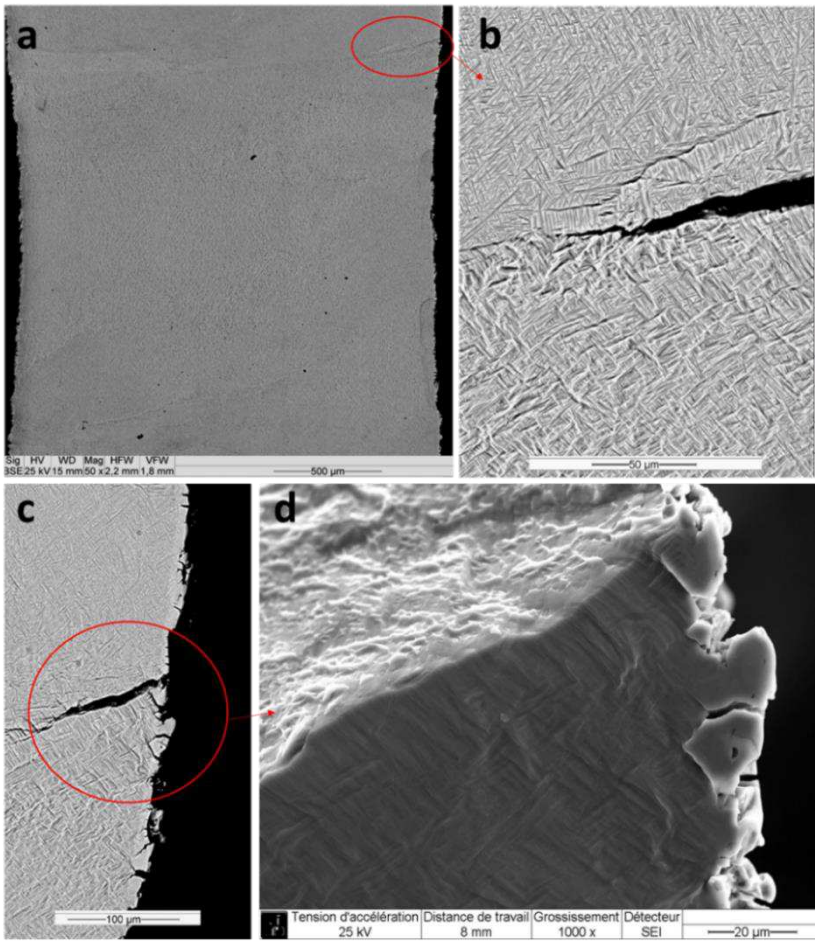



*Figure V. 28: amorce de la rupture sur la phase $\alpha_{GB}$ dans le cas de l'éprouvette en Ti 17 à l'état de réception (striction observée à environ 970 MPa).*

Les observations MEB rapportées sur les Figure V. 28.c et Figure V. 28.d, montrent que la décohésion au niveau de la phase $\alpha_{GB}$ laisse un aspect de surface caractéristique, relativement lisse avec des traces de matière détachée.

Plus loin de la fissure, la plasticité s'étend au-delà de la zone de rupture comme rappelé sur la Figure V. 29 dans le cas de l'état de réception. La déformation franchit également les frontières microstructurales associées aux lamelles et s'étend sur toute la surface de l'éprouvette. Une déformation importante est enfin constatée aux joints de grain sur la Figure V. 30 (voir flèches) confirmant ainsi le rôle prépondérant de la phase $\alpha_{GB}$ dans le processus d'accommodation de la déformation.

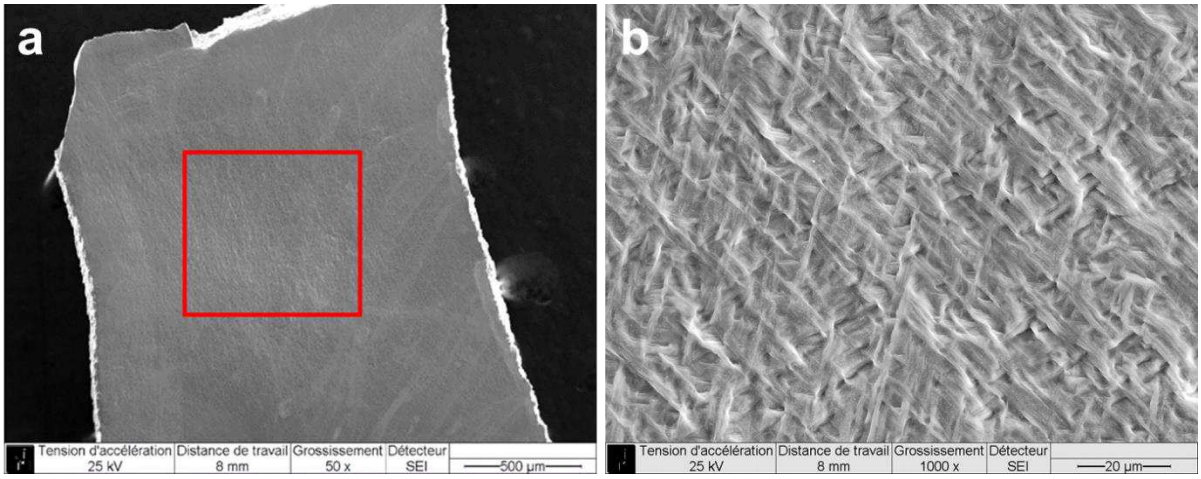



*Figure V. 29: Ti 17 à l'état de réception, à cœur de zone utile : la déformation dépasse les limites microstructurales et s'étend sur toute la surface de l'éprouvette*

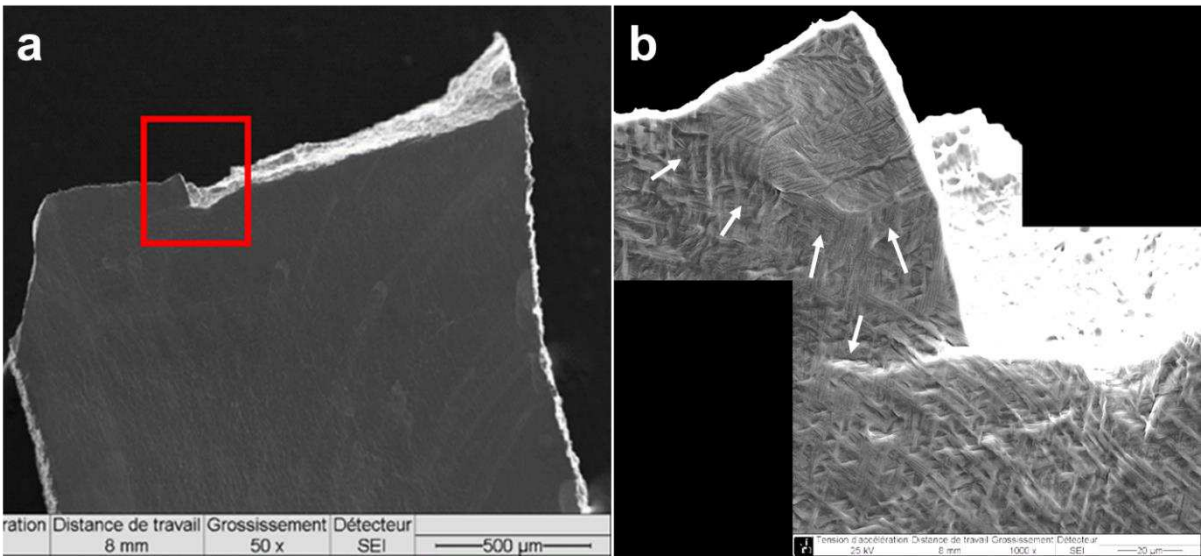



*Figure V. 30 : Ti 17 à l'état de réception, au voisinage de la zone de rupture : plasticité étendue, déformation supportée par les joints de grain*

Egalement à cœur de zone utile, la déformation affectant préférentiellement la phase $\alpha_{GB}$ ductile est retrouvée, conduisant à l'apparition de cavités comme l'indiquent les Figure V. 31.a, b et c.

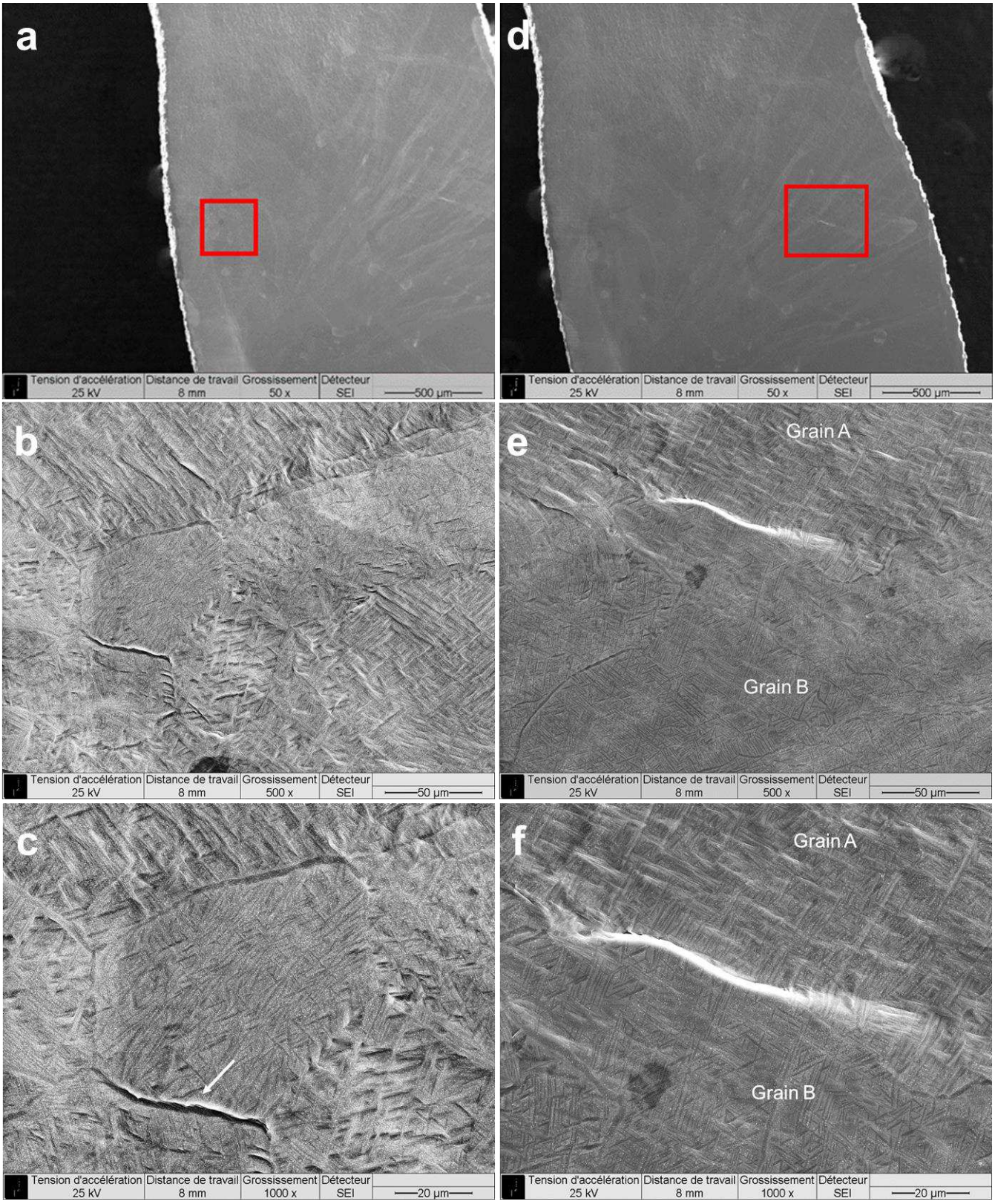



*Figure V. 31: Ti 17 à l'état de réception, à cœur de zone utile : a) à c) déformation préférentielle de la phase αGB et initiation d'une cavité, d) à f) déformation hétérogène entre grains*

La forte hétérogénéité de déformation entre grains due à anisotropie de la phase β est également confirmée à cœur d'éprouvette. Sur la Figure V. 31.d, e et f, le grain A exhibe une multitude de bandes de glissement apparaissant en contrastes clairs, tandis que le grain B est relativement peu déformé.

A ce stade, il ressort clairement que la déformation est concentrée principalement au niveau de la phase $\alpha_{GB}$, qui apparait avec un contraste clair important (Figure V. 31.f). La phase α intragranulaire apparaissant sous forme de lamelles montre une bonne cohésion avec la matrice β (contrastes clairs moins intenses). Les observations sur le Ti 17 à l'état de référence ne montrent pas d'endommagement notable localisé au sein de ces lamelles.

### *5.4.2.2. Observations sur Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C*

Dans le cas de l'échantillon vieilli 10 000 h à 450°C, les observations ont été conduites à un niveau de déformation à rupture plus faible que l'état de réception (rupture à 1,8% de déformation totale contre 6,8% pour l'état de réception). La phase $\alpha_{GB}$ conserve en partie son statut de point de déformation majeur et la disparité des états de déformation entre grains est présente à l'instar de l'état de réception, comme illustré sur la Figure V. 32.

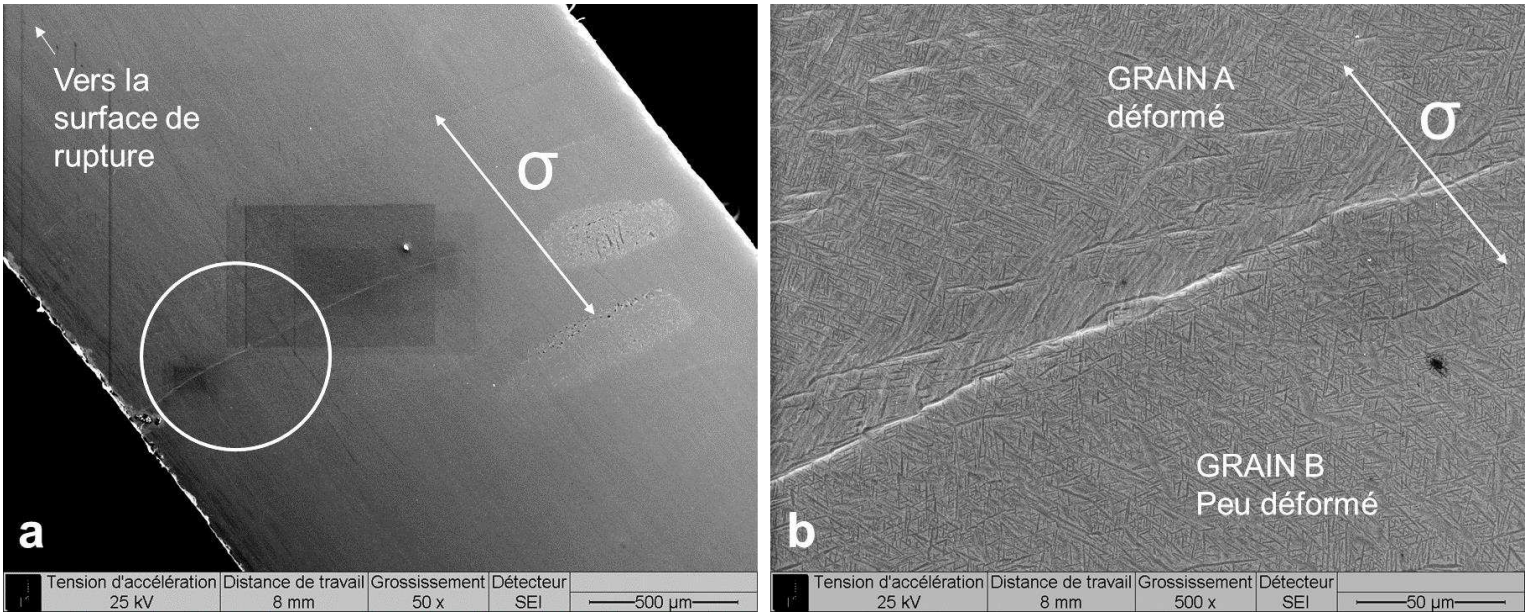



*Figure V. 32: Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C, à cœur de zone utile montrant une hétérogénéité de la déformation entre grains*

Cependant, l'activité plastique est modifiée au sein du grain suite au vieillissement, et prend un caractère fortement localisé au niveau des lamelles α intragranulaires. Ce constat est illustré sur la Figure V. 33. Certains variants de lamelle α semblent se déformer préférentiellement, comme en témoignent les lamelles de même orientation morphologique marquées par le contraste sur la Figure V. 33. Il est nécessaire de garder à l'esprit que l'orientation tridimensionnelle des lamelles au sein du grain

conditionne la réponse de celles-ci face à la déformation. Il a notamment été mis en avant dans le chapitre bibliographique que les décohésions de lamelles se produisaient favorablement à l'interface de lamelles dont l'angle avec la fissure était inférieur à 45 degrés [7].

D'après les observations des traces de décohésion de lamelles sur les faciès des éprouvettes de fissuration, la localisation de la déformation est attendue au niveau des interfaces $\alpha_p$/matrice $\beta$. Ce constat reste vrai si l'on considère la phase $\alpha_{GB}$ qui voit un contraste clair apparaitre au niveau des interfaces. Cependant cette tendance n'est pas toujours respectée. Dans les régions intragranulaires, l'occurrence de ces bandes de glissement ne se produit pas seulement aux interfaces mais également à cœur des lamelles $\alpha_p$ comme l'indique la Figure V. 34.c.

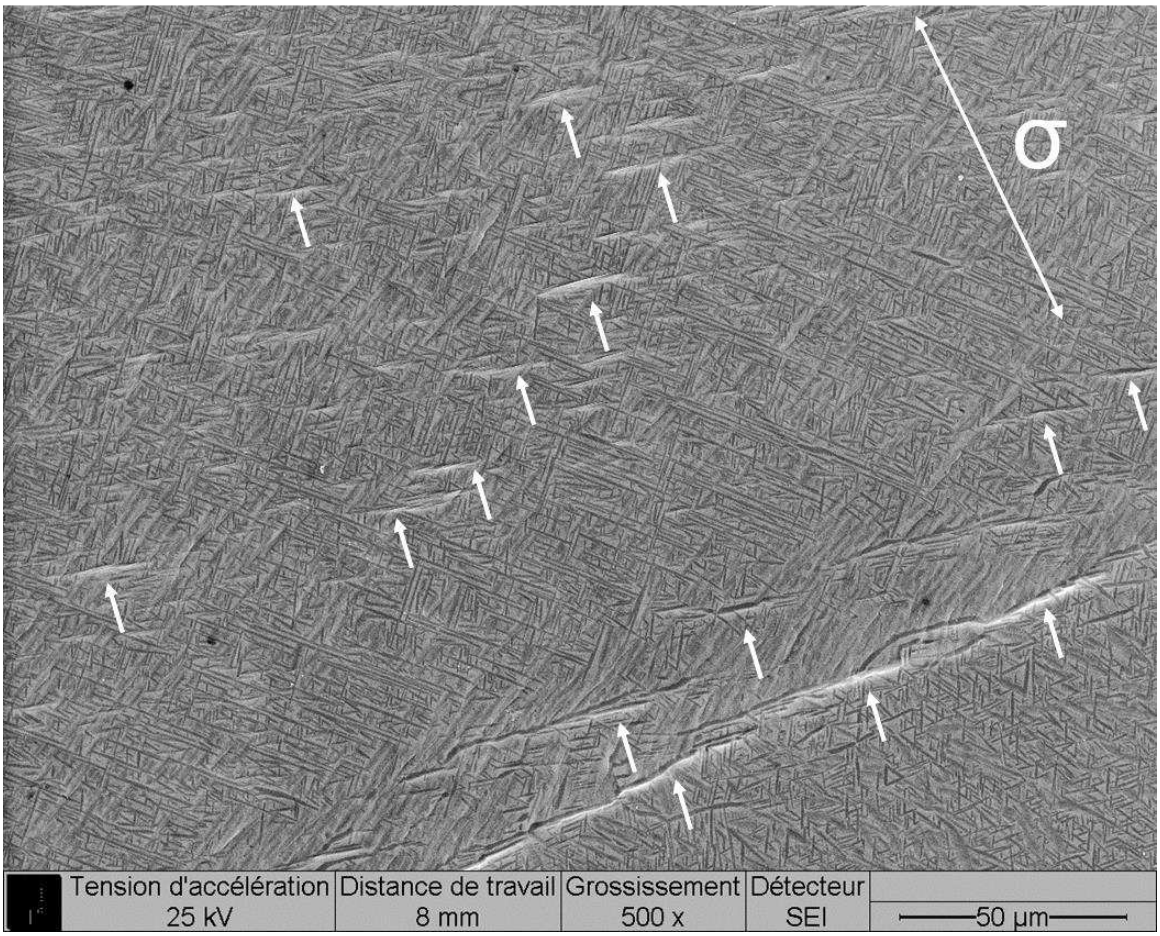



*Figure V. 33: Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C, à cœur de zone utile : déformation préférentielle au niveau de certains variants de lamelles α*

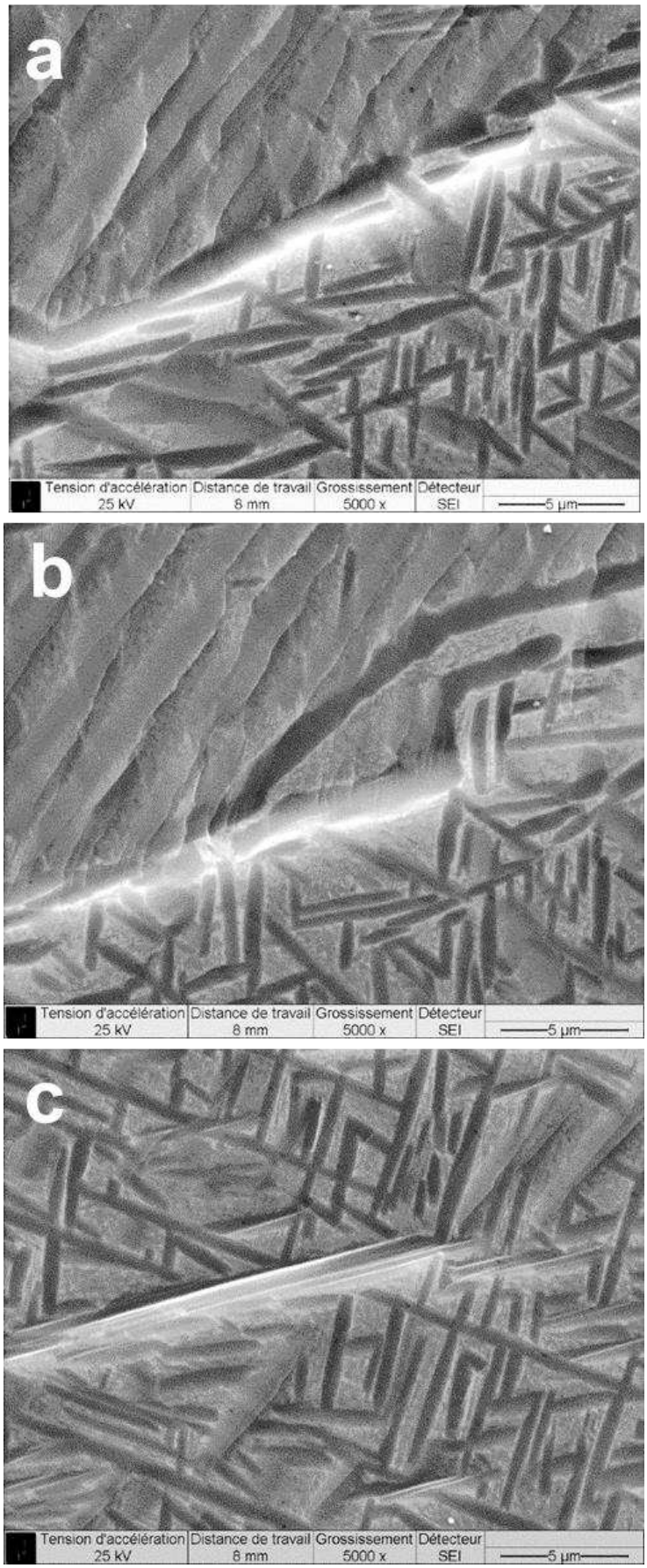



*Figure V. 34: a) et b) déformation aux interfaces lamelles/matrice, c) mais aussi à cœur de lamelle α au sein du Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C*

Suivant ces observations, l'endommagement au sein de l'état vieilli peut être analysé suivant deux modes principaux :

- Un mode α INTERgranulaire : endommagement localisé à l'interface $\alpha_{GB}$/ matrice β
- Un mode α INTRAgranulaire : nucléation des bandes et fracture à cœur de lamelle

Ces deux schémas sont illustrés sur la Figure V. 35 montrant des grossissements successifs d'une zone à cœur de zone utile. Les deux modes d'endommagement sont illustrés en particulier sur la Figure V. 35.d où l'apparition des bandes à la fois à l'interface et à cœur de lamelle α est discernable (flèches).

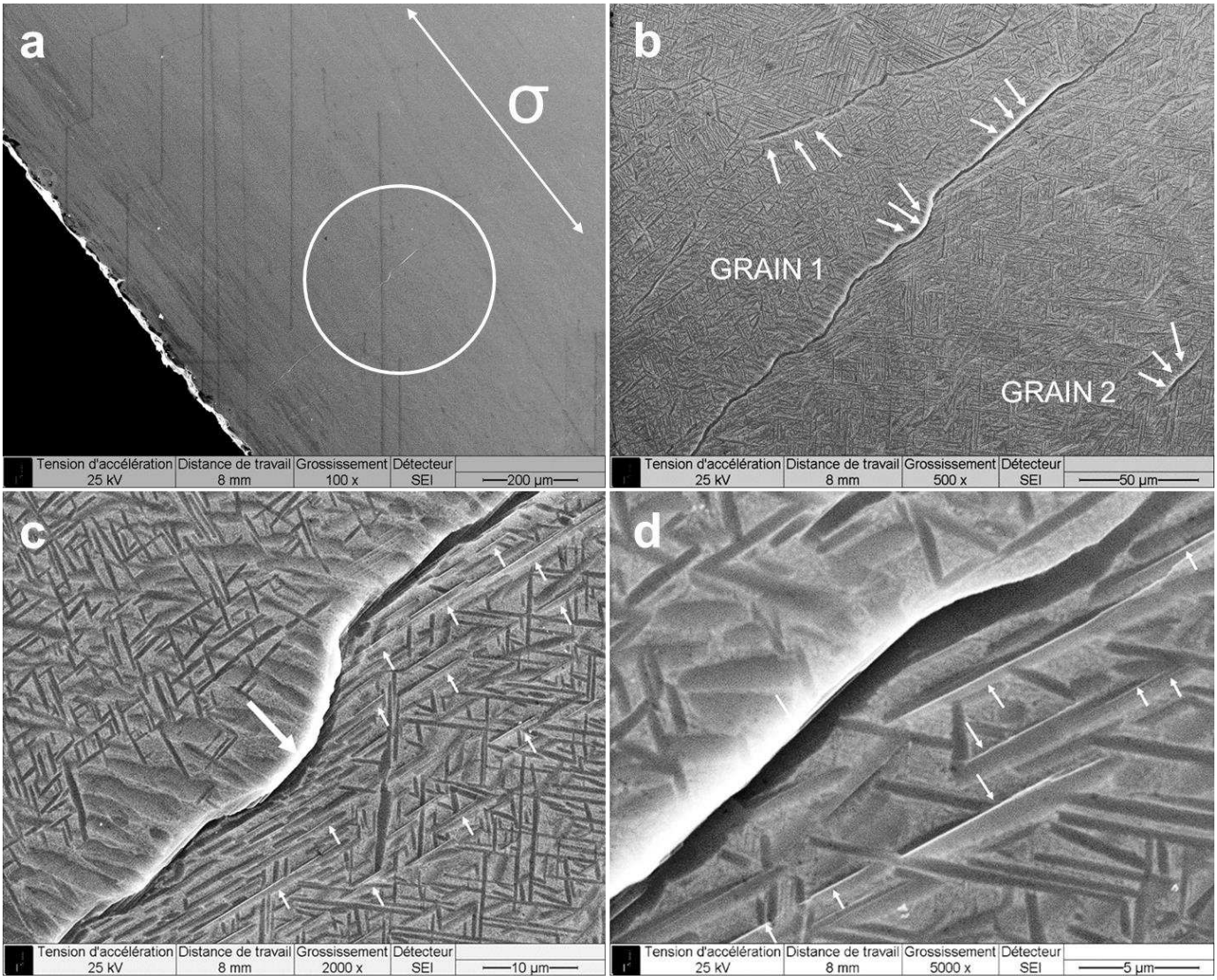



*Figure V. 35: Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C, à cœur de zone utile : a) et b) grossissement sur une zone présentant une déformation importante de la phase $\alpha_{GB}$, c) et d) grossissement sur une zone montrant à la fois une déformation interfaciale dans le cas de la phase $\alpha_{GB}$, et à cœur pour les lamelles α intragranulaires*

Consécutivement aux observations précédentes, il convient sans doute de revoir l'analyse des empreintes observées après les essais de fissuration initialement interprétées comme des signes de décohésion intervenant directement aux interfaces de lamelles. Un scénario alternatif de formation de ces traces est proposé sur la Figure V. 36. Ce scénario envisage notamment une rupture à cœur de lamelle avant la décohésion finale. Un tel schéma est appuyé par la suite par les observations menées dans la zone proche de la rupture finale, où les étapes de rupture numérotées de 1 à 3 sont reportées près des détails pertinents (Figure V. 37).

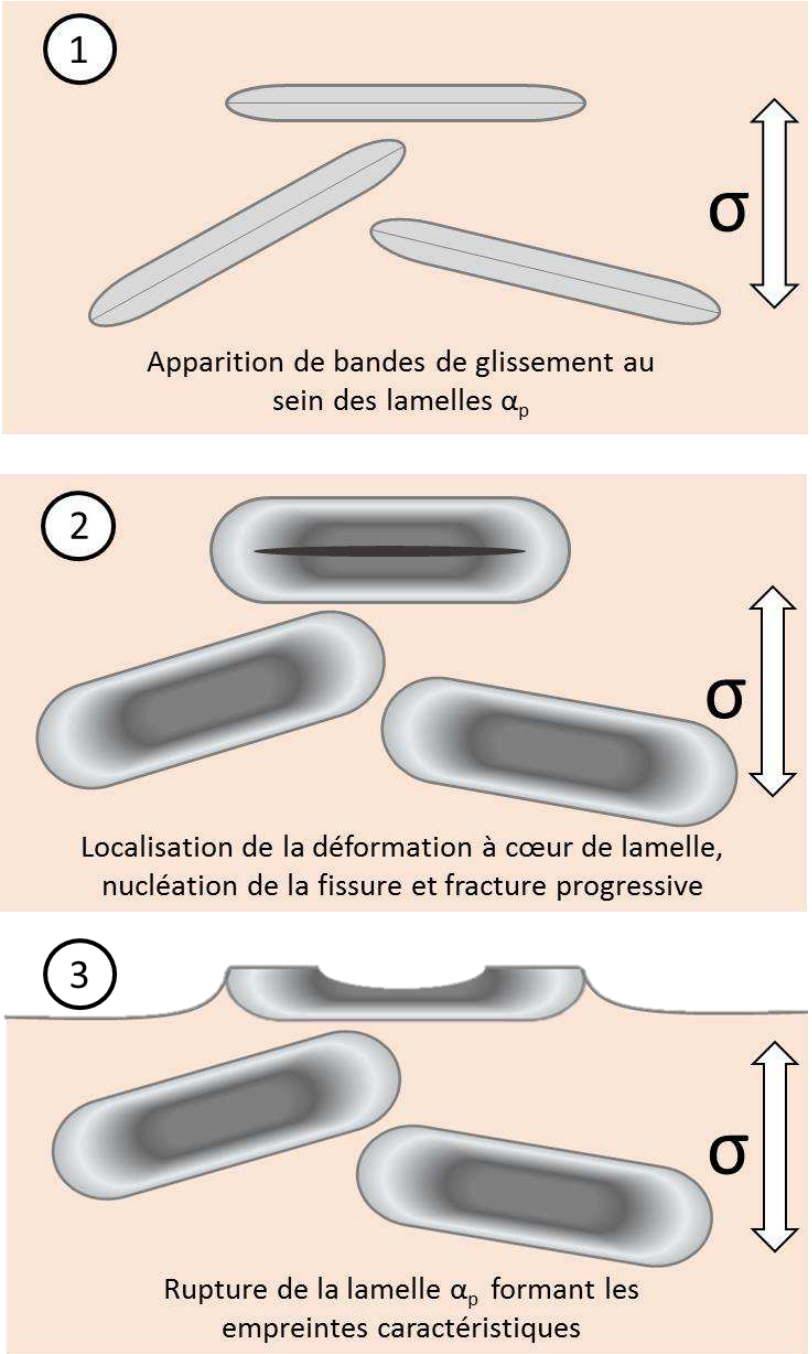



*Figure V. 36: schéma du processus de formation des empreintes de lamelles proposé, suivant un endommagement à cœur de lamelle α*

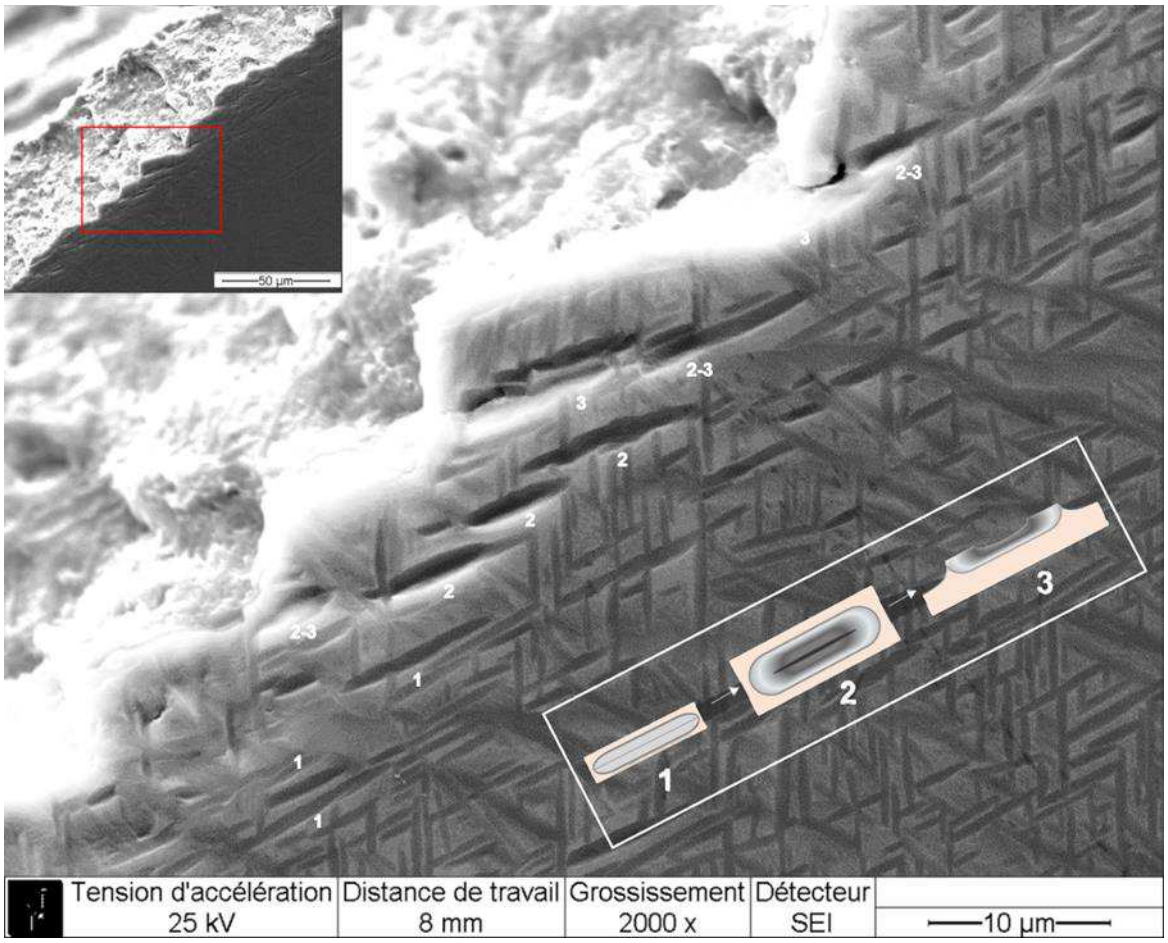



*Figure V. 37: schéma du processus de formation de ces traces de décohésion de lamelles appliqué à la zone de rupture de nature transgranulaire pour le Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C*

La Figure V. 38 présente une seconde zone proche de la rupture pour l'éprouvette de Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C montrant la compétition entre l'endommagement intra- et intergranulaire consécutif au vieillissement. Malgré la présence d'une densité surfacique importante de liserés de phase $\alpha_{GB}$ à proximité de la rupture, l'endommagement ne semble pas affecter cette phase fléchée sur la Figure V. 38.a. Sur la Figure V. 38.b, les lamelles α semblent être plus affectées, avec des morphologies proches des stades 1 à 2 du processus de formation des empreintes de lamelles explicité précédemment.

Par ailleurs, une zone d'observation en traction in-situ est visible (rectangle sombre contaminé par le faisceau du MEB sur la Figure V. 38.a). L'activité plastique peu visible au sein de la zone d'observation, est concentrée sur la zone de rupture pourtant voisine que d'une centaine de microns, soulignant une nouvelle fois le caractère très localisé de la déformation.

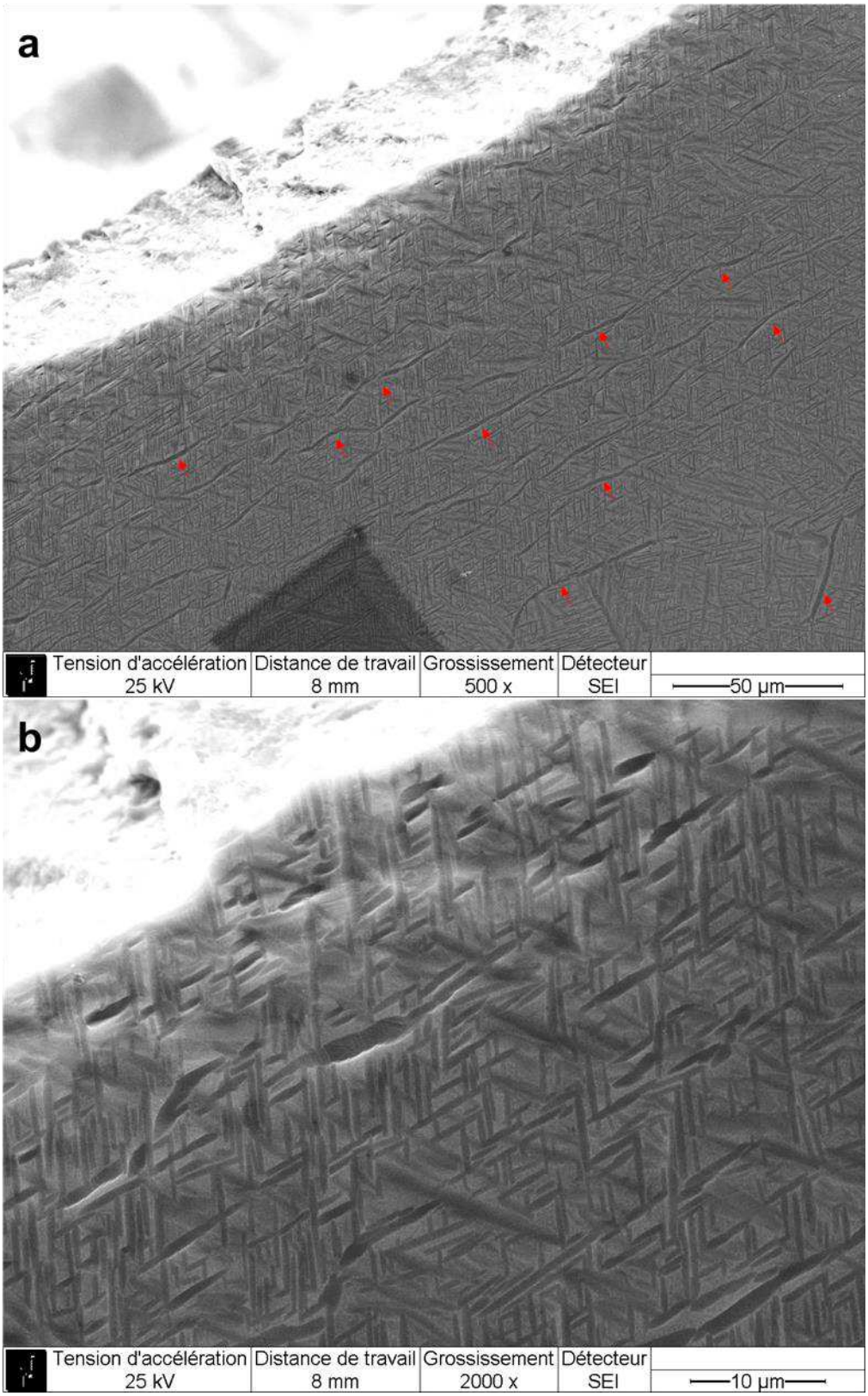



*Figure V. 38: concurrence entre l'endommagement aux interfaces pour la phase $\alpha_{GB}$ fortement présente au voisinage de la surface de rupture (a), et à cœur de lamelles α, en faveur des lamelles α (b).*

### *5.4.2.3. Comparaison des mécanismes de rupture entre état de réception et état vieilli*

Les faciès des éprouvettes à l'état de réception et à l'état vieilli 10 000 h à 450°C sont présentés sur les Figure V. 39 et Figure V. 40 respectivement. Dans le cas de l'état de réception, la surface de rupture a été subdivisée en 4 zones de manière à décrire l'ensemble du faciès. La conclusion de ces observations est une tendance générale à la rupture ductile par formation de cupules comme illustré sur la Figure V. 41. Dans le cas du matériau vieilli 10 000 h à 450°C, la zone identifiée comme site d'amorçage de la rupture finale et présentée sur la Figure V. 42.a montre des traces de lamelles orientées dans le sens de la progression de la rupture. Cette zone a également été subdivisée en 3 zones détaillées sur la Figure V. 42 pour l'analyse fractographique. Les conclusions sont les suivantes :

- Zone 1 : près de la surface, des détails microstructuraux difficiles à traiter sont visibles, l'aspect de surface reste chaotique malgré la présence de quelques empreintes de lamelles
- Zone 2 : en s'éloignant de la surface, les empreintes de lamelles sont plus facilement discernables, toujours orientées dans le sens de la propagation de la rupture
- Zone 3 : les détails visibles sont très sensiblement similaires à ceux observés sur les surfaces de rupture en fissuration à $\Delta K>12MPa.m^{1/2}$, sur le matériau vieilli 10 000 h/450°C testé à température ambiante. En particulier les mêmes empreintes de lamelles sont observées. La Figure V. 43 synthétise le détail des traces d'empreintes de lamelle observées à la fois sur le faciès de rupture et sur la zone utile de l'éprouvette, afin de rendre compte en trois dimensions de l'émergence de ces traces d'empreintes

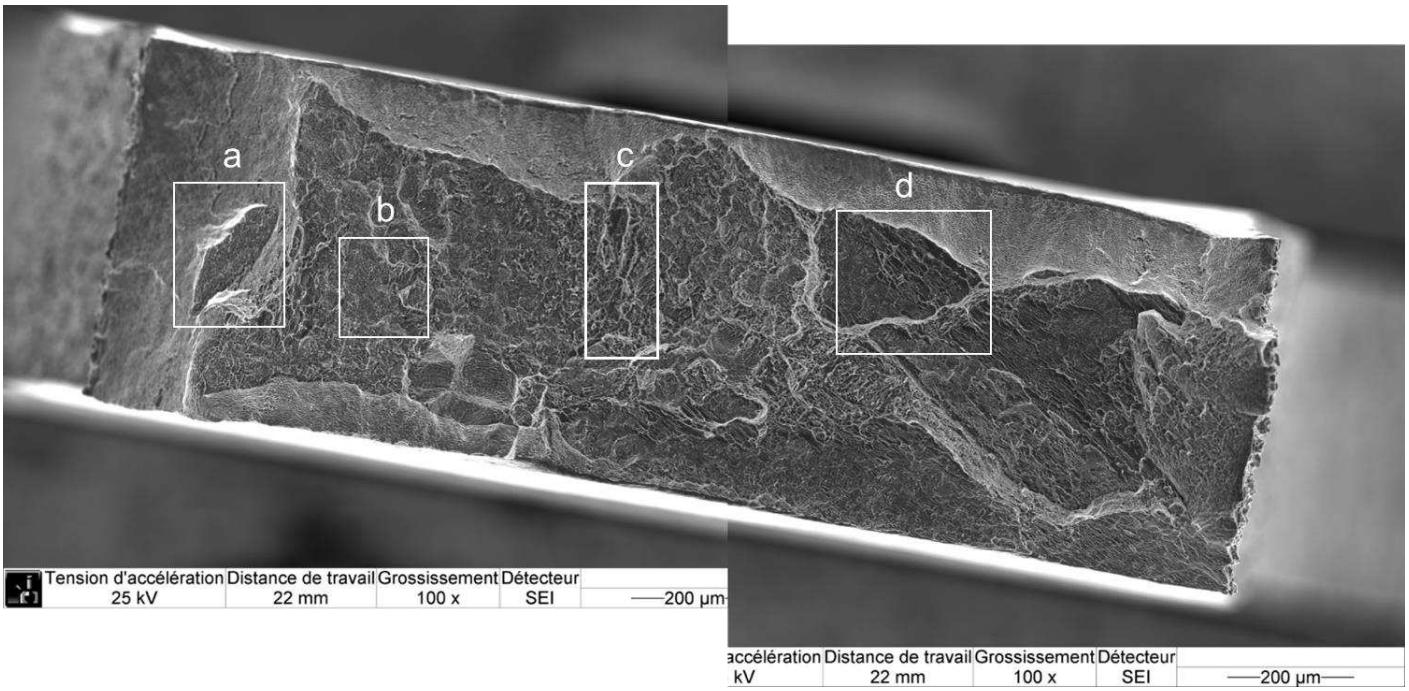



*Figure V. 39: faciès de rupture de l'éprouvette de Ti 17 à l'état de réception : importante réduction de section, relief marqué par des déchaussements d'ex-grains β, cupules (rupture ductile)*

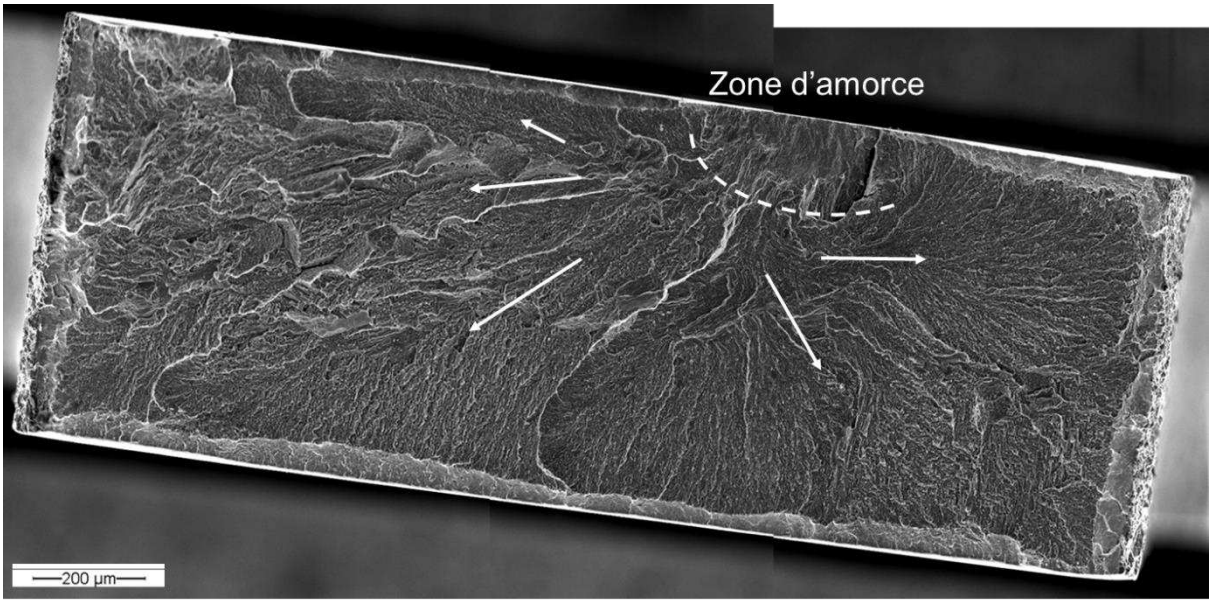



*Figure V. 40: faciès de rupture de l'éprouvette de Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C : faible relief, faciès relativement plat, avec une rupture de nature transgranulaire*

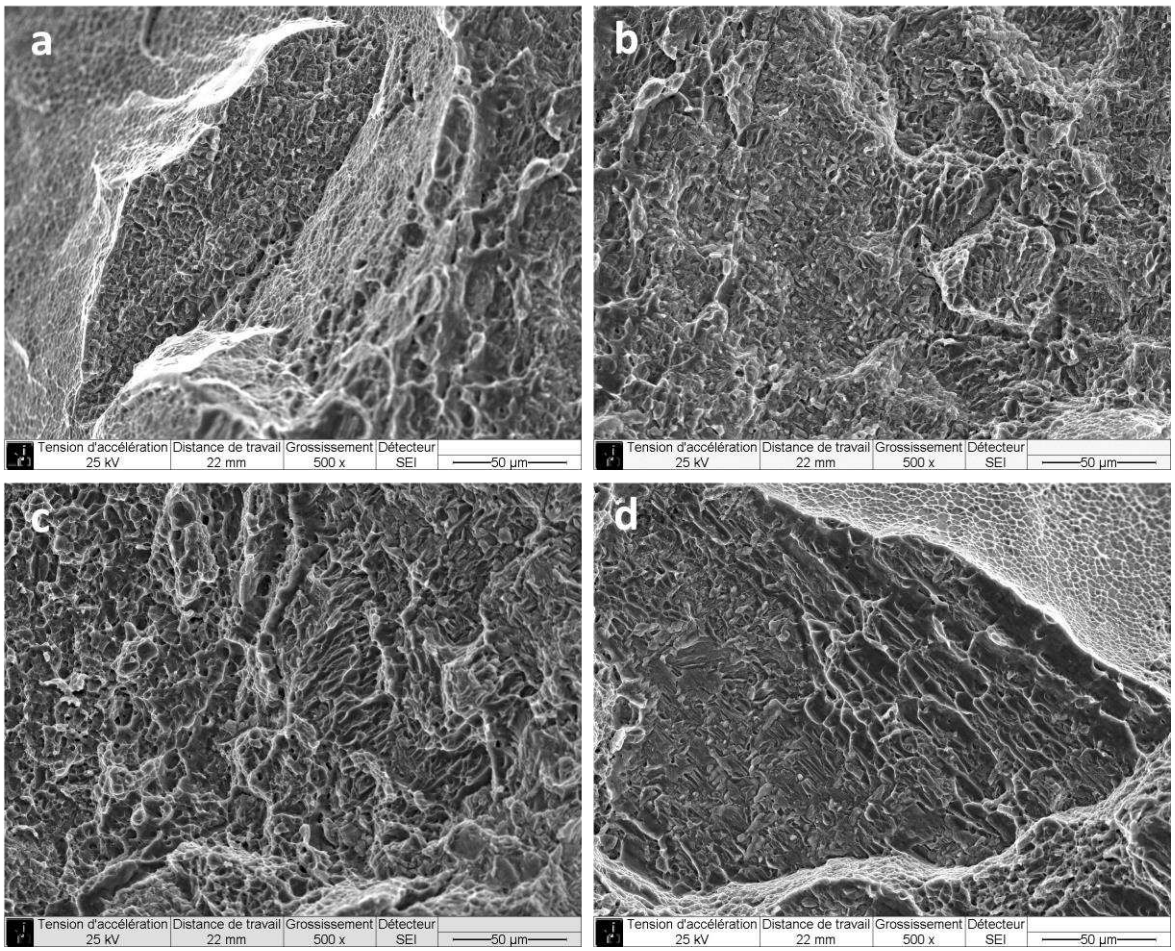



*Figure V. 41: détail des zones a à d des faciès de rupture de l'éprouvette de Ti 17 à l'état de réception : tendance générale à la rupture ductile par formation de cupules*

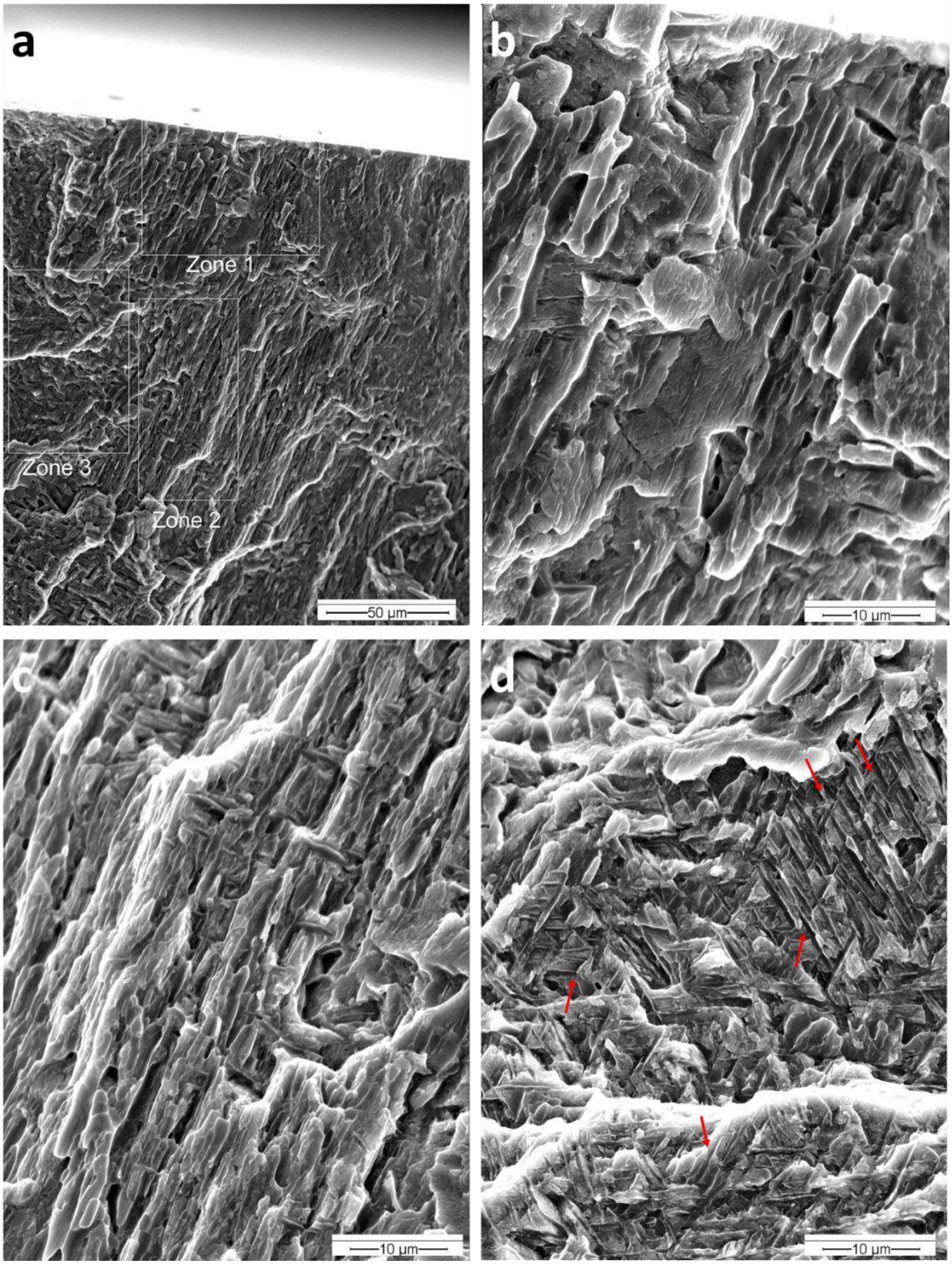



*Figure V. 42: faciès de rupture de l'éprouvette de Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C : a) zone proche de la rupture observée, b) agrandissement sur la zone 1, c) agrandissement sur la zone 2 montrant des traces orientées dans le sens de propagation, d) traces de décohésion de lamelles très sensiblement similaires à celles observées sur le faciès des éprouvettes de fissuration pour le Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C, testé à température ambiante*

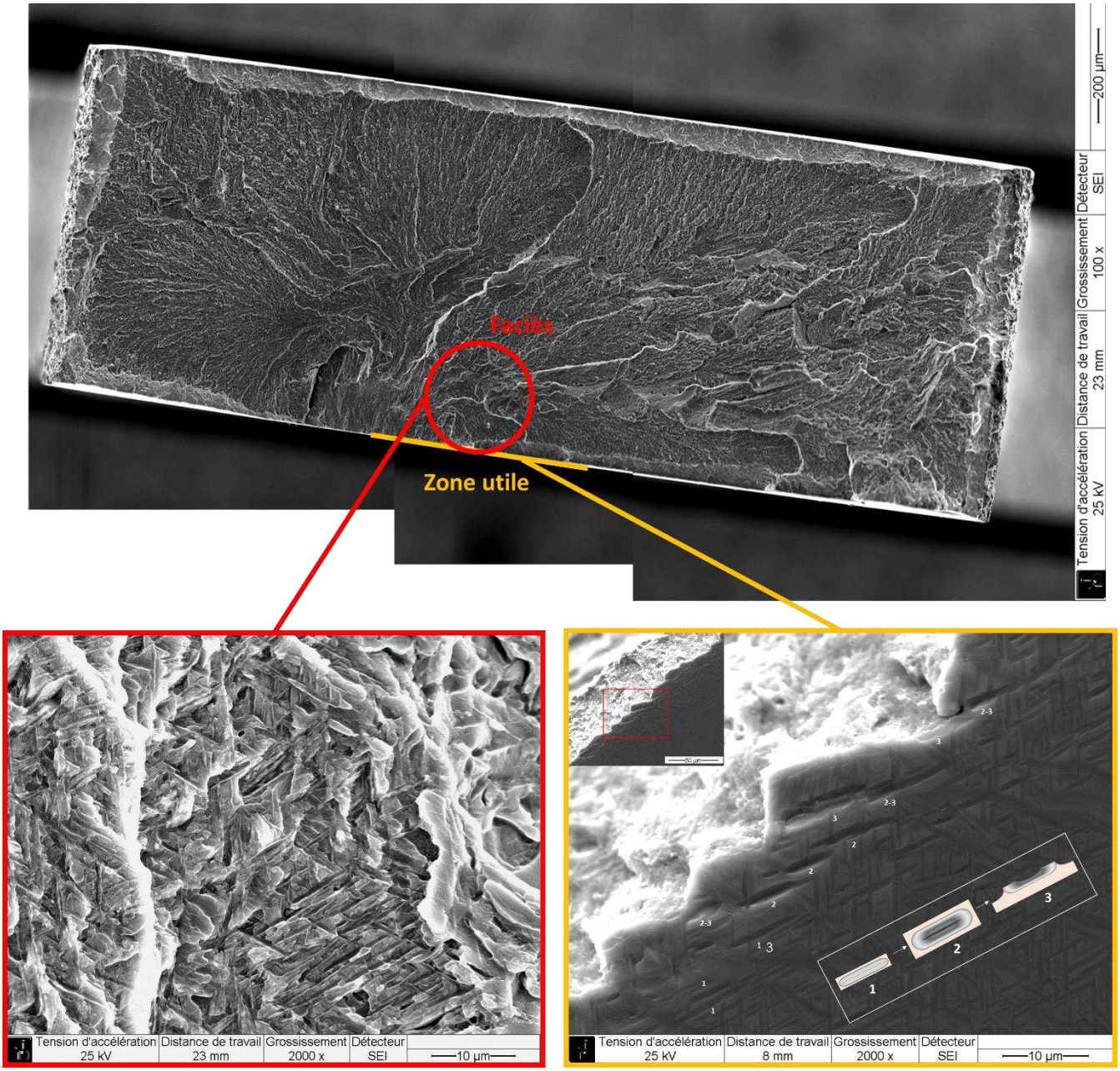



*Figure V. 43: détail des traces d'empreintes de lamelle observées à la fois sur la zone utile de l'éprouvette et sur le faciès de rupture, pour l'éprouvette en Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C*

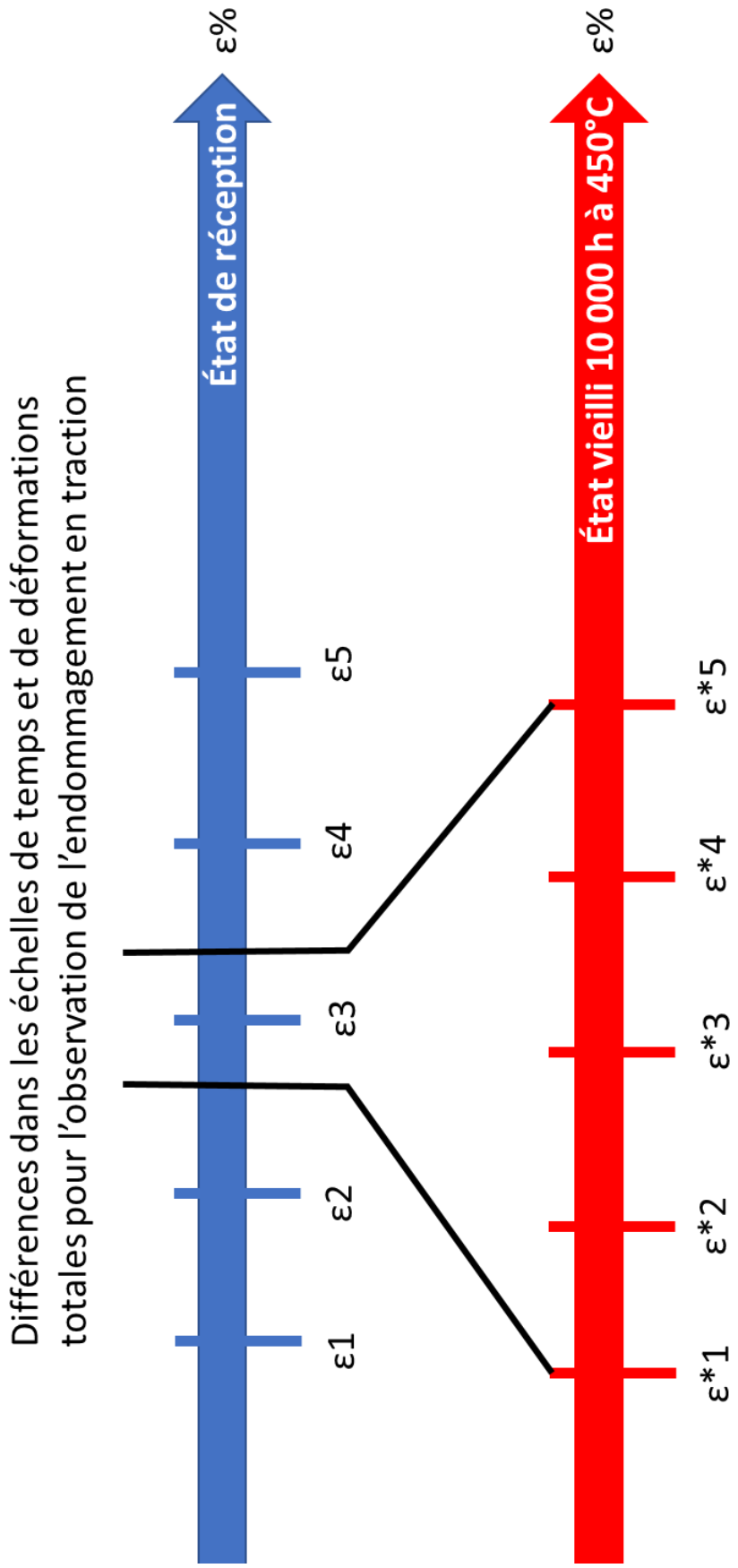
*Bilan intermédiaire*

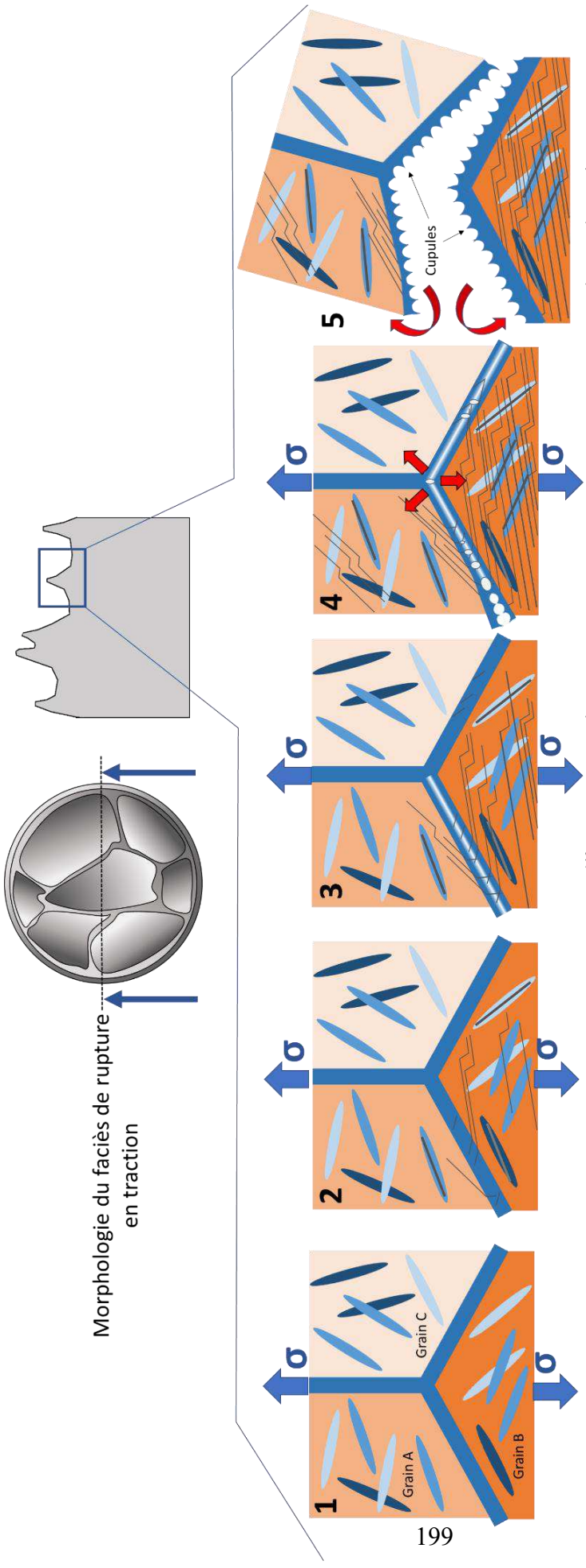
Le bilan des essais in-situ et des observations associées fait clairement apparaitre pour l'état de réception une déformation supportée majoritairement par les couches de phase $\alpha_{GB}$. Ce constat vient confirmer les observations préliminaires faites sur les éprouvettes de comportement cyclique et de traction macroscopique.

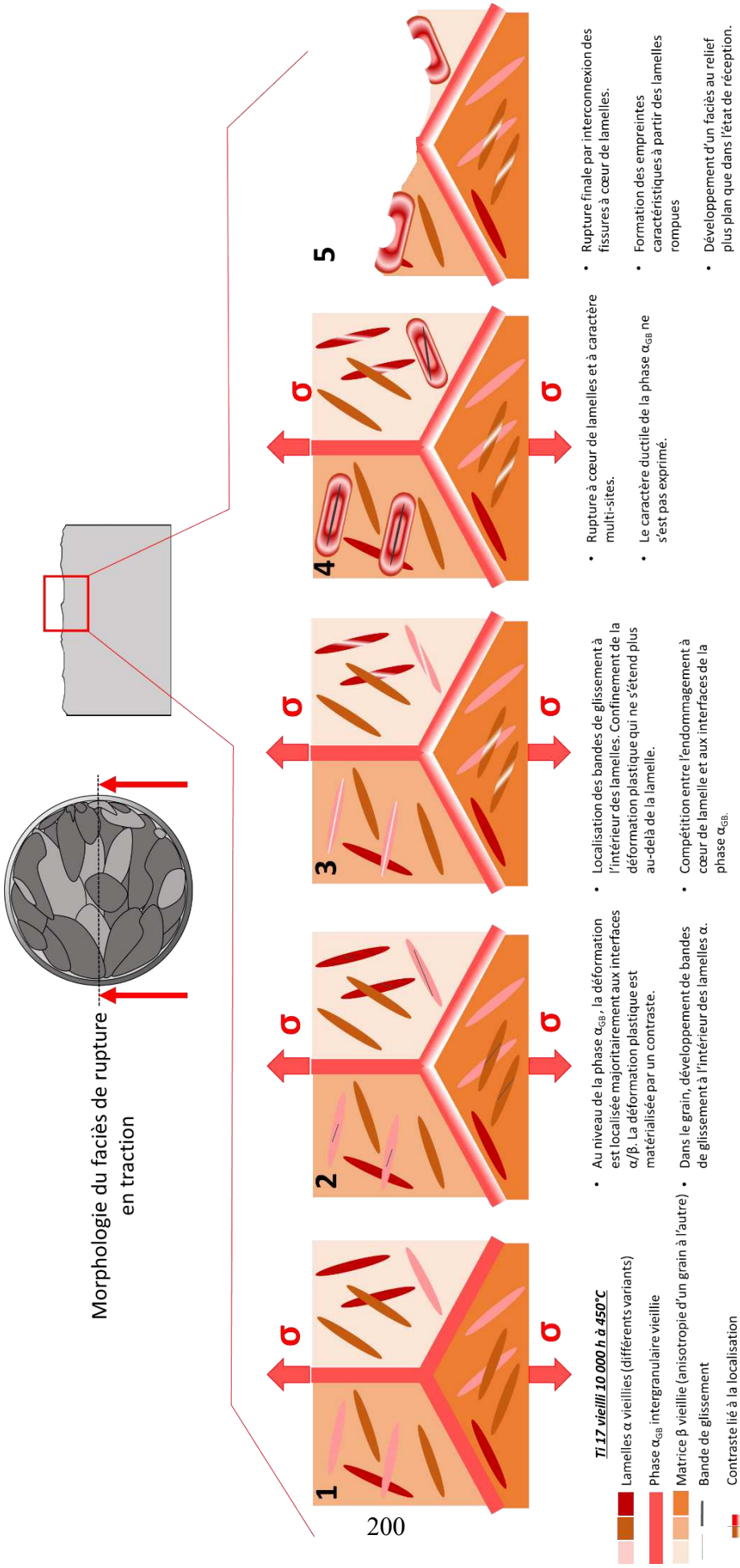
Consécutivement au vieillissement cependant, une localisation de la déformation (matérialisée par la formation de bandes de glissement) apparait à l'échelle de la lamelle α. Ce phénomène serait à l'origine de la disparition de la plasticité généralisée à l'échelle macroscopique, au profit d'un confinement de la déformation plastique au voisinage de la pointe de fissure. Ainsi, le rôle de ces lamelles α intragranulaires, jusque-là mineur dans la déformation pour l'état de réception, prend une importance significative dans l'état vieilli. A l'inverse, la phase $\alpha_{GB}$ intergranulaire semble ne pas pouvoir exprimer son caractère ductile (disparition des cupules) suivant deux schémas hypothétiques :

- Une modification de sa résistance cohésive due aux transformations métallurgiques associées au vieillissement.
- La rupture intervenant de manière précoce empêcherait d'atteindre des conditions de déformation permettant d'observer si la matrice β se déforme effectivement de la même manière que dans l'état de réception. En effet, les modes de déformation puis d'endommagement observés dans le matériau vieilli se produisent au sein d'un domaine précoce et « étroit » dans l'historique de déformation vis-à-vis de l'état de réception. La rupture au sein des lamelles interviendrait alors avant l'activation du mode ductile de la phase $\alpha_{GB}$.

Une compétition s'instaure alors entre un endommagement interfacial dans le cas de la phase $\alpha_{GB}$ intergranulaire, et un endommagement à cœur de lamelles dans le cas des lamelles α intragranulaires. Du fait de la plus grande densité volumique de lamelles α intragranulaires en présence, cette compétition procèderait à la faveur d'une rupture se produisant à cœur des lamelles et à caractère multi-sites. Il en résulte une rupture globalement transgranulaire, plane, avec une plasticité peu étendue et générant des traces « d'empreintes » de lamelles sur les surfaces de rupture, comme il a été observé dans les essais de fissuration, de comportement cyclique et de traction macroscopique. La fragilisation du matériau constatée à l'échelle macroscopique serait la traduction de la localisation à l'échelle microscopique de l'endommagement, conduisant à l'apparition de ces empreintes. Le bilan précédent est synthétisé dans les schémas qui suivent.


Différences dans les échelles de temps et de déformations
totales pour l'observation de l'endommagement en traction
État de réception
ε%
ε1
ε2
ε3
ε4
ε5
État vieilli 10 000 h à 450°C
ε%
ε*1
ε*2
ε*3
ε*4
ε*5


Morphologie du faciès de rupture en traction
1
2
3
4
5
σ
Grain A
Grain B
Grain C
Cupules
Ti 17 état de réception
Lamelles α (différents variants)
Phase $\alpha_{GB}$ intergranulaire
Matrice β (anisotropie d'un grain à l'autre)
Bande de glissement (plus ou moins intenses)
• Déformation du liseré de phase $\alpha_{GB}$
• Au sein des grains, certains variants de lamelles favorablement orientés vis-à-vis du chargement se plastifient en premier.
• Les bandes de glissement s'étendent à travers les lamelles au sein du grain, au delà des interfaces α/β.
• La déformation est principalement concentrée au niveau de la phase $\alpha_{GB}$ ductile (apparition d'un contraste), intersection des bandes de glissement.
• Au sein des grains, déformation le long de bandes de glissement intenses, présence de glissement dévié.
• Selon l'orientation cristallographique de la matrice β, le grain se trouve soit dans le domaine élastique ou plastique. Des disparités de déformation entre les grains A, B et C sont alors constatées.
• Avancée du processus de déformation
• Généralisation de la déformation au sein des grains concernés
• Nucléation de cavités au sein du liseré $\alpha_{GB}$ au niveau des intersections de bandes de glissement. Début de l'endommagement.
• Coalescence des cavités et rupture majoritairement intergranulaire β. Développement d'un faciès au relief marqué.
• La nature ductile de la rupture de la phase $\alpha_{GB}$ est matérialisée par des cupules.


Morphologie du faciès de rupture en traction
σ
1
2
3
4
5
Ti 17 vieilli 10 000 h à 450°C
Lamelles α vieillies (différents variants)
Phase $\alpha_{GB}$ intergranulaire vieillie
Matrice β vieillie (anisotropie d'un grain à l'autre)
Bande de glissement
Contraste lié à la localisation des bandes de glissement
• Au niveau de la phase $\alpha_{GB}$, la déformation est localisée majoritairement aux interfaces α/β. La déformation plastique est matérialisée par un contraste.
• Dans le grain, développement de bandes de glissement à l'intérieur des lamelles α.
• Localisation des bandes de glissement à l'intérieur des lamelles. Confinement de la déformation plastique qui ne s'étend plus au-delà de la lamelle.
• Compétition entre l'endommagement à cœur de lamelle et aux interfaces de la phase $\alpha_{GB}$.
• Rupture à cœur de lamelles et à caractère multi-sites.
• Le caractère ductile de la phase $\alpha_{GB}$ ne s'est pas exprimé.
• Rupture finale par interconnexion des fissures à cœur de lamelles.
• Formation des empreintes caractéristiques à partir des lamelles rompues
• Développement d'un faciès au relief plus plan que dans l'état de réception.

## 5.5. Effet de la composante statique du chargement sur le comportement en fissuration

### 5.5.1. Essais à rapports de charge R différents

A l'issue des analyses précédentes, une similitude entre la morphologie des faciès de rupture en fissuration en traction in-situ a été remarquée, comme illustré sur la Figure V. 44. Les empreintes de lamelles $\alpha_p$ rompues et décollées de la matrice β sont ainsi présentes à la fois dans le cas d'une sollicitation cyclique et d'une traction monotone. L'effet prépondérant de la composante statique du chargement dans l'apparition des décollements semble ainsi ressortir de ce constat. Il a été avancé précédemment que l'apparition de ces traces de décollement était concommitante avec l'effet sur les vitesses de propagation, caractérisé par l'apparition des valeurs de $\Delta K_{cr}$. Ainsi, il semble légitime de poser la question de la contribution de la composante statique du chargement $K_{max}$ dans l'apparition de ces valeurs de $\Delta K_{cr}$. Pour y répondre, des essais complémentaires à des valeurs de rapport de charge R plus élevés, R=0.4 et R=0.7 ont été effectués sur la condition de vieillissement 1000 h /450°C.

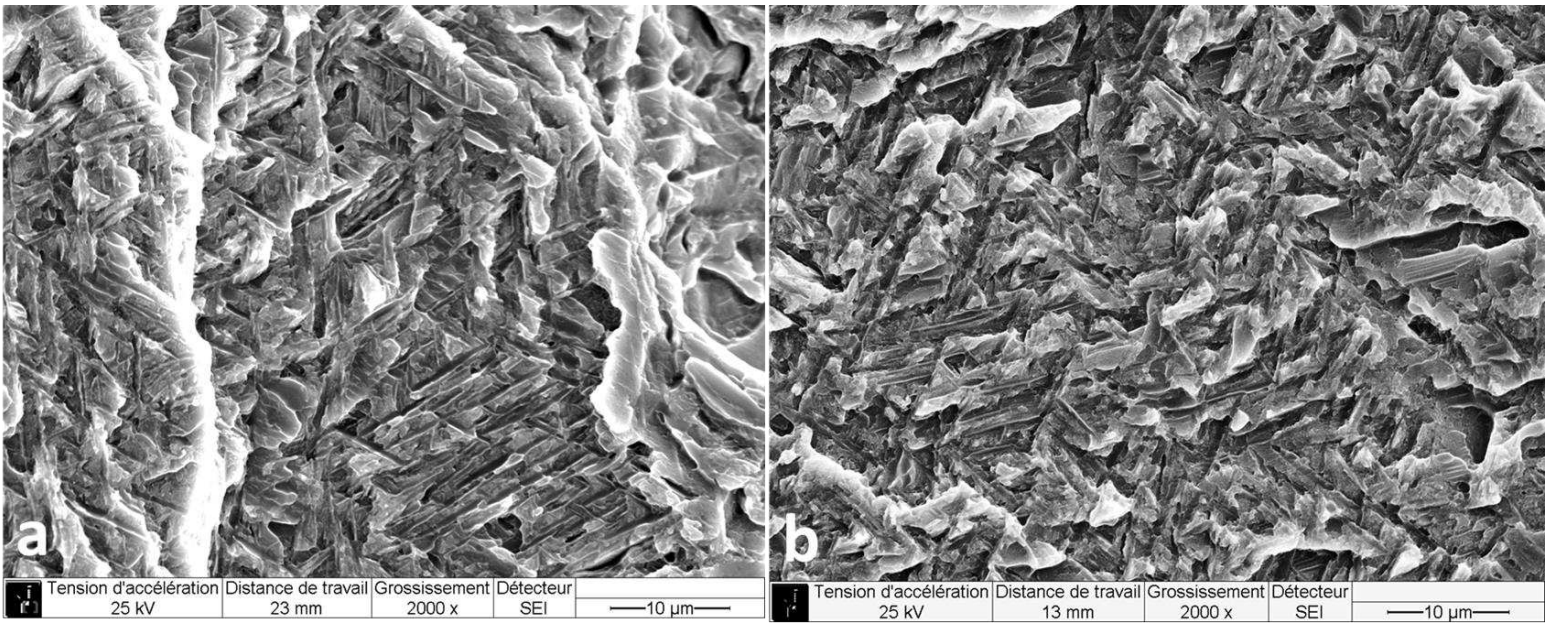



*Figure V. 44: présence d'empreintes de décohésion de lamelles et similitudes entre a) le faciès de rupture de la micro-éprouvette de traction en Ti17 vieillie 10 000 h à 450°C. b) le faciès de rupture en fissuration du Ti17 vieilli 10 000 h à 450°C, testé à 20°C, pour ΔK=12 MPa.m$^{1/2}$ à R=0,1.*

La condition vieillie 1000 h à 450°C a été choisie car elle montre le domaine de superposition le plus étendu avec le comportement en fissuration de l'état de réception, parmi l'ensemble des conditions vieillies. De ce fait elle constitue la condition de choix pour évaluer un éventuel déplacement de la position du $\Delta K_{cr}$ sur la courbe maitresse à l'état de réception, en fonction de la valeur de R adoptée. Par la relation $K_{max}= \Delta K/(1-R)$, en faisant varier le rapport de charge R, il est possible pour une même valeur de l'amplitude du facteur intensité de contrainte ΔK de modifier la valeur de $K_{max}$ imposée en pointe de fissure. La Figure V. 45 montre l'influence du rapport de charge R sur l'occurrence des valeurs de $\Delta K_{cr}$.

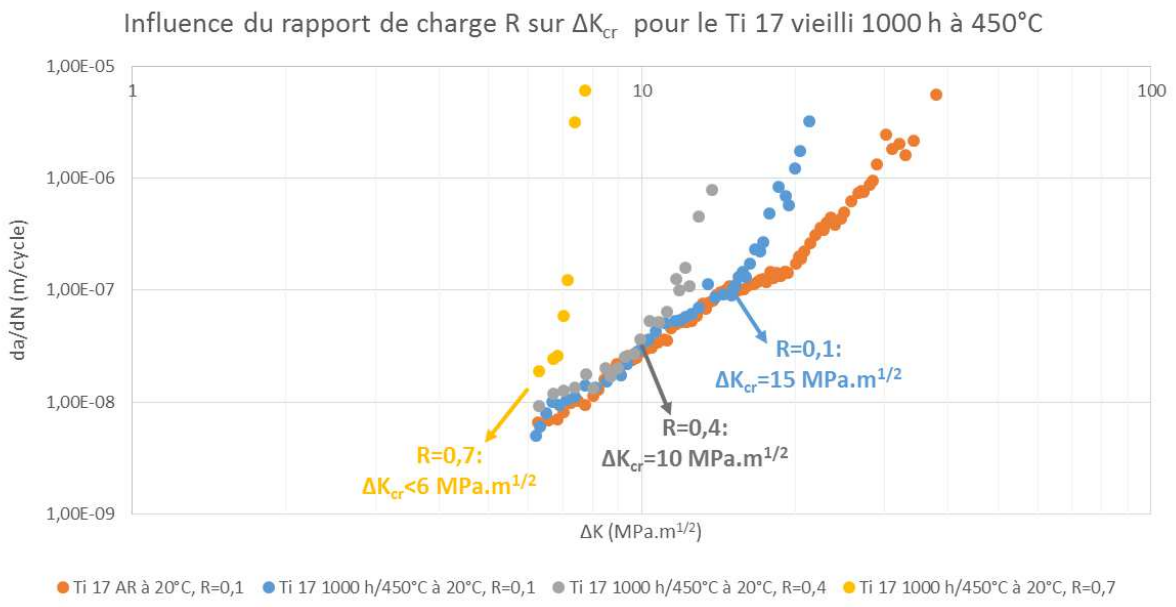



*Figure V. 45: influence du rapport de charge sur la valeur de $\Delta K_{cr}$ pour l'alliage Ti 17 vieilli 1000 h/450°C.*

Les résultats indiqués sur la Figure V. 45 montrent que la valeur de $\Delta K_{cr}$ décroit lorsque la valeur de R augmente. Ainsi, pour R=0.1 la valeur de $\Delta K_{cr}$ est estimée à 15 MPa x $m^{1/2}$, pour R=0.4 à 10 MPa x $m^{1/2}$, alors que pour R=0.7 la courbe de fissuration diverge immédiatement de la courbe maitresse ainsi que des autres cas avec une augmentation brusque des vitesses de propagation.

Cependant, la principale conclusion à retirer est que les points de divergence avec la courbe à l'état de réception se produisent pour toutes les valeurs de R inférieure à R=0.7 autour d'une même et unique valeur de $K_{max}$, approximativement égale à 17 MPa x $m^{1/2}$. En considérant cette valeur caractéristique de $K_{max}$, il est déduit que la divergence dans le cas de l'essai mené à R=0.7 devrait se produire à $\Delta K_{cr}$= 5 MPa x $m^{1/2}$, ce qui est cohérent avec les résultats montrés sur la Figure V. 45. Ces résultats confirment donc que la composante statique du chargement de fatigue gouverne l'apparition des points de divergence observés dans le comportement en fissuration du Ti 17 vieilli.

La Figure V. 46 regroupe les macrographies des surfaces de rupture des échantillons testés à différentes valeurs de R. Il peut être constaté que les faciès se divisent en deux parties, dont une première caractérisée par la présence des facettes lisses et nettes, relativement planes et accompagnées d'un faible relief. A mesure que la valeur de ΔK augmente et que la fissuration progresse, les faciès montrent une transition vers une seconde partie associée à un relief plus prononcé et révélant des déchaussements d'ex-grains β, avec possiblement une rupture intergranulaire. La longueur de fissure associée à la valeur de $\Delta K_{cr}$ pour chaque condition d'essai est en outre reportée sur les faciès avec des traits discontinus : elle semble de fait correspondre à la transition entre ces deux parties à la topographie différente. Il est également intéressant de constater que la proportion surfacique représentée par la rupture formant des facettes plates et lisses diminue avec R. En conclusion, il sera retenu qu'avant les points de divergence, la fissuration procède de façon transgranulaire suivant le comportement « classique » vu à l'état de

réception. A ce stade, la phase $\alpha_{GB}$ ne semble pas constituer le point faible vis-à-vis de la résistance à la fissuration. Cependant, une fois la valeur critique de $K_{max}$ atteinte, la rupture devient majoritairement intergranulaire. La valeur critique de $K_{max}$, $K_{cr}$ représenterait alors la valeur du facteur intensité de contraintes représentatif de la résistance cohésive de la phase $\alpha_{GB}$. Une fois cette valeur dépassée, la sensibilité des joints de grains à la part statique de la sollicitation serait accrue, donnant une rupture majoritairement intergranulaire. Cependant ce constat ne reste valide que si l'effet du vieillissement est modéré comme dans le cas vieilli 1000 h. Pour l'état vieilli 10 000 h, la localisation de la déformation devient trop importante au niveau des lamelles α intragranulaires. Comme souligné dans la partie sur les essais en traction in-situ, les joints de grains ne sont plus l'unique point sensible à la fissuration et l'endommagement intragranulaire avec une plasticité limitée devient prépondérante, donnant un aspect de surface lisse et plat sur toute la surface de l'éprouvette, comme montré dans le chapitre précédent.

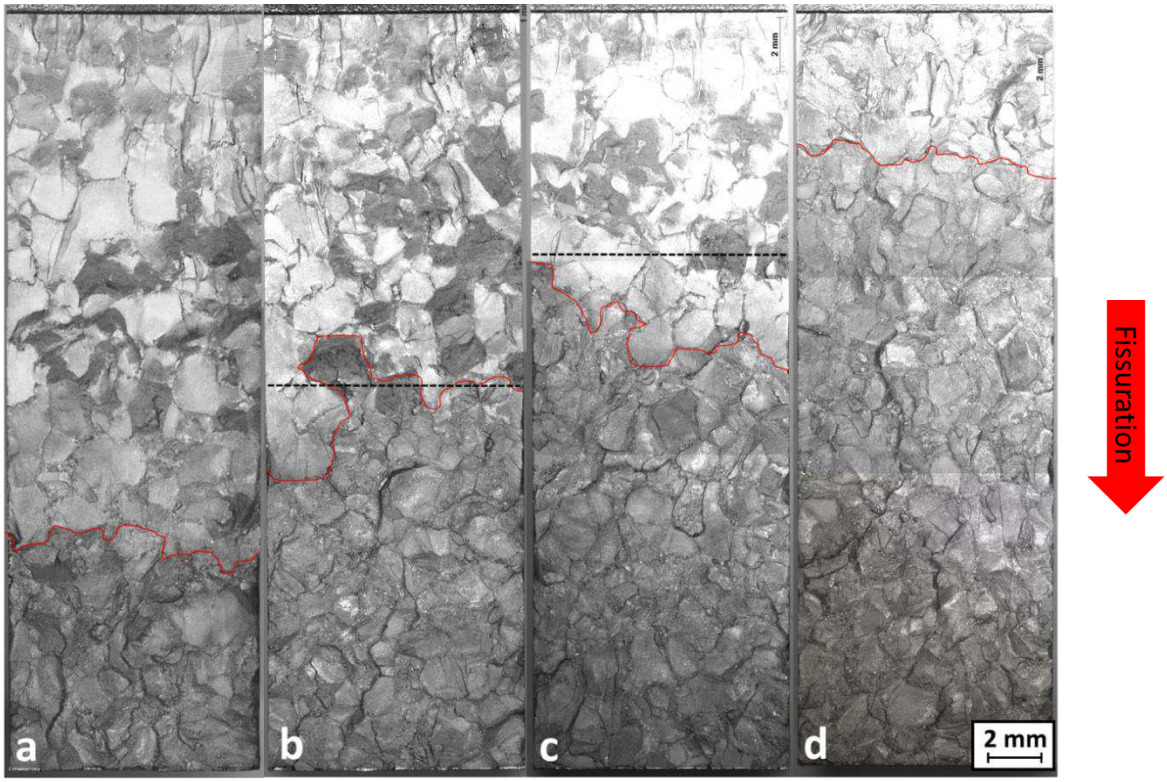



*Figure V. 46: macrographies des faciès de rupture des échantillons de Ti 17 testés à 20°C : a) à l'état de réception à R=0.1, b) vieilli 1000 h/450°C à R=0.1, c) vieilli 1000 h/450°C à R=0.4, d) vieilli 1000 h/450°C à R=0.7. Les valeurs de $\Delta K_{cr}$ sont reportées en pointillés sur les faciès. La diminution de la proportion surfacique représentée par la rupture formant des facettes plates et lisses est matérialisée par les contours en rouge.*

Afin de confirmer cette prédominance de la composante statique $K_{max}$ dans le déclenchement des divergences de comportement en fissuration, des essais complémentaires ont été effectués sur des conditions de vieillissement intermédiaires. Les Figure V. 47 et Figure V. 48 regroupent les courbes de fissuration pour différentes valeurs de R, dans le cas de matériaux vieillis 3000 h à 400°C et 1000 h à 500°C respectivement, fissurés à température ambiante. Du fait de la divergence précoce pour R=0.7 observée dans le cas du matériau vieilli 1000 h à 450°C rendant impossible l'évaluation d'une valeur de $\Delta K_{cr}$, cette valeur de R n'a pas été retenue par la suite.

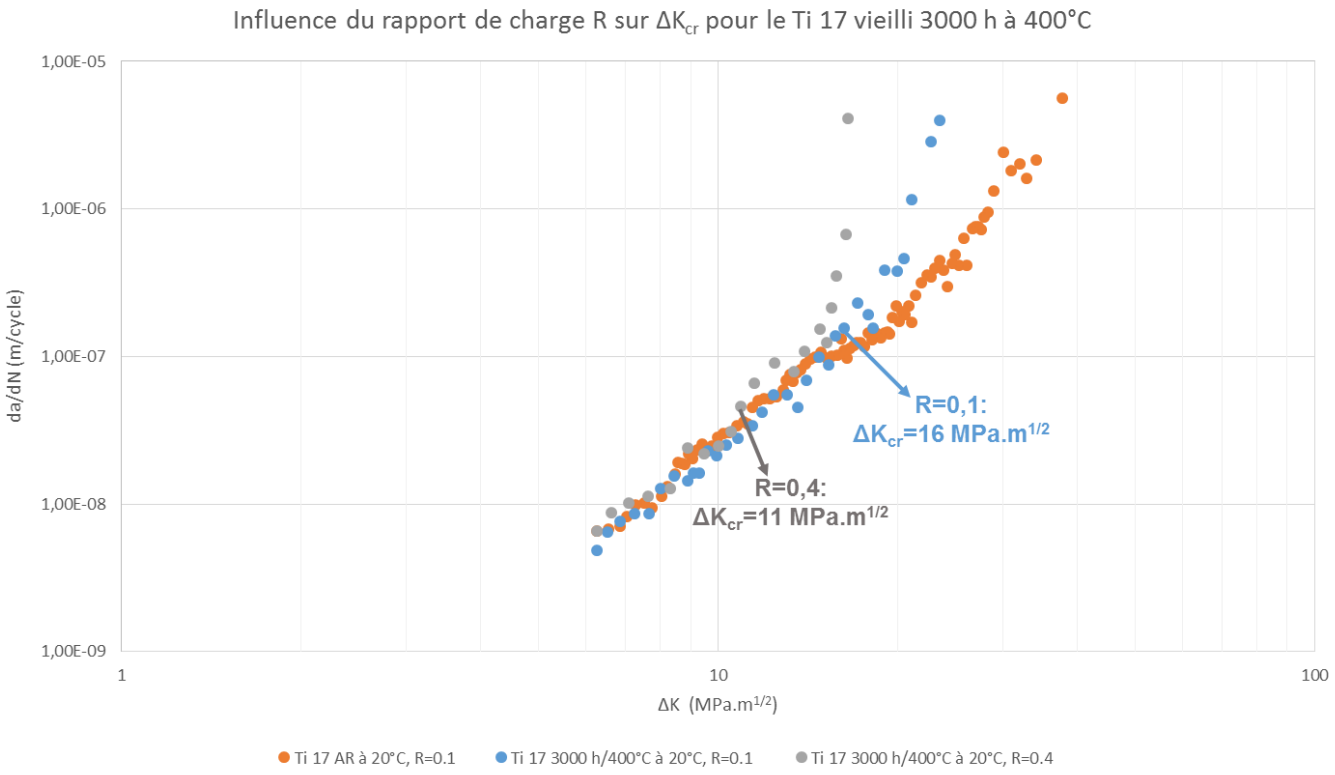



*Figure V. 47: influence du rapport de charge sur la valeur de ΔKcr au sein du Ti 17 vieilli 3000 h/400°C*

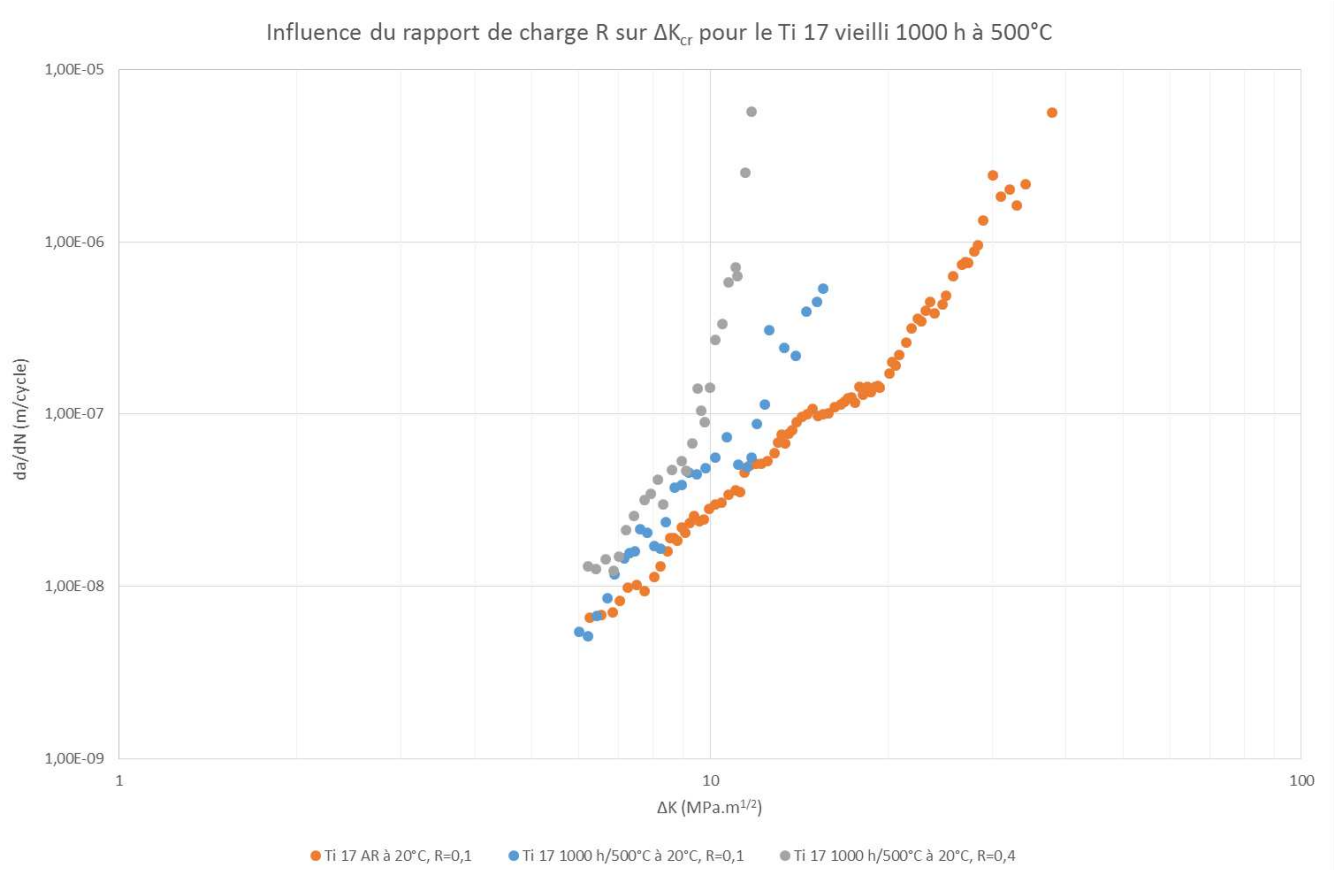



*Figure V. 48 : influence du rapport de charge sur la valeur de ΔKcr au sein du Ti 17 vieilli 1000 h/500°C*

Dans le cas des essais sur le matériau vieilli 3000 h à 400°C, les courbes montrent des divergences claires et confirment le fait que la valeur de $\Delta K_{cr}$ décroit avec R. Pour R=0.1, la valeur de $\Delta K_{cr}$ est estimée à 16 MPa x $m^{1/2}$ tandis que pour R=0.4 elle est estimée à 11 MPa x $m^{1/2}$. Les divergences se produisent également autour d'une valeur commune de $K_{max}$ estimée à 18 MPa x $m^{1/2}$. Les essais menés sur la condition vieillie 1000 h à 500°C montrent également des divergences, mais qui apparaissent très tôt dans le processus de fissuration. En l'absence de superposition nette des courbes, les valeurs de $\Delta K_{cr}$ ne sont pas aisées à identifier. En se basant sur la rupture de pente sur la courbe à R=0.1, une estimation du $\Delta K_{cr}$ est proposée à 12 MPa x $m^{1/2}$, donnant une valeur de $K_{max}$ critique ($K_{cr}$) de 13 MPa x $m^{1/2}$. Le Tableau V. 4 récapitule les valeurs de $\Delta K_{cr}$ et $K_{cr}$ associés pour chaque condition de vieillissement.

| Condition | $\Delta K_{cr}$ (MPa.$m^{1/2}$) | Kmax critique, $K_{cr}$ (MPa.$m^{1/2}$) |
|---|---|---|
| 1000 h/450°C | 15±1 | 17 |
| 3000 h/400°C | 16±1 | 18 |
| 1000 h/500°C | 12±1 | 13 |

*Tableau V. 4: récapitulatif des valeurs de ΔK et $K_{cr}$ de divergence, pour différentes conditions de vieillissement*

### 5.5.2. Décomposition des composantes cycliques et statiques dans l'avance globale

Précédemment, l'analyse des résultats des essais de fissuration s'est principalement focalisée au point d'apparition de l'effet du vieillissement. Avant les points de divergence cependant, il existe un régime de propagation sous-critique principalement contrôlé par ΔK. Par la suite, la démarche a consisté à prendre en compte de manière distincte au sein du chargement :

- D'une part l'influence de la composante cyclique ΔK régissant le comportement en fissuration du régime sous-critique, assumé être identique à celui de l'état de réception vierge de l'effet du vieillissement.
- D'autre part l'influence de la composante statique du chargement, responsable de l'apparition des points de divergence au-delà d'une valeur de $K_{cr}$ sur états vieillis.

Ainsi l'expression l'avancée de fissure totale par cycle mesurée, $\Delta a_{total}$, a pu être décomposée de la manière suivante :

$$\Delta a_{total} = \Delta a_{cyclique} + \Delta a_{statique}$$

$\Delta a_{cyclique}$ se déduit de la vitesse de fissuration de référence sans effet du vieillissement tandis que $\Delta a_{statique}$ correspond à la contribution liée à la rupture/décohésion des lamelles suite au vieillissement, responsable de l'accélération des vitesses de propagation. La valeur de $\Delta a_{cyclique}$ pour chaque valeur de ΔK a été calculée en reprenant les valeurs des paramètres de la loi de Paris identifiés sur l'alliage Ti 17 à l'état de réception à 20°C, avec C = 2 x $10^{-11}$ et m = 3,1. Ceci suppose que le vieillissement n'agit pas sur la

composante cyclique, ce qui paraît raisonnable au vu de l'absence d'effet aux faibles valeurs de ΔK. La composante $\Delta a_{statique}$ est alors estimée en retranchant la contribution cyclique à l'avance totale mesurée expérimentalement.

Les tracés de la valeur de $K_{max}$ en fonction de l'avancée de la fissure par mode statique $\Delta a_{statique}$ sont reportés sur la Figure V. 49 pour chaque condition de vieillissement. Hormis la condition vieillie 3000 h/400°C qui montre un comportement particulier, les conditions vieillies 1000 h/450°C et 1000 h/500°C donnent des tracés à R différents montrant l'apparition d'une avancée de fissure par mode statique significative autour d'une même valeur de $K_{max}$ critique, $K_{cr}$.

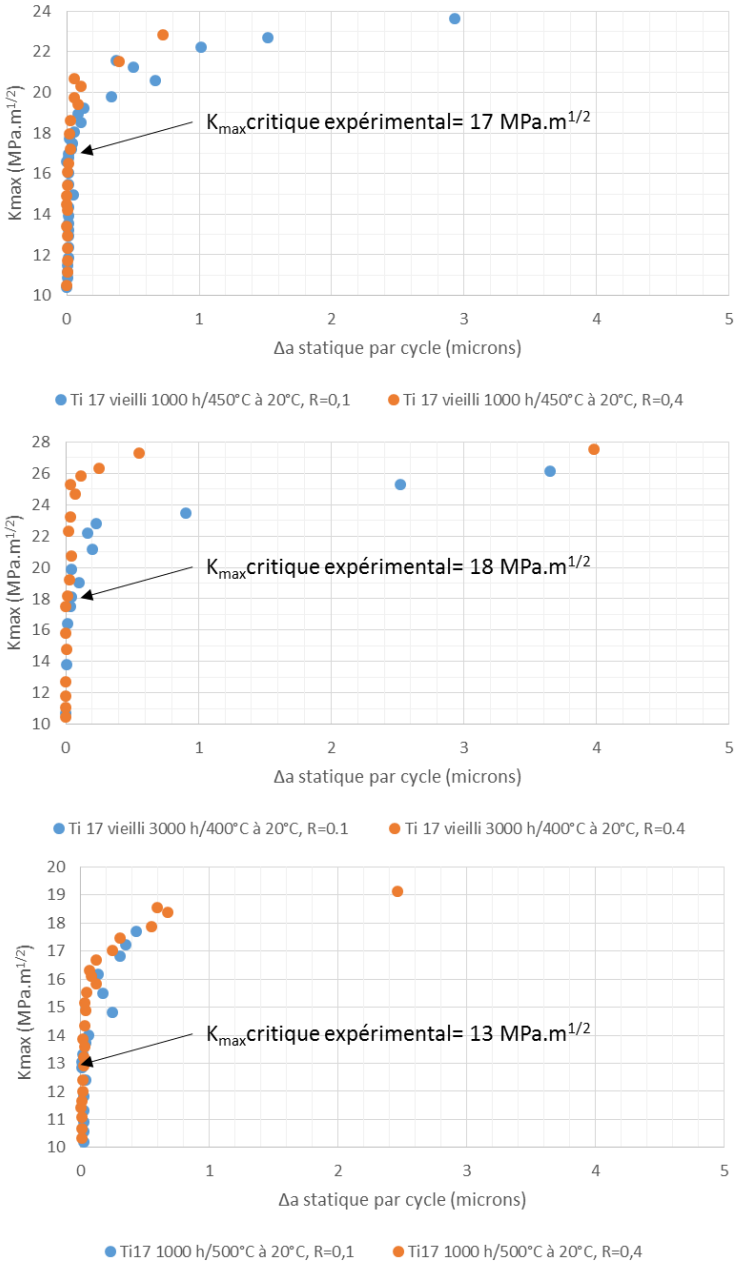



*Figure V. 49: tracés de la valeur de Kmax en fonction de l'avancée de la fissure par mode statique sont pour a) le Ti 17 vieilli 1000 h/450°C, b) le Ti 17 vieilli 3000 h/400°C, c) le Ti 17 vieilli 1000 h/500°C. Essais menés à 20°C.*

En synthèse, les courbes $K_{max}=f(\Delta a_{statique})$ ont été tracées sur la Figure V. 50, pour les différentes conditions de vieillissement testées à 20°C pour R=0.1. La valeur de $K_{max}$ critique ($K_{cr}$) est prise au point où la valeur de $\Delta a_{statique}$ subit une augmentation nette depuis la droite $\Delta a_{statique}=0$.

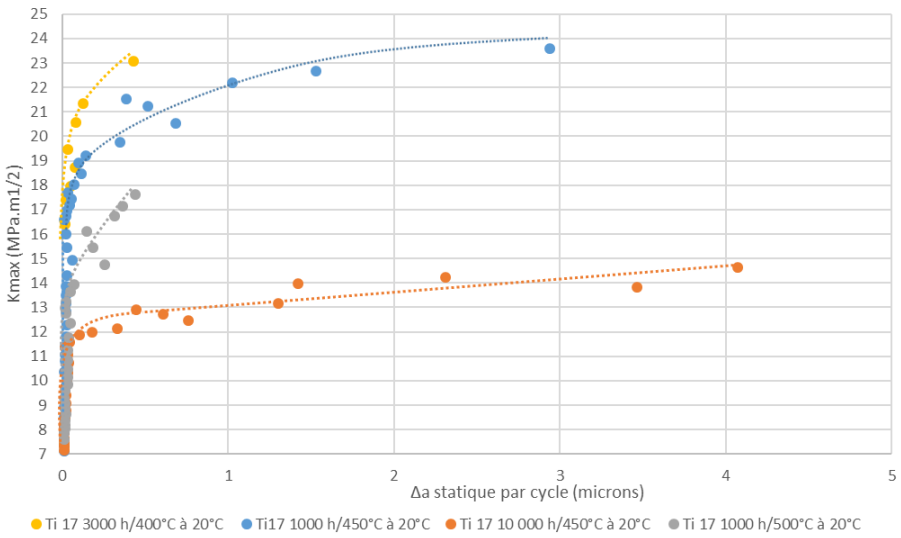



*Figure V. 50: courbes $K_{max}=f(\Delta a_{statique})$ pour différentes conditions de vieillissement testées à 20°C*

Le Tableau V. 5 compare les valeurs de $K_{cr}$ issues des tracés de la Figure V. 50, avec celles déterminées directement partir des valeurs de $\Delta K_{cr}$ relevées sur les courbes expérimentales. L'avancée de la fissure imputable à un mode statique devient significative pour des valeurs de $K_{cr}$ sensiblement similaires à celles identifiées précédemment de manière expérimentale sur les courbes da/dN - ΔK. D'autre part, ces résultats viennent confirmer la part prépondérante de $K_{max}$ dans l'augmentation des vitesses de propagation.

| Condition | Kmax critiques identifiés sur les courbes da/dN - ΔK (MPa.m$^{1/2}$) | Kmax critique pour lequel da/dN$_{statique}$ se prononce (MPa.m$^{1/2}$) |
|---|---|---|
| 1000 h/450°C | 17±1 | 18 |
| 1000 h/500°C | 13±1 | 14 |
| 3000 h/400°C | 18±1 | 20 |
| 10 000 h/450°C | 11±1 | 12 |

*Tableau V. 5: tableau récapitulatif comparant les valeurs de Kmax issues des essais d'une part et de l'expression décomposée des vitesses de fissuration d'autre part*

En outre, le cas 10 000h/450°C se distingue par le fait que la courbe $K_{max} = f(\Delta a_{statique})$ soit quasiment « plate », marquant un changement plus abrupt de comportement en fissuration au-delà de $K_{cr}$, avec une perte radicale de résistance et une propagation quasi-instable. Les courbes des autres états vieillis montrent quant à eux une évolution moins abrupte des courbes $K_{max} = f(\Delta a_{statique})$, traduisant une apparition progressive et moins brutale des modes de rupture statique en lieu et place du mode de rupture cyclique. Il est ainsi à supposer que la condition 10 000 h/450°C marque une condition limite au-delà de laquelle les modes de rupture cyclique n'existent plus passé le seuil de $K_{cr}$. Lorsque le vieillissement fait passer la valeur de $K_{cr}$ sous 12 MPa.m$^{1/2}$, il peut être considéré qu'il n'y a plus de résistance à la fissuration au sein du matériau.

### 5.5.3. Effet du vieillissement sur la composante statique appliqué au modèle de Ritchie, Knott et Rice (RKR)

Ritchie, Knott et Rice [11] ont étudié au sein d'un acier doux à teneur élevée en azote, la relation entre la valeur de la ténacité $K_{IC}$ et l'occurrence de mécanismes microstructuraux, en particulier la rupture instable par clivage. Ces derniers ont proposé un modèle micro-mécanique où la rupture instable par clivage se produit lorsque l'intensification des contraintes en pointe de fissure permet à la contrainte principale maximale de dépasser localement une valeur critique $\sigma_f$ (en l'occurence la contrainte critique de clivage), sur une distance caractéristique $X_0$. Dans ce modèle, la valeur de la ténacité est ainsi gouvernée par la contrainte critique de déclenchement de la rupture par clivage, $\sigma_f$. Egalement, ce modèle permet de prédire la variation de la ténacité en fonction de la température [11,12]

La Figure V. 51 schématise le modèle proposé par Ritchie, Knott et Rice (RKR). $\sigma_{yy}$ représente la contrainte principale maximale, $\sigma_y$ la limite d'élasticité du matériau et le rapport $\sigma_{yy}/\sigma_y$ le facteur intensification des contraintes.

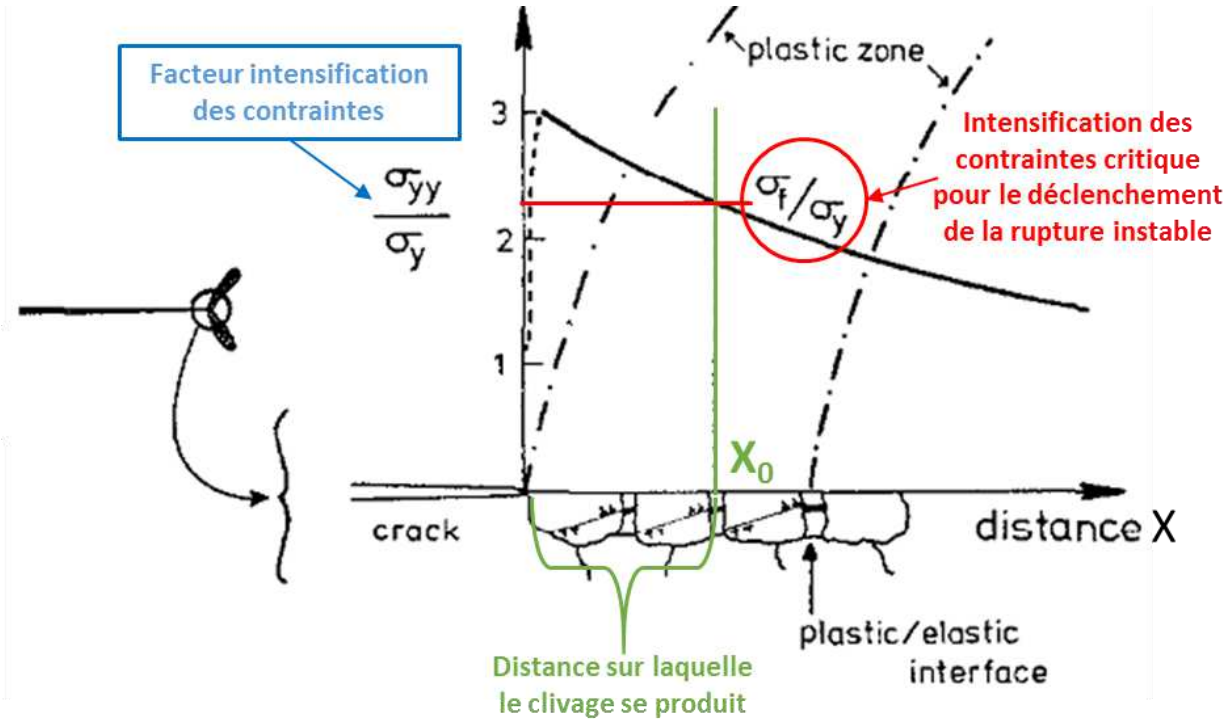



*Figure V. 51 : schéma du phénomène détaillé dans le modèle de Ritchie, Knott et Rice [11] (modifié)*

Une extension du modèle RKR initialement développé pour un acier doux peut être étendue au cas de l'alliage Ti 17 vieilli de la présente étude. De la même manière que pour le $K_{IC}$ du modèle RKR, il peut être considéré que la valeur de $K_{max}$ critique de divergence $K_{cr}$ est conditionnée par le dépassement en pointe de fissure d'une contrainte seuil $\sigma_f$, sur une distance donnée depuis la pointe de fissure. Cette contrainte $\sigma_f$ correspondrait dans ce cas précis à la contrainte nécessaire pour déclencher le mécanisme de fracture à cœur des lamelles identifié notamment en traction in-situ. Le dépassement de $\sigma_f$ sur une longueur $X_0$ contrôlerait par conséquent la rupture instable par formation d'empreintes caractéristiques, ainsi que les divergences des comportements en fissuration détaillées précédemment. Le schéma de la Figure V. 52 transpose le modèle RKR au Ti 17 vieilli.

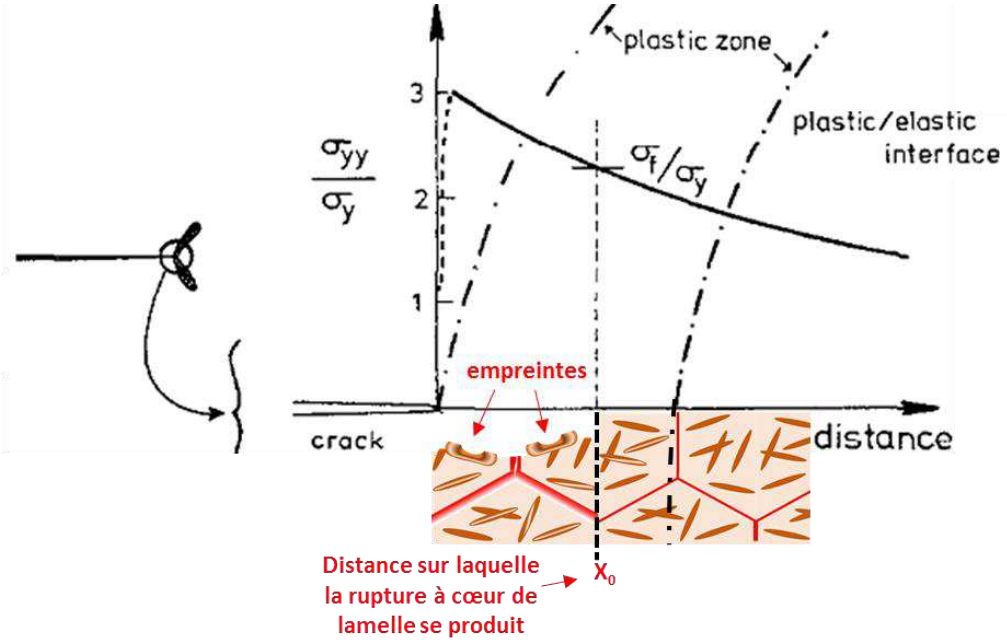



*Figure V. 52 : modèle RKR appliqué au Ti 17 vieilli [10] (modifié)*

A partir du modèle RKR et sur la base des travaux de Hutchinson sur le champ de contrainte élasto-plastique en pointe de fissure [13], Curry [12] a proposé une expression de la ténacité $K_{IC}$ conditionnée par la valeur de la contrainte critique de rupture instable $\sigma_f$, donnée par :

$$K_{IC} = \beta^{-[(N+1)/2]} X_0^{1/2} \left( \frac{\sigma_f^{(N+1)/2}}{\sigma_y^{(N-1)/2}} \right)$$

Où N représente le coefficient d'écrouissage du matériau. Le paramètre β est relié au facteur intensification des contraintes $\sigma_{11}(x)/\sigma_y$ par la relation [12]:

$$\frac{\sigma_{11}(x)}{\sigma_y} = \beta \left\{ \frac{x}{(K/\sigma_y)^2} \right\}^{-[1/(N+1)]}$$

Avec x la distance depuis la pointe de fissure, K le facteur intensité de contraintes.

En s'appuyant sur des simulations par éléments finis, Bowen et Druce [14] ont proposé une description de l'intensification des contraintes en fonction de la distance à la pointe de fissure, normalisée par la quantité $(K/\sigma_0)^2$, avec $\sigma_0$ la contrainte d'écoulement nécessaire à continuer à déformer plastiquement le matériau (flow stress) à une déformation donnée. Cette description est apportée sur la Figure V. 53.

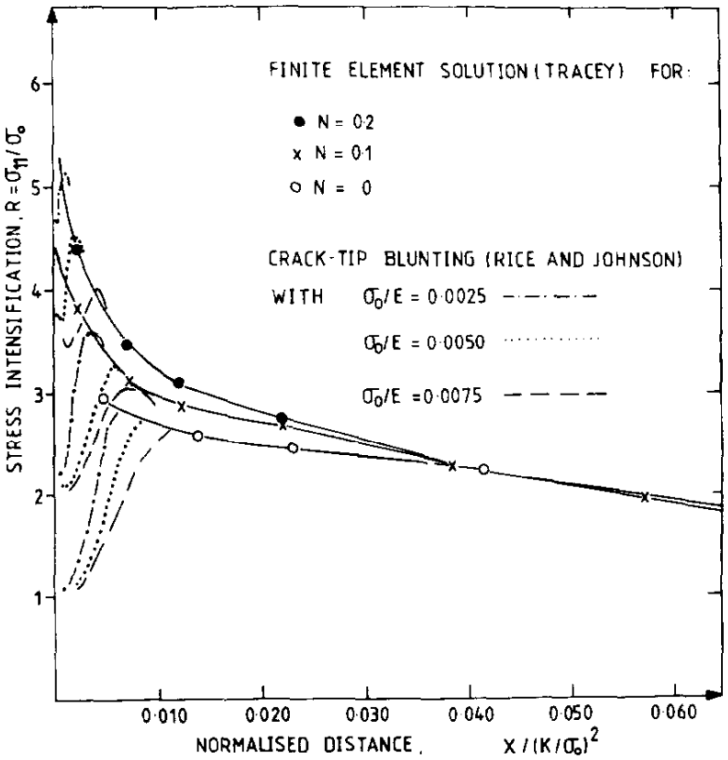



*Figure V. 53: description de l'intensification des contraintes en pointe de fissure proposée par Bowen [14]*

Dans le cas du Ti 17 vieilli, l'expression de $K_{IC}$ proposée par Curry [12] a été utilisée pour relier Kmax à $\sigma_f$. Les valeurs de $\sigma_y$ ont été évaluées lors des essais de traction, de même que la valeur de N prise en première analyse égale à 0.

La rupture instable au sein du Ti 17 vieilli mettant en jeu un mécanisme de rupture à cœur de lamelles, les hypothèses fortes suivantes ont été formulées :

- La distance X sur laquelle la contrainte principale dépasse $\sigma_f$ est de la dimension d'une longueur de lamelle, estimée à 5 microns.
- La valeur de X est fixe pour les différentes conditions de vieillissement.

Après calcul de la quantité $X/(K/\sigma_0)^2$, la valeur de l'intensification des contraintes a été estimée d'après les travaux de Bowen et Druce [14] permettant le calcul du facteur β.

Avec les jeux de paramètres précédents, les valeurs de $\sigma_f$ ont été déterminées à partir des valeurs de $K_{cr}$ des différents états vieillis. Le Tableau V. 6 synthétise ces données. La Figure V. 54 présente le tracé des valeurs de $\sigma_f$ en fonction de la durée de vieillissement pour différentes températures d'exposition.

| Condition de vieillissement (données Airbus Group Innovations & P') | $K_{cr}$ (MPa.m$^{1/2}$) | $\sigma_{e0,2}$ (MPa) | $X_0/(K/\sigma_0)^2$ (pour $X_0$=5µm) | Facteur intensification des contraintes (N=0) | β | $\sigma_f$ (MPa) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Etat de réception (AR) | 42 | 1088 | 0,0034 | 3 | 0,0100 | 3264 |
| 1000 h/400°C | 30 | 1100 | 0,0067 | 2,78 | 0,0187 | 3058 |
| 6000 h/400°C | 17 | 1128 | 0,0220 | 2,42 | 0,0533 | 2730 |
| 10 000 h/400°C | 17 | 1141 | 0,0225 | 2,38 | 0,0536 | 2716 |
| 1000 h/450°C | 17 | 1136 | 0,0223 | 2,42 | 0,0540 | 2749 |
| 10 000 h/400°C | 11 | 1185 | 0,0580 | 1,91 | 0,1108 | 2263 |

*Tableau V. 6: Paramètres intervenant dans le calcul de $\sigma_f$ d'après l'expression de Curry [12]*

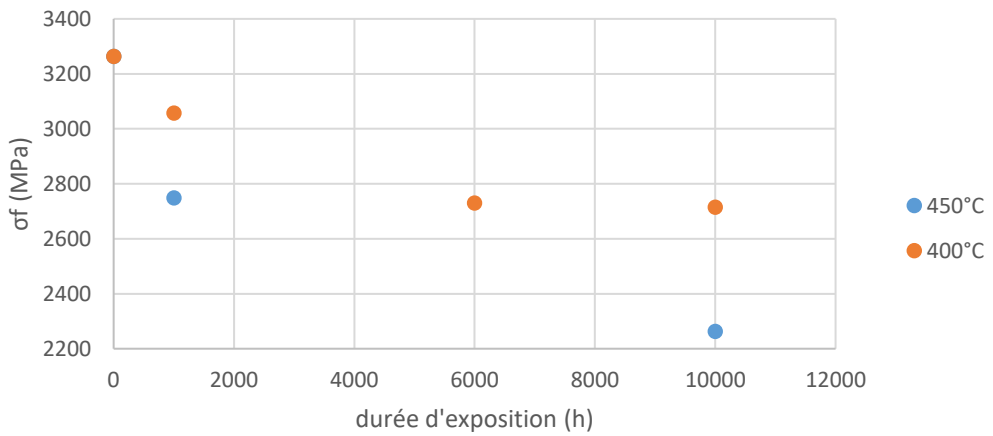



*Figure V. 54: évolution des valeurs de $\sigma_f$ estimées pour le Ti 17 vieilli, en fonction de la durée de vieillissement*

Il est possible de constater que la valeur de contrainte critique nécessaire pour déclencher la rupture instable par fracture à cœur de lamelles diminue avec la durée de vieillissement et la sévérité de la température d'exposition. Ce constat va dans le sens de la dégradation des propriétés mécaniques et la fragilisation liée au vieillissement détaillée précédemment.

En conclusion, il est intéressant d'établir le parallèle entre les résultats de fissuration obtenus dans les présents travaux et les conclusions de Ritchie, Knott et Rice sur la rupture instable observée à basse et haute température. Les auteurs proposent en effet qu'à basse température, la limite d'élasticité est relativement élevée. Par conséquent, une intensification des contraintes relativement limitée est suffisante pour atteindre $\sigma_f$ et déclencher la rupture instable fragile. Cette rupture instable fragile se produit alors près de l'interface élastique-plastique, à une valeur de $\Delta K_{cr}$ (et par extension de $K_{cr}$) relativement faible. A plus haute température en revanche, la limite d'élasticité diminue ce qui nécessite une intensification des contraintes plus élevée pour atteindre $\sigma_f$. L'occurrence de la rupture instable fragile est alors repoussée à des valeurs de $K_{cr}$ plus élevés.

Dans le cas des présents travaux, il avait été constaté au paragraphe 5.3 que les divergences du comportement en fissuration du Ti 17 vieilli vis-à-vis de l'état de réception, marquées à 20°C à des valeurs de $\Delta K_{cr}$ données, étaient estompées et repoussées à des valeurs de ΔK critique plus élevées à

450°C. La modification de l'interaction dislocation-précipité ainsi que l'activation de plans de glissement supplémentaires en température avaient été avancés pour justifier de telles différences.

Le scénario proposé par Ritchie, Knott et Rice permet ainsi d'apporter une justification complémentaire quant aux différences constatées dans les divergences en fissuration du Ti 17 vieilli, entre les essais à 20°C et 450°C exposés en 5.3.

*Bilan intermédiaire*

L'influence dominante de la composante statique dans l'apparition des divergences des comportements de fissuration, entre états vieillis et l'état de réception pour le Ti 17, a été validée au terme de cette partie. En définitive, les effets peu marqués du vieillissement constatés pour les essais de comportement cyclique (comparés aux essais de traction ou de fissuration) sont en accord avec un effet du vieillissement essentiellement lié à une valeur critique de la composante statique du chargement (associée à un processus de décohésion), non pas directement à une modification de la déformation cyclique en pointe de fissure.

Ces résultats sont confortés par les résultats obtenus après la démarche de dissociation des vitesses de fissuration en une composante statique et cyclique. L'augmentation de la contribution $\Delta a_{statique}$ est considérée ici comme un indicateur de l'apparition de la divergence du comportement en fissuration vis-à-vis de l'état de réception. Par extension, l'apparition d'une valeur de $\Delta a_{statique}$ non nulle est assimilable à un indicateur de la rupture instable à cœur des lamelles, avec la formation d'empreintes.

La valeur de $K_{cr}$ serait ainsi la traduction en pointe de fissure, d'une contrainte critique seuil $\sigma_f$ au-delà de laquelle la résistance cohésive au sein des lamelles est dépassée. Le dépassement local de $\sigma_f$ conduirait au déclenchement du comportement macroscopique fragile. Ce scénario a été analysé d'après le modèle RKR afin proposer une estimation des valeurs $\sigma_f$ pour différentes conditions de vieillissement.

La valeur de contrainte critique, comme celle de $K_{cr}$ se dégradent au cours du vieillissement. L'enjeu de la suite de l'étude est ainsi de parvenir à estimer pour chaque condition de vieillissement l'abattement du seuil pour lequel le mécanisme d'endommagement macroscopiquement fragile est activé. L'étude des équivalences temps-température revêt ainsi un intérêt particulier pour apporter des éléments de réponse.

## 5.6. Approche globale : équivalences temps-température

Précédemment, un schéma de mise en évidence des effets du vieillissement au sein du Ti 17 a été proposé, en mettant en œuvre différentes techniques de caractérisation. Ceci a permis d'apporter une compréhension centrée essentiellement sur la modification du mode d'endommagement consécutive au vieillissement à 450°C. Par la suite, une vue d'ensemble du phénomène de fragilisation lié au vieillissement est proposée, au moyen des équivalences temps/température.

Il a pu être dégagé des essais de traction et de fissuration une première tendance quant aux cinétiques d'abattement des valeurs d'allongement total à la rupture et de $K_{max}$ de divergence (abattement rapide pour les temps courts et saturant pour des vieillissements plus longs). L'intérêt des équivalences temps/température, notamment dans un contexte industriel, est d'établir un outil de prédiction de cette cinétique de dégradation des propriétés du matériau, extrapolable pour différentes conditions d'exposition. L'analyse suivante porte essentiellement sur la diminution des valeurs $K_{max}$ critiques $K_{cr}$ suite à la fragilisation du matériau.

### 5.6.1. Analyse comparative

La Figure V. 55 montre l'ensemble des courbes de fissuration obtenues à 20°C sur le Ti 17 vieilli suivant différentes conditions. Il est possible de distinguer le cas des matériaux vieillis à 350°C, ces conditions ne montrant pas de divergence marquée par rapport à l'état de réception à forte valeur de $\Delta K$. A partir d'une exposition à 400°C, des divergences apparaissent. La Figure V. 56 récapitule les conditions de vieillissement montrant une modification notable dans le comportement en fissuration. A ce stade, il est noté que si les accroissements des vitesses de propagation de fissure ne sont pas de même intensité, certaines conditions montrent des équivalences en termes de valeur de $\Delta K_{cr}$ à laquelle ces accélérations se produisent. Ainsi il est possible de rapprocher la condition « vieilli 1000h/450°C » avec celle du « vieilli 3000 h/400°C » d'une part, et d'autre part la condition « vieilli 1000 h/500°C » avec celle du « vieilli 10 000 h/450°C ».

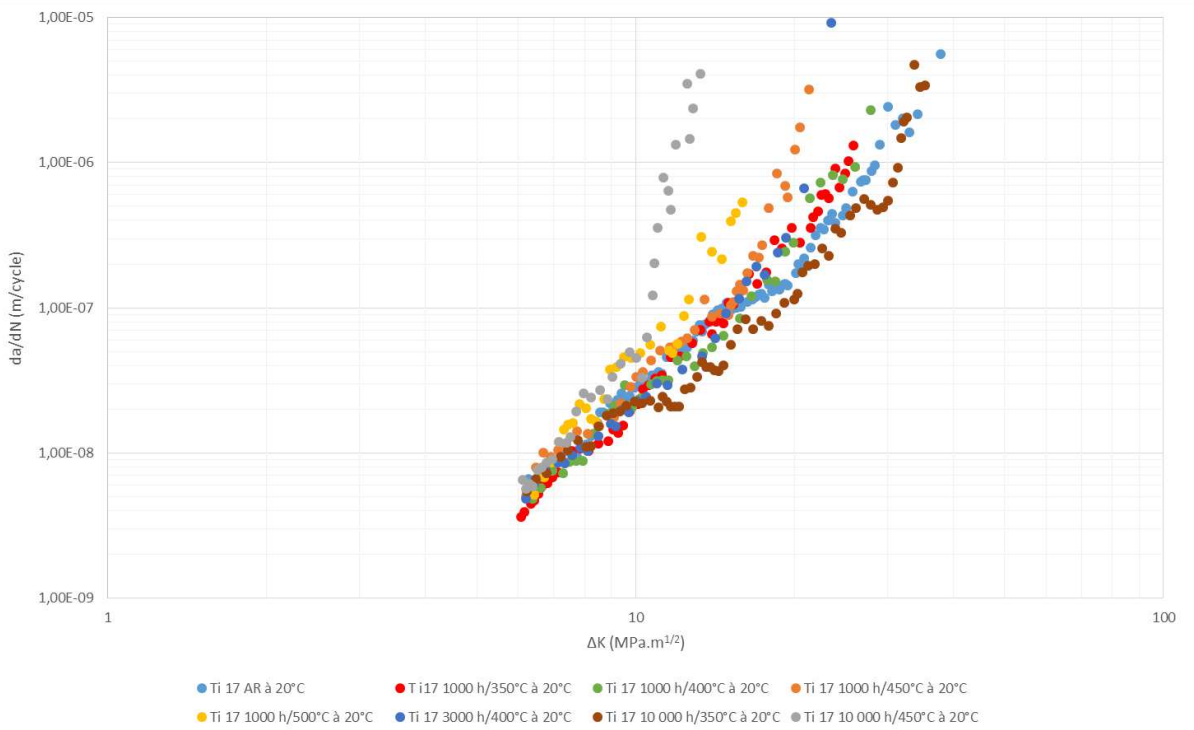



*Figure V. 55: tracé des courbes de fissuration relatives à l'ensemble des conditions de vieillissement testées au cours de l'étude, à 20°C sous air pour R=0.1*

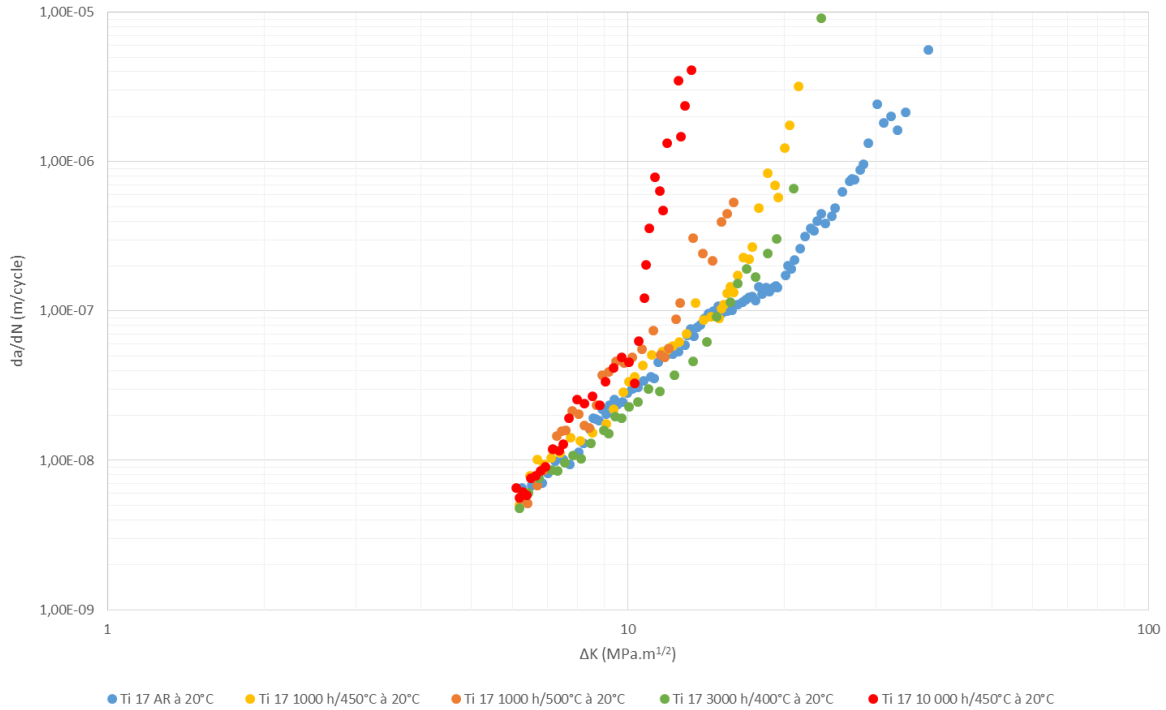



*Figure V. 56: sélection des courbes de fissuration relatives aux conditions montrant l'impact le plus marqué du vieillissement, à 20°C sous air pour R=0.1*

Le Tableau V. 7 récapitule les valeurs de $\Delta K_{cr}$ et $K_{cr}$ où la divergence avec la courbe de l'état de réception est remarquée. Également, des données de ténacité sont apportées.

| Condition de vieillissement | $\Delta K_{cr}$ (MPa.m$^{1/2}$) | $K_{cr}$ (MPa.m$^{1/2}$) | Ténacité (MPa.m$^{1/2}$) |
|---|---|---|---|
| État de réception (AR) | ΔKrupture= 38 | Kmax rupture= 42 | 50,5* |
| 1000 h/350°C | - | - | 46,5* |
| 1000 h/400°C | 27±1* | 30* | 42* |
| 3000 h/400°C | 16±1 | 18 | - |
| 6000 h/400°C | 15±1* | 17* | 34* |
| 10 000 h/400°C | 15±1* | 17* | - |
| 1000 h/450°C | 15±1 | 17 | 32,5* |
| 10 000 h/450°C | 10±1 | 11 | - |
| 1000 h/500°C | 12±1 | 13 | - |

*données Airbus Group Innovations

*Tableau V. 7: synthèse des données d'équivalences temps-température pour les essais à température ambiante, dans le cas du Ti 17 (données Airbus Group Innovations & P')*

La Figure V. 57 reporte les valeurs de $K_{cr}$ en fonction de la durée de vieillissement, pour différentes températures d'exposition, avec un complément de données apporté par Airbus Group Innovations. Les équivalences présentées précédemment apparaissent à nouveau de façon claire. De plus, il est possible de constater sur les vieillissements à 400°C que l'effet du vieillissement en termes de chute de valeur de $K_{cr}$ sature dès 3000 h d'exposition, sans évolution significative jusqu'à 10 000 h. L'effet plus prononcé du vieillissement durant les premiers stades de l'exposition en température puis sa saturation pour des temps plus longs, évoquée en 5.2 et 5.3, est retrouvée ici également.

La chute de la ténacité en fonction de la durée d'exposition pour différentes températures, présentée sur la Figure V. 58 confirme l'effet délétère du vieillissement sur les propriétés de résistance à la fissuration.

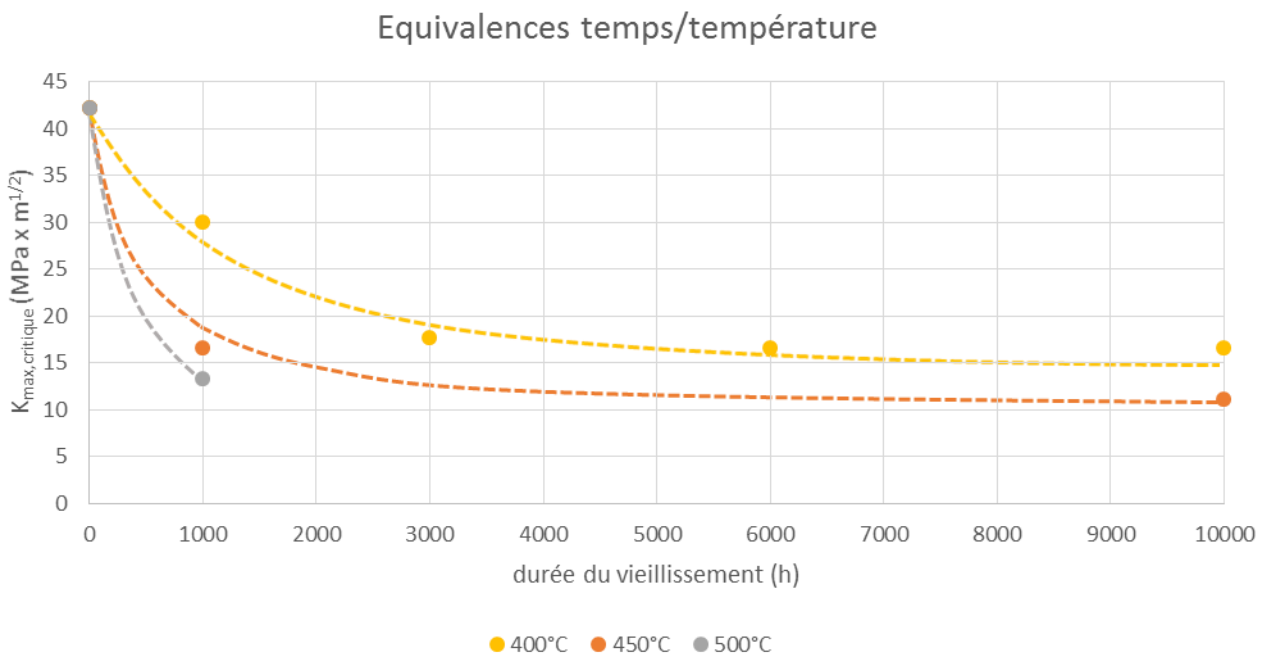



*Figure V. 57: évolution du seuil de $K_{max}$ critique en fonction de la durée de vieillissement pour différentes températures d'exposition.*

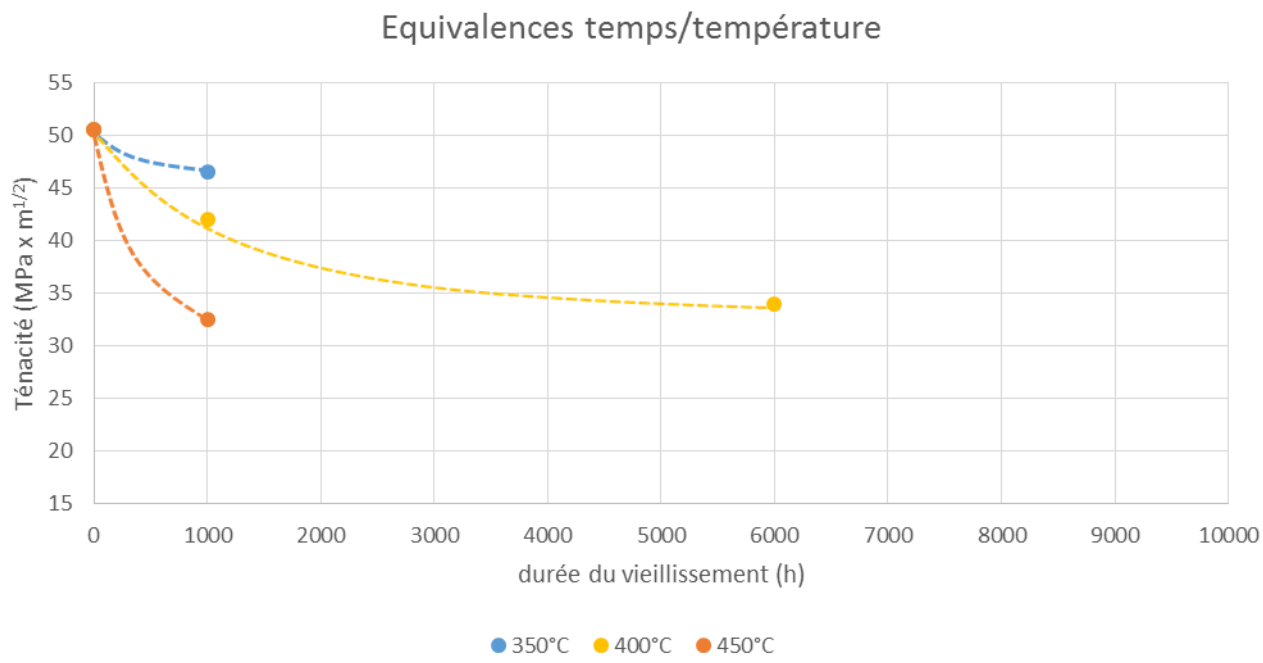



*Figure V. 58: évolution de la ténacité en fonction de la durée de vieillissement pour différentes températures d'exposition (données AGI).*

Au terme de cette partie, plusieurs équivalences temps/température se précisent :

- Équivalences des conditions 1000 h/450°C et 10 000 h/400°C en termes de valeur de $K_{cr}$, confirmée par la proximité des valeurs de ténacité entre les conditions 1000 h/450°C et 6000 h/400°C.
- Équivalences des conditions 1000 h/500°C et 10 000 h/450°C en termes de $K_{cr}$

Ainsi la température de vieillissement semble avoir un plus grand impact sur les propriétés mécaniques, ici $K_{cr}$, que la durée d'exposition. En effet, pour un couple température/durée de vieillissement donné, une exposition à une température supérieure de seulement 50°C fait raccourcir de plusieurs milliers d'heures la durée de vieillissement à effectuer pour retomber sur les mêmes niveaux de propriétés mécaniques.

### 5.6.2. Modélisation de l'évolution des valeurs de $K_{max}$ critiques ($K_{cr}$)

L'analyse suivante s'appuie sur les travaux de Shamblen [15] qui ont étudié la chute de la ténacité au sein d'alliages Ti 6242 et Ti 5621S vieillis entre 426°C et 593°C jusqu'à 5000 h. La démarche des auteurs vise à modéliser la chute des propriétés de résistance à la propagation de fissures liée au vieillissement par une loi phénoménologique simple, en formulant les hypothèses simplificatrices suivantes :

- La fragilisation est majoritairement imputable à la précipitation de phases ordonnées de composition $Ti_3X$ avec X=Al ou Sn.

- Le degré de fragilisation est proportionnel à la fraction volumique à l'instant t, $X_t$, de phase ordonnée précipitée. La cinétique de ce type de transformation à l'état solide impliquant la nucléation et la croissance de nouvelles phases est décrite par le modèle de Kolmogorov–Johnson–Mehl–Avrami [16] dont la solution particulière pour des conditions isothermes est décrite par l'équation de Wert-Zener [15,17,18]:

  $$X_t=1-\exp\left[-(t/\tau)^m\right]$$

  Avec $\tau$ le temps de relaxation (ou temps caractéristique) nécessaire pour atteindre 63% de l'avancement de la réaction de précipitation et m une constante de temps dépendante des conditions, des mécanismes de transformation et de la géométrie des précipités.

- La valeur de m est supposée constante quel que soit la température, pour un alliage donné.

La première hypothèse est en partie validée par les travaux de Nicolas Maury menés à l'Institut Jean Lamour de Nancy [19]. Ses travaux ont notamment permis de mettre en avant la précipitation de phase $Ti_3Al$ au sein de la phase α dans le Ti 17 vieilli 6000 h à 450°C. Les lamelles α étant le siège d'endommagement de premier ordre, les phases qui y précipitent sont potentiellement les plus incriminées dans la fragilisation liée au vieillissement. Également, des effets indirects sont à envisager. La précipitation peut notamment induire une modification de la composition locale qui peut affecter la plasticité, par l'apparition de zones déplétées en éléments d'addition de type PFZ par exemple.

La Figure V. 59 apporte une observation MET (a) et un cliché de diffraction des électrons (b) au sein de la phase α d'un échantillon de Ti 17 à l'état de réception, réalisés par Nicolas Maury [19].

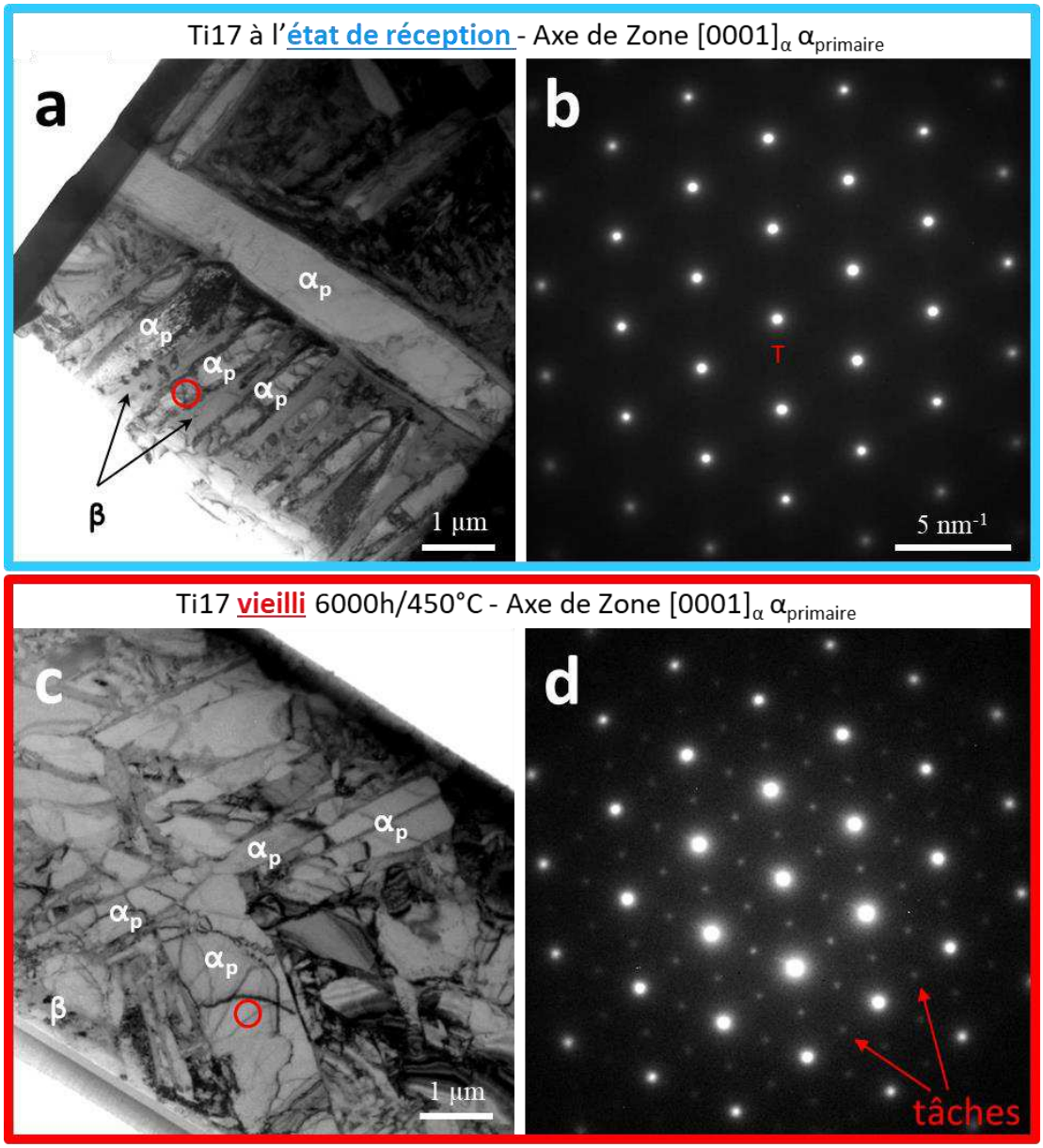



*Figure V. 59: observation MET (a) et cliché de diffraction des électrons (b) au sein de la phase α d'un échantillon de Ti 17 à l'état de réception (non vieilli). Observation MET (c) et cliché de diffraction des électrons (d) au sein de la phase α d'un échantillon de Ti 17 vieilli 6000 h à 450°C [19].*

Les mêmes observations au MET (c) et en diffraction des électrons (d) ont été réalisées pour le Ti 17 vieilli 6000 h à 450°C. Il est possible de constater que les tâches de sur-structure $Ti_3Al$, absents dans l'échantillon à l'état de réception (b), sont cette fois bien présents sur l'échantillon vieilli (d).

La Figure V. 60 apporte une observation MET en champ sombre montrant l'évidence de la présence de nano-précipités (tâches claires) au sein de la lamelle α pour le Ti 17 vieilli 6000 h à 450°C, répartis à travers la lamelle alpha primaire en densité élevée.

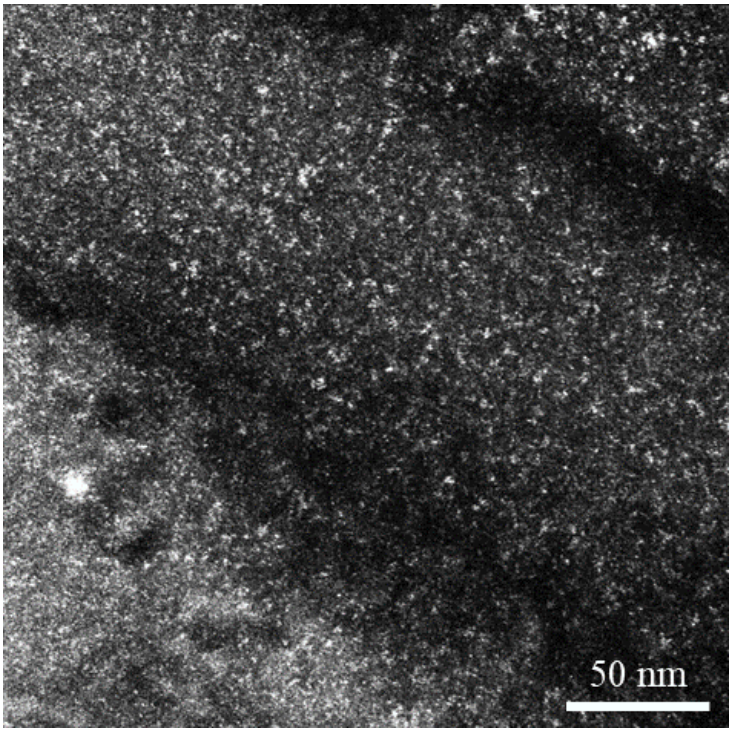



*Figure V. 60: observation MET en champ sombre des nano-précipités $Ti_3Al$ au sein de la lamelle α pour le Ti 17 vieilli 6000 h à 450°C [19]*

Dans le cadre de ces travaux, la fragilisation est étudiée en considérant l'évolution des valeurs de $K_{cr}$ en fonction des conditions de vieillissement, pour les essais à R=0.1 menés à température ambiante. La valeur de $K_{max}$ pour l'état de réception est prise à la valeur maximale atteinte avant rupture. L'évolution des valeurs de $K_{cr}$ pour une exposition à une température donnée pendant une durée t permet le calcul du taux de perte en $K_{max}$, X't, défini par :

$$X't = (K_{max} \text{ à l'état de réception} - K_{cr} \text{ à la durée t}) / K_{max} \text{ à l'état de réception.}$$

Suivant la seconde hypothèse, l'évolution de X't au cours de l'exposition en température peut être corrélée avec l'équation de Wert-Zener. La valeur de m est alors déterminée après la linéarisation de l'équation de Wert-Zener :

$$\ln[\ln(1/(1-X't))] = m \times \ln(t) - m \times \ln(\tau)$$

Le Tableau V. 8 récapitule pour une exposition à 400°C l'évolution des valeurs de $K_{cr}$ et de X't au cours du temps.

| Durée d'exposition à 400°C (h) | $K_{cr}$ (MPa.m$^{1/2}$) | Taux de perte en $K_{max}$, X't | ln t | ln(ln(1/(1-X't))) |
|---|---|---|---|---|
| 0 | Kmax avant rupture= 42 | 0 | - | - |
| 1000 | 30 | 0,286 | 6,908 | -1,089 |
| 3000 | 18 | 0,571 | 8,006 | -0,166 |
| 6000 | 17 | 0,595 | 8,700 | -0,100 |
| 10 000 | 17 | 0,595 | 9,210 | -0,100 |

*Tableau V. 8: valeurs de Kmax et taux de perte X't associés au Ti 17 ayant subi une exposition à 400°C*

Ces données ont permis d'identifier sur le tracé reporté sur la Figure V. 61 la valeur de m pour le Ti 17, à m=0.44. Cette valeur est cohérente avec celle rapportée par Shamblen, à savoir m=0.41. La valeur de m semble indépendante de la composition [15] et dépendre principalement du mécanisme de fragilisation, qui serait similaire entre les alliages Ti 17, Ti 6242 et Ti 5621S, à savoir par précipitation de phase $Ti_3(Al,Sn)$.

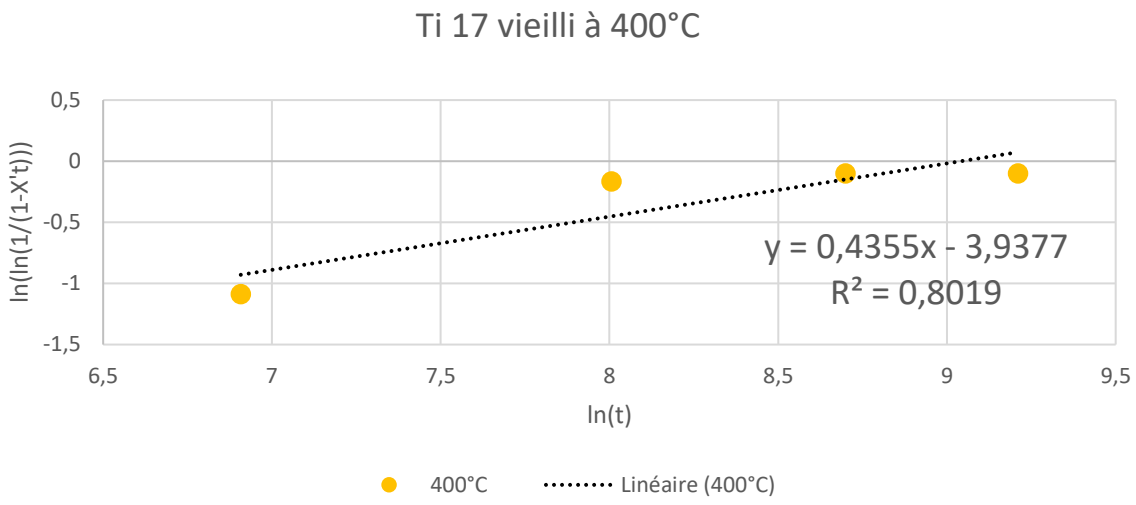



*Figure V. 61: linéarisation de l'équation de Wert-Zener, appliquée aux données du Ti 17 vieilli à 400°C*

L'exploitation de l'ordonnée à l'origine de la courbe de tendance sur la Figure V. 61 donne un temps de relaxation de 8449 h pour un vieillissement à 400°C. Connaissant le paramètre m, les temps de relaxation pour les températures de 350°C, 450°C et 500°C ont été estimés. Ces valeurs sont synthétisées dans le Tableau V. 9 :

| Température (°C) | Temps de relaxation τ (h) |
|---|---|
| 350 | 41 401 |
| 400 | 8449 |
| 450 | 2536 |
| 500 | 694 |

*Tableau V. 9: synthèse des valeurs de τ pour les différentes températures de vieillissement du Ti 17*

La précipitation de composés $Ti_3(Al,Sn)$ étant assimilée à un phénomène diffusionnel thermiquement activé, une valeur d'énergie d'activation du processus de fragilisation a été estimée en supposant τ inversement proportionnel au coefficient de diffusion des éléments en solution solide dans l'alliage considéré [15]. τ peut ainsi s'exprimer suivant une loi d'Arrhenius [15,16] :

$$1/\tau = A \exp(-Q/RT)$$

Avec A une constante, Q l'énergie d'activation de la précipitation incluant les énergies d'activation de nucléation et de croissance [16], R la constante des gaz parfaits et T la température exprimée en Kelvins. La courbe de tendance appliquée au tracé sur la Figure V. 62 permet d'identifier la valeur de Q pour le Ti 17 à 107,9 kJ/mol soit 25,8 kcal/mol. Cette valeur est proche de celles déterminées dans l'étude de Shamblen de 25 kcal/mol pour le Ti 6242 et de 28 kcal/mol pour le Ti 5621S.

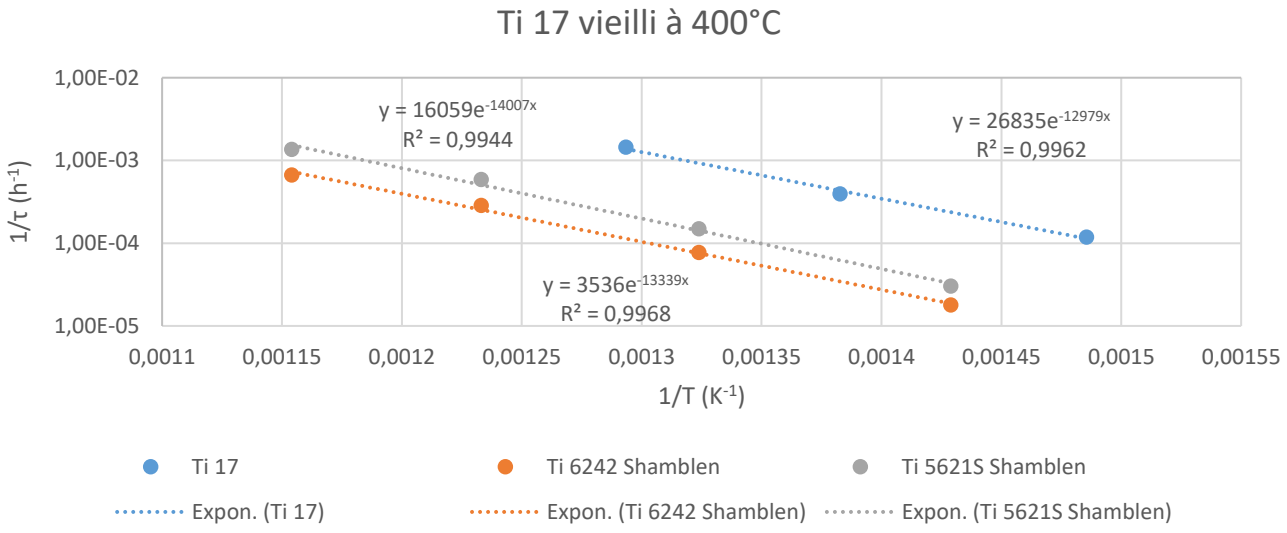



*Figure V. 62: évaluation des énergies d'activation du processus de fragilisation au sein du Ti 17 et des alliages de l'étude de Shamblen [15]*

De plus, ces valeurs d'énergies d'activation sont sensiblement proches de celles observées pour la diffusion de l'aluminium et de l'étain dans la phase β [20], motivant la dépendance du phénomène de fragilisation avec la précipitation de phase $Ti_3(Al,Sn)$. Le Tableau V. 10 synthétise et compare ces valeurs d'énergie d'activation.

| Alliage ou élément concerné | Energie d'activation (kcal/mol) | Ref. |
|---|---|---|
| Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo (Ti 6242) | 25 | [15] |
| Ti-5Al-6Sn-2Zr-1Mo-0.25Si (Ti 5621S) | 28 | [15] |
| Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (Ti 17) | 25,8 | DUSTI |
| Diffusion Al → $Ti_\beta$ | 25,5 | [20] |
| Diffusion Sn → $Ti_\beta$ | 28 | [20] |

*Tableau V. 10: Synthèse des valeurs d'énergie d'activation des processus diffusifs issues des études de Shamblen [15], Goold [20] et pour le Ti 17.*

Les valeurs indiquées dans le Tableau V. 10 sont à nuancer : en effet la littérature rapporte des valeurs d'énergie d'activation de la diffusion de l'aluminium dans la phase β plus élevées [21,22], de l'ordre de 150 à 332 kJ/mol, soit 36 à 79 kcal/mol. Les présents résultats restent toutefois dans les ordres de grandeurs attendus.

### 5.6.3. Application à la chute de ductilité et de ténacité

L'exploitation des données précédentes a permis d'identifier les paramètres de la loi de Wert-Zener servant à modéliser la dégradation des valeurs de $K_{cr}$ (fragilisation), au cours du vieillissement isotherme du Ti 17. Afin de vérifier la validité des paramètres de l'analyse précédente, l'équation de Wert-Zener a été appliquée pour estimer la perte de ductilité en traction suite au vieillissement et la comparer aux données expérimentales. Le Tableau V. 11 ainsi que le Tableau V. 12 synthétisent pour des essais à 20°C, les valeurs d'allongement à rupture (Al. à R.) et de fraction d'allongement à rupture résiduel, après vieillissement à 400°C et 450°C respectivement. Les courbes sur les Figure V. 63 et Figure V. 64 tracent l'évolution de la fraction d'allongement à rupture résiduel, expérimentale et estimée, pour des vieillissements à 400°C et 450°C respectivement.

| Durée de vieillissement à 400°C (h) | Al. à R. (%) | fraction d'Al. à R. Résiduel (expérimental) (%) | fraction d'Al. à R. Résiduel (Wert-Zener) (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 4,4 | 100,0 | 100,0 |
| 1000 | 5 | 113,6 | 67,4 |
| 6000 | 2,1 | 47,7 | 42,3 |
| 10000 | 2,4 | 54,5 | 34,1 |

*Tableau V. 11: valeurs d'allongement à rupture (Al. à R.) et de fraction d'allongement à rupture résiduel pour les essais menés sur le Ti 17 à 20°C, après vieillissement à 400°C (données Airbus Group Innovations)*

| Durée de vieillissement à 450°C (h) | Al. à R. (%) | fraction d'Al. à R. Résiduel (expérimental) (%) | fraction d'Al. à R. Résiduel (Wert-Zener) (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 4,4 | 100,0 | 100,0 |
| 1000 | 2,3 | 52,3 | 51,3 |
| 6000 | 1,1 | 25,0 | 23,3 |
| 10000 | 1,2 | 27,3 | 16,2 |

*Tableau V. 12: valeurs d'allongement à rupture (Al. à R.) et de fraction d'allongement à rupture résiduel pour les essais menés sur le Ti 17 à 20°C, après vieillissement à 450°C (données Airbus Group Innovations)*

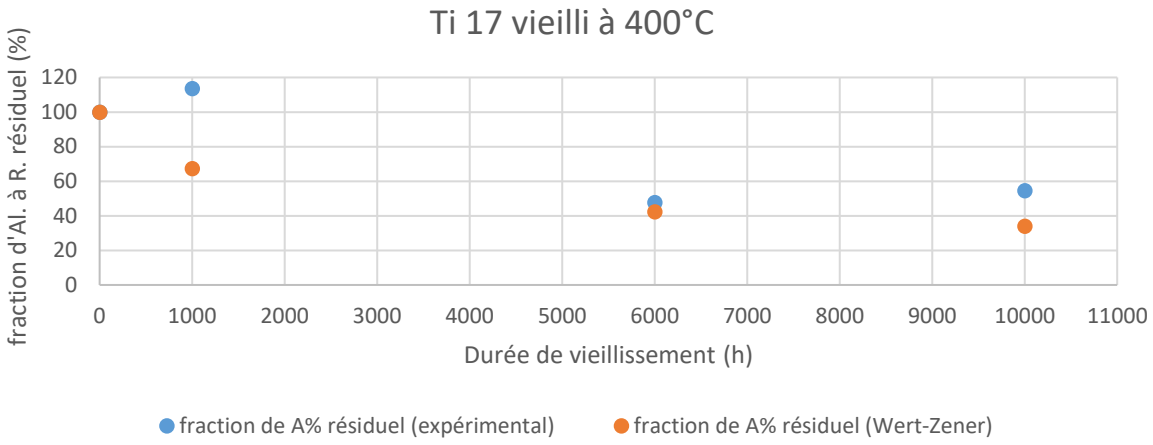



*Figure V. 63: évolution temporelle de la fraction d'allongement à rupture résiduel, expérimentale et estimée pour le Ti 17 vieilli à 400°C*

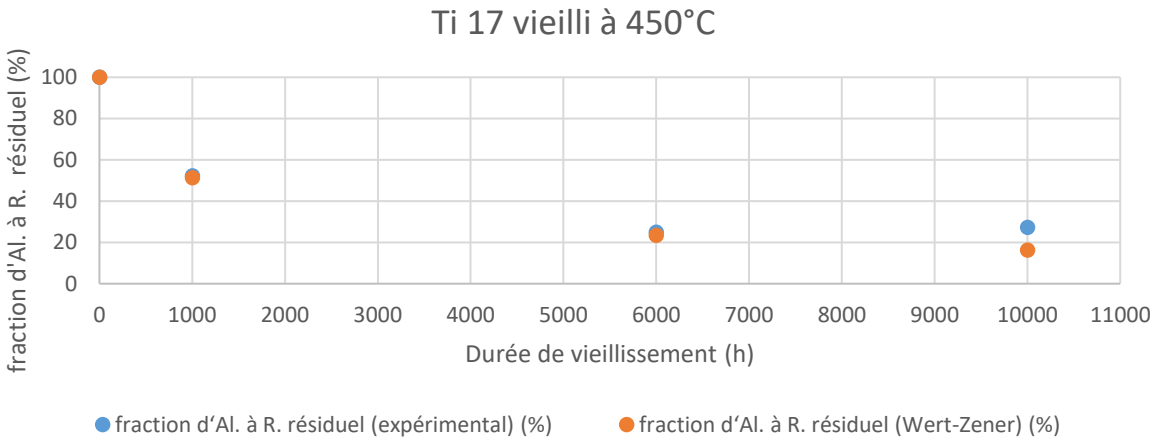



*Figure V. 64: évolution temporelle de la fraction d'allongement à rupture résiduel, expérimentale et estimée pour le Ti 17 vieilli à 450°C*

Les paramètres de la loi de Wert-Zener déterminés pour le Ti 17 donnent des estimations de chute d'allongement à rupture en accord avec les résultats expérimentaux. A 400°C, l'effet du vieillissement est moins marqué, un écart relatif est constaté avec les prévisions pour chaque durée de vieillissement. A 450°C où l'effet du vieillissement est marqué, les points issus de la loi de Wert-Zener se superposent avec les données expérimentales.

La même démarche a été appliquée à la chute de ténacité. Le Tableau V. 13 ainsi que le Tableau V. 14 synthétisent les données expérimentales et estimées pour les températures de 400°C et 450°C respectivement. Les tracés de ces données sont apportés sur la Figure V. 65 et la Figure V. 66. Il apparaît que la loi de Wert-Zener a tendance à surestimer l'effet fragilisant du vieillissement sur la ténacité.

| Durée de vieillissement à 400°C (h) | Ténacité ($MPa.m^{1/2}$) | fraction de ténacité résiduelle (expérimental) (%) | fraction de ténacité résiduelle (Wert-Zener) (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 50,5 | 100 | 100 |
| 1000 | 42 | 83,2 | 67,4 |
| 6000 | 34 | 67,3 | 42,3 |
| 10 000 | - | - | 34,1 |

*Tableau V. 13: valeurs ténacité et de fraction de ténacité résiduelle pour les essais menés sur le Ti 17 à 20°C, après vieillissement à 400°C (données Airbus Group Innovations)*

| Durée de vieillissement à 450°C (h) | Ténacité ($MPa.m^{1/2}$) | fraction de ténacité résiduelle (expérimental) (%) | fraction de ténacité résiduelle (Wert-Zener) (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 50,5 | 100 | 100 |
| 1000 | 32,5 | 64,4 | 51,3 |
| 6000 | - | - | 23,3 |
| 10000 | - | - | 16,2 |

*Tableau V. 14: valeurs ténacité et de fraction de ténacité résiduelle pour les essais menés sur le Ti 17 à 20°C, après vieillissement à 450°C (données Airbus Group Innovations)*

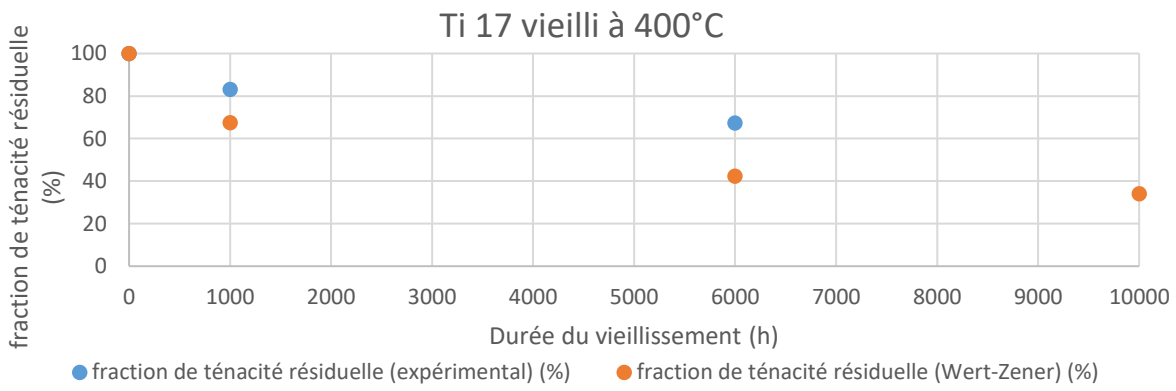



*Figure V. 65: évolution temporelle de la fraction de ténacité résiduelle expérimentale et estimée pour le Ti 17 vieilli à 400°C*

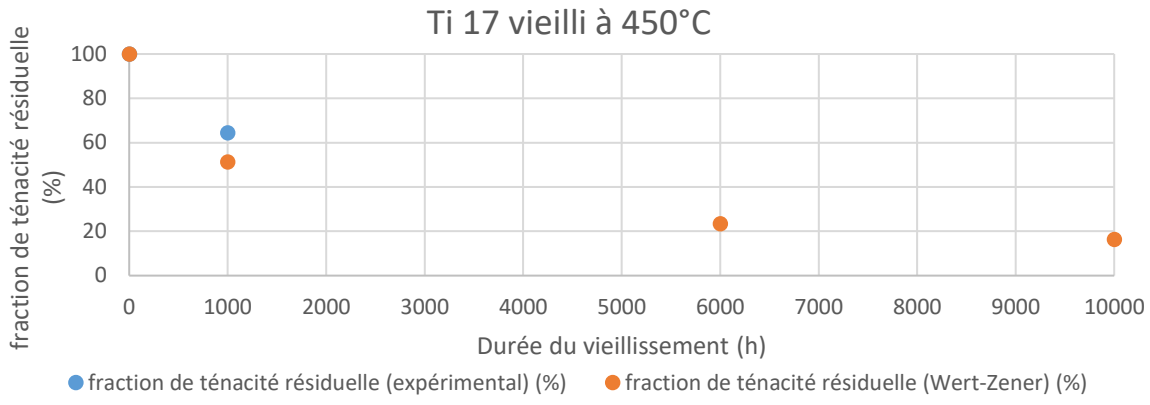



*Figure V. 66: évolution temporelle de la fraction de ténacité résiduelle expérimentale et estimée pour le Ti 17 vieilli à 450°C*

### 5.6.4. Application au vieillissement de l'alliage Ti 6242

Il a été évoqué dans le chapitre 4 un effet également fragilisant du vieillissement sur le comportement en fissuration du Ti 6242, cet effet restant toutefois moins marqué que dans le cas du Ti 17. La démarche des équivalences temps température développée précédemment a ainsi été appliquée au Ti 6242, dans le but de comparer les résultats avec ceux de Shamblen [15] obtenus sur le même alliage. Les courbes de fissuration pour le Ti 6242 vieilli et testé à 20°C du chapitre 4 sont rappelées sur la Figure V. 67 pour les essais menés à l'Institut P prime.

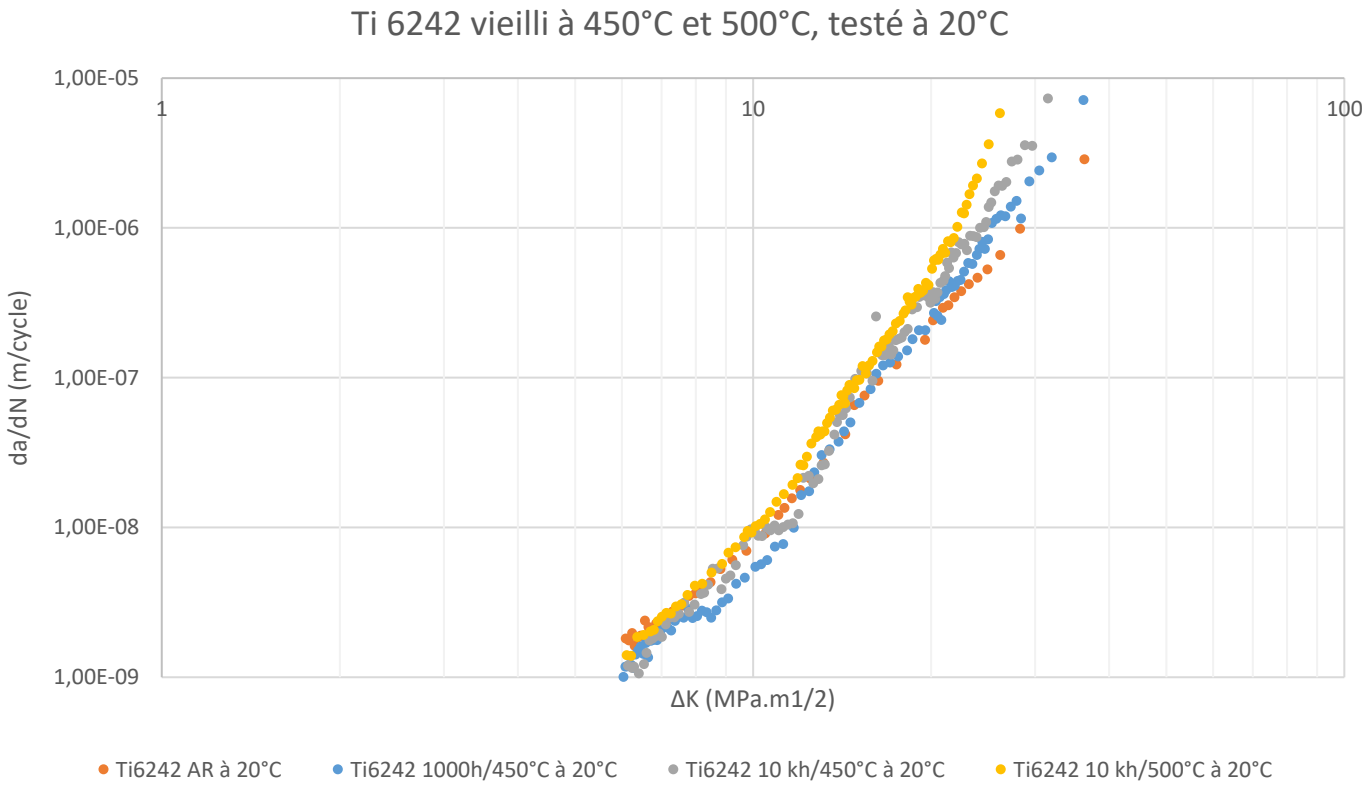



*Figure V. 67: récapitulatif des courbes de fissuration à 20°C pour le Ti 6242 vieilli*

Un effet du vieillissement sur l'alliage Ti 6242 est constaté dès 450°C avec des divergences vis-à-vis de la courbe de l'état de réception. Ces divergences sont, comme pour le Ti 17, d'autant plus prononcées que la durée et la température d'exposition s'accroit. Le Tableau V. 15 synthétise les valeurs de ΔK et $K_{cr}$ , ainsi que les données de ténacité fournies par Airbus Group Innovations.

| Condition de vieillissement | ΔK critique ($MPa.m^{1/2}$) | Kmax critique ($MPa.m^{1/2}$) | Ténacité ($MPa.m^{1/2}$) |
|---|---|---|---|
| État de réception (AR) | ΔKrupture= 36 | Kmax rupture= 40 | 55* |
| 1000 h/450°C | 23±1 | 26 | 46,5* |
| 6000 h/450°C | 16±1* | 18* | - |
| 10 000 h/450°C | 15±1 | 17 | - |
| 1000 h/500°C | 23±1* | 26* | 40,5* |
| 6000 h/500°C | 16±1* | 18* | - |
| 10 000 h/500°C | 11±1 | 12 | - |
| 1000 h/600°C | 19±1* | 21* | 39* |

*données Airbus Group Innovations

*Tableau V. 15: synthèse des données d'équivalences temps-température pour les essais à température ambiante, dans le cas du Ti 6242 (données Airbus Group innovations & P')*

La constante de temps m de la loi de Wert-Zener a par la suite été déterminée en suivant la méthodologie décrite précédemment. Un écart est constaté entre les valeurs obtenues après vieillissement à 450°C et 500°C, donnant respectivement m=0.31 et m=0.42. En considérant les données obtenues pour le Ti 17 et dans l'étude de Shamblen, la valeur de m obtenue pour un vieillissement à 500°C semble plus cohérente et sera par conséquent adoptée pour la suite. Ce choix est d'autant plus motivé que les divergences sur les courbes de fissuration sont plus marquées et précisément exploitables pour un vieillissement à 500°C qu'à 450°C.

Les temps de relaxation calculés pour les différentes températures de vieillissement du Ti 6242 sont apportés au sein du Tableau V. 16. Ces valeurs montrent un relatif écart avec les données de l'étude de Shamblen, en restant toutefois dans les ordres de grandeur attendus.

| Température (°C) | Temps de relaxation τ (h) | Source, valeur de m |
|---|---|---|
| 427 | 56000 | [15], m = 0.41 |
| 450 | 10 341 | DUSTI, m= 0.42 |
| 482 | 13000 | [15], m = 0.41 |
| 500 | 7884 | DUSTI, m= 0.42 |
| 538 | 3500 | [15], m = 0.41 |
| 593 | 1500 | [15], m = 0.41 |
| 600 | 2850 | DUSTI, m= 0.42 |

*Tableau V. 16: synthèse des valeurs de τ pour les différentes températures de vieillissement du Ti 6242*

Ces données permettent de déterminer à l'aide du graphe sur la Figure V. 68, l'énergie d'activation du processus de fragilisation dans le cas du Ti 6242, estimé à 46 kJ/mol soit 11 kcal/mol. Cette valeur entre dans l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation attendue pour le processus de fragilisation mais reste faible au regard des résultats obtenus sur Ti17 et renseignés dans la littérature [15].

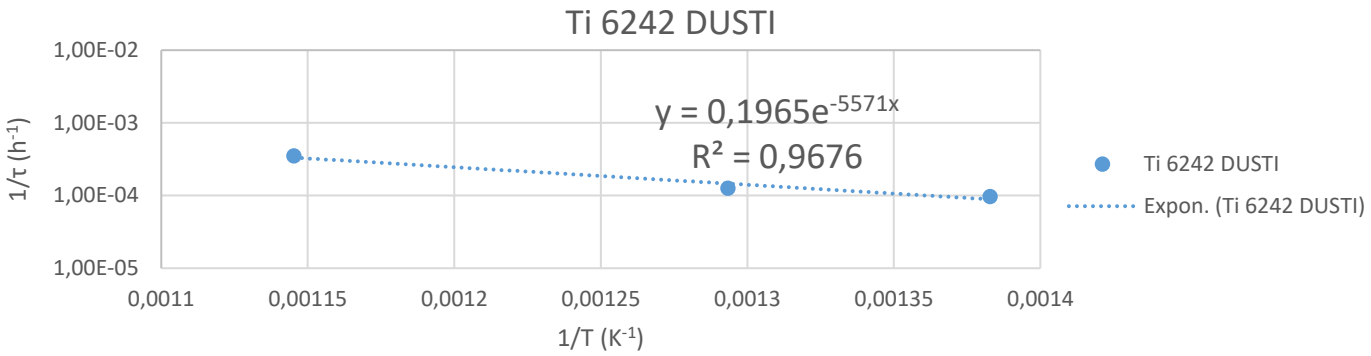



*Figure V. 68: évaluation des énergies d'activation du processus de fragilisation au sein du Ti 6242*

A partir des paramètres de la loi de Wert-Zener déterminés pour le Ti 6242 vieilli entre 450°C et 600°C, une estimation de la chute de l'allongement à rupture et de la ténacité a été effectuée. Les données ont été synthétisées dans les Tableaux 17, 18 et 19. La loi de Wert-Zener a tendance à surestimer la dégradation des propriétés mécaniques liées au vieillissement vis-à-vis des données expérimentales, qui ne montrent aucun effet sur l'allongement à rupture pour les vieillissements à 450°C et un effet mineur pour 500°C. L'effet du vieillissement étant relativement modéré sur le Ti 6242 pour des températures inférieures à 500°C, l'évaluation de données représentatives est moins aisée que dans le cas du Ti 17. Des points obtenus pour des expositions à des températures de vieillissement plus élevées, avec une dégradation de propriétés quantitativement plus marquée serait nécessaire afin d'obtenir un jeu de paramètres plus précis.

| Durée de vieillissement à 450°C (h) | Al. à R. (%) | fraction d'Al. à R. résiduel (expérimental) (%) | fraction d'Al. à R. résiduel (Wert-Zener) (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 17,1 | 100,0 | 100,0 |
| 1000 | 16,7 | 97,7 | 68,7 |
| 6000 | 17,5 | 102,3 | 45,1 |
| 10000 | 18,5 | 108,2 | 37,3 |

*Tableau V. 17: valeurs d'allongement à rupture (Al. à R.) et de fraction d'allongement à rupture résiduel pour les essais menés sur le Ti 6242 à 20°C, après vieillissement à 450°C (données Airbus Group innovations)*

| Durée de vieillissement à 500°C (h) | Al. à R. (%) | fraction d'Al. à R. résiduel (expérimental) (%) | fraction d'Al. à R. résiduel (Wert-Zener) (%) |
|---|---|---|---|
| 0 | 17,1 | 100,0 | 100,0 |
| 1000 | 17,2 | 100,6 | 65,7 |
| 6000 | 15,1 | 88,3 | 41,0 |
| 10000 | 15,3 | 89,5 | 33,1 |

*Tableau V. 18: valeurs d'allongement à rupture (Al. à R.) et de fraction d'allongement à rupture résiduel pour les essais menés sur le Ti 6242 à 20°C, après vieillissement à 500°C (données Airbus Group innovations)*

| Température de vieillissement pour 1000 h d'exposition (°C) | Ténacité ($MPa.m^{1/2}$) | fraction de ténacité résiduelle (expérimental) (%) | fraction de ténacité résiduelle (Wert-Zener) (%) |
|---|---|---|---|
| AR | 55 | 100 | 100 |
| 450 | 46,5 | 84,5 | 68,7 |
| 500 | 40,5 | 73,6 | 65,7 |
| 600 | 39 | 70,9 | 52,5 |

*Tableau V. 19: valeurs ténacité et de fraction de ténacité résiduelle pour les essais menés sur le Ti 6242 à 20°C, après vieillissement de 1000 h à différentes températures (données Airbus Group innovations)*

Au terme de cette partie, une base de données sur la dégradation des propriétés mécaniques du Ti 17 et du Ti 6242 a été constituée. Le tracé sur la Figure V. 69 reporte la valeur de la fraction de ténacité résiduelle à l'issue du vieillissement en fonction du ratio $t/\tau$ (quantifiant l'avancement du processus de fragilisation vis-à-vis du temps caractéristique $\tau$), et ce pour différentes températures de vieillissement. L'ensemble des données obtenues dans le cadre du projet DUSTI (issues des valeurs de $K_{cr}$) et dans l'étude de Shamblen (issues des ténacités) ont été reportées sur le tracé, dit de Wert-Zener. Il est constaté qu'en rationnalisant le temps d'exposition par la valeur de $\tau$, les points expérimentaux relatifs aux différents matériaux des deux études suivent une courbe maitresse théorique commune. Ceci suggère l'unicité du mécanisme physique de dégradation des propriétés mécaniques, à savoir la précipitation.

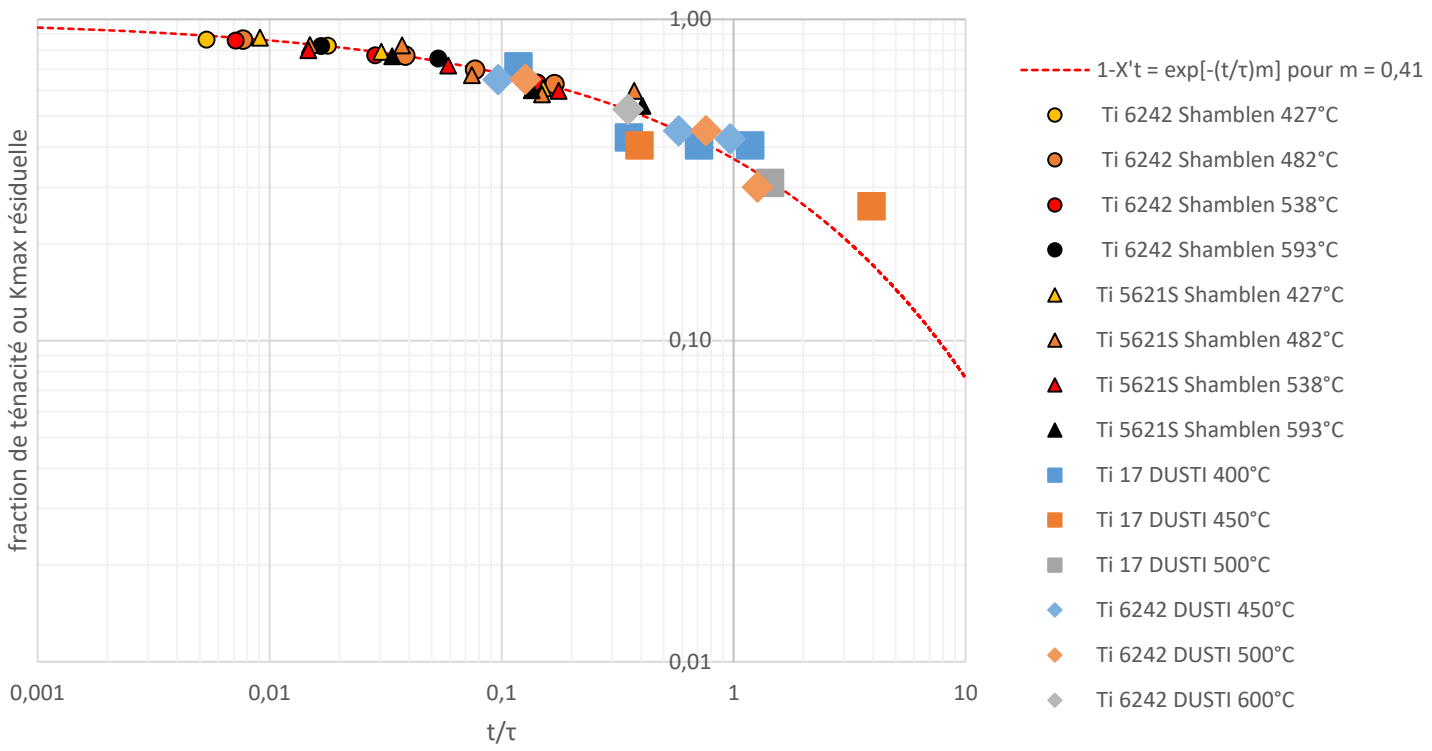



*Figure V. 69: tracé de la fraction de ténacité ou Kmax résiduel suite au vieillissement, en fonction du ratio t/τ pour l'ensemble des données du projet*

*Bilan intermédiaire*

Il peut être conclu au terme de cette partie que les équivalences temps-température issues de la loi de Wert-Zener (sous réserve de ses hypothèses simplificatrices fortes) présentent une bonne concordance avec les résultats expérimentaux pour les différentes conditions de vieillissement. Les points issus du projet DUSTI permettent également de compléter les données produites par Shamblen en décrivant un faisceau de points groupé autour du tracé de l'équation de Wert-Zener pour m=0.41.

Toutefois, pour des températures inférieures à un certain seuil (400°C pour le Ti 17, 450°C pour le Ti 6242) un écart entre les données expérimentales et théoriques est constaté. La difficulté principale réside ici dans l'obtention d'une dégradation de propriétés suffisamment marquée dans les conditions de durée et de températures de vieillissement choisis, ainsi que d'un nombre de points suffisant pour une identification précise des paramètres de la loi de Wert-Zener (les points relatifs aux vieillissements de l'ordre du millier d'heures étant relativement coûteux à obtenir).

Dans une approche simplifiée du phénomène de fragilisation induit par le vieillissement sur les alliages de titane, la loi de Wert-Zener semble ainsi offrir un outil permettant d'estimer avec une corrélation correcte la perte en ténacité. Cet outil peut donc être mis à profit pour proposer une méthodologie simplifiée de prédiction de la dégradation des propriétés mécaniques suite au vieillissement, développée dans la conclusion de ces travaux.

## 5.7. Bibliographie du chapitre 5


[1] A. Madsen, H. Ghonem, Mater. Sci. Eng. A 177 (1994) 63–73.
[2] K.V. Sai Srinadh, N. Singh, V. Singh, Bull. Mater. Sci. 30 (2007) 595–600.
[3] J.C. Williams, B.S. Hickman, H.L. Marcus, Metall. Trans. 2 (1971) 1913–1919.
[4] A. Gysler, G. Lütjering, V. Gerold, Acta Metall. 22 (1974) 901–909.
[5] A.W. Funkenbusch, L.F. Coffin, Metall. Trans. A 9 (1978) 1159.
[6] C. Sauer, G. Lütjering, Mater. Sci. Eng. A 319–321 (2001) 393–397.
[7] T. Duval, Analyse Multi-Échelles Des Relations Microstructure/Propriétés Mécaniques Sous Sollicitation Monotone et Cyclique Des Alliages de Titane β-Métastable, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique-Poitiers, 2013.
[8] R. Benjamin, M.N. Rao, J. Phys. Conf. Ser. 843 (2017) 012048.
[9] P. Schmidt, A. El-Chaikh, H.-J. Christ, Effect of Duplex Aging on the Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in the Solute-Rich Metastable Beta Titanium Alloy Ti 38-644, 2011.
[10] S.J. Kim, M. Hagiwara, Y. Kawabe, S.S. Kim, Mater. Sci. Eng. A 334 (2002) 73–78.
[11] R.O. Ritchie, J.F. Knott, J.R. Rice, J. Mech. Phys. Solids 21 (1973) 395–410.
[12] D.A. Curry, in: ECF2 Darmstadt 1978, 1978.
[13] J.W. Hutchinson, J. Mech. Phys. Solids 16 (1968) 13–31.
[14] P. Bowen, S.G. Druce, J.F. Knott, Acta Metall. 35 (1987) 1735–1746.
[15] C.E. Shamblen, Metall. Trans. 2 (1971) 277–280.
[16] J. Farjas, P. Roura, Acta Mater. 54 (2006) 5573–5579.
[17] J.W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Newnes, 2002.
[18] H.I. Aaronson, M. Enomoto, J.K. Lee, Mechanisms of Diffusional Phase Transformations in Metals and Alloys, CRC Press, 2016.
[19] N. Maury, Influence de La Microstructure Initiale Sur Les Évolutions Microstructurales Au Cours Du Vieillissement Dans Les Alliages de Titane, Thèse de Doctorat, Université de Lorraine, Institut Jean Lamour Nancy, 2018.
[20] D. Goold, J. Inst. Met. 88 (1960) 444–448.
[21] H. Araki, T. Yamane, Y. Minamino, S. Saji, Y. Hana, S. boo Jung, Metall. Mater. Trans. A 25 (1994) 874–876.
[22] G. Neumann, C. Tuijn, Self-Diffusion and Impurity Diffusion in Pure Metals: Handbook of Experimental Data, Elsevier, 2011.

# Conclusion et Perspectives

# Conclusion et Perspectives

Le travail présenté dans ce mémoire a été entrepris avec comme objectif principal d'évaluer l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques d'alliages de titane. A cette fin, le travail a été mené en deux étapes :

- D'une part l'évaluation de la résistance à la fissuration d'alliages de titane de différentes microstructures à l'état de réception (non vieilli). Ce sujet a fait l'objet de travaux antérieurs rapportés dans la bibliographie, mais constitue une étape nécessaire afin d'accéder au second point détaillé ci-après.
- D'autre part la caractérisation de l'effet d'un vieillissement prolongé sur ce même comportement en fissuration.

Concernant la première étape, un premier travail a consisté à examiner la réponse des différents alliages en déformation cyclique, afin d'obtenir une première information sur le développement de la plasticité en pointe de fissure. Tous les alliages étudiés présentent un adoucissement cyclique. Les différences entre chaque alliage sont quantitativement faibles en termes de déformation plastique développée et de niveaux de contraintes atteints. L'alliage Ti 17 se distingue toutefois quelque peu des autres alliages par des niveaux de déformation plastique mesurés plus faibles et des contraintes plus élevées.

En fissuration, sujet principal de ces travaux, l'influence de la microstructure initiale issue du forgeage est en revanche plus prononcée. En effet, l'alliage TA6V « traité β », de microstructure lamellaire, montre une meilleure résistance à la propagation de fissure. Le Ti 17 à la microstructure en « corbeille d'osier » présente quant à lui les vitesses de propagation de fissure les plus élevées, la résistance exhibée par les microstructures bimodales obtenues au sein des alliages TA6V αβ et Ti 6242 étant intermédiaire. Ces constats sont appuyés par des observations des surfaces de rupture des éprouvettes rompues, dont les principales caractéristiques sont listées ci-dessous :

- La microstructure lamellaire montre une résistance à la propagation imputable aux nombreuses déviations de fissures, ainsi qu'à la rugosité du faciès engendrant potentiellement de la fermeture. Le caractère fortement cristallographique de la rupture induisant de nombreux arrêts/ré-initiations de fissures au voisinage de colonies de lamelles cristallographiquement désorientées, nécessitant l'activation de systèmes de glissement différents, contribue à cette résistance.
- La microstructure bimodale montre une rupture relativement insensible aux barrières microstructurales (joints de grain alpha primaires $\alpha_p$, colonies de lamelles dans les grains β transformés), marquée par la présence de nombreuses facettes de clivage au niveau des grains $\alpha_p$. Dans le cas du TA6V αβ, l'influence supplémentaire d'une substructure, les « macro-zones » est remarquée, induisant des fluctuations dans les vitesses de fissuration, potentiellement lorsque la fissure interagit avec les frontières de ces macro-zones.

- La microstructure en « corbeille d'osier » du Ti 17 est associée à une fissuration procédant par la formation de larges facettes, de façon transgranulaire et traversant les barrières microstructurales tels les joints d'ex-grain β et les interfaces lamelles/matrice. La présence avérée de couches de phase $\alpha_{GB}$ aux joints des ex-grains β est un facteur aggravant de la faible résistance à la fissuration, en cela qu'elles créent une voie privilégiée et sans obstacle de propagation de fissure.

Concernant le second objectif de ces travaux, les mêmes essais sur les alliages vieillis ont montré que l'exposition prolongée en température n'induisait pas de modification décelable sur le comportement cyclique et en fissuration de l'alliage TA6V, à température ambiante comme à 350°C. Pour l'alliage Ti 6242, une faible accélération des vitesses de fissuration des cas vieillis vis-à-vis de l'état de réception se produit à température ambiante, à mesure que les conditions de vieillissement deviennent plus sévères (température et durées croissantes). Cependant cette divergence ne se produit que pour des valeurs de ΔK élevées (> 17 $MPa\times m^{1/2}$) à R=0.1. Cet effet n'est pas visible à plus hautes températures (450°C et 500°C).

Finalement, l'alliage présentant un effet marqué du vieillissement sur le comportement en fissuration dans le domaine de Paris reste le Ti 17 vieilli à des températures supérieures à 400°C. La principale modification consiste en l'apparition de divergences dans les courbes de fissuration vis-à-vis de l'état de réception, à des valeurs de ΔK caractéristiques pour une valeur donnée du rapport de charge, décroissantes en fonction de la durée et la température de vieillissement. Ces divergences sont étroitement associées à l'apparition sur les surfaces de rupture d'empreintes de lamelles caractéristiques. Le comportement cyclique ne met en évidence qu'un faible durcissement du matériau. L'autre élément marquant est que les effets du vieillissement précédemment mentionnés sont moins prononcés en température (au-delà de 450°C).

Ainsi l'atteinte du second objectif de ces travaux a nécessité d'apporter des réponses aux questions des :

1) Mécanismes de formation des empreintes de lamelles
2) Causes de l'apparition de ces divergences, révélatrices à l'échelle macroscopique d'une fragilisation du matériau

Des essais de traction macroscopique et in-situ sur micro-éprouvettes, associées aux fractographies MEB, ont apporté une information sur les mécanismes d'endommagement à une échelle fine. Ainsi, la phase $\alpha_{GB}$ a pu être identifiée dans le cas du matériau à l'état de réception comme le principal élément microstructural accommodant la sollicitation en traction, conduisant à un endommagement intergranulaire ductile. A l'état de réception, la déformation dépasse les limites microstructurales des interfaces lamelles/matrice. Après vieillissement cependant, la déformation se localise au niveau des lamelles α, dont la rupture à caractère multisite est largement responsable d'un faciès transgranulaire.

L'information principale est ainsi l'observation directe de la localisation de la déformation liée au vieillissement, confinée au sein des lamelles. Consécutivement, un scénario de formation des empreintes de lamelles en accord avec les observations MEB a été proposé.

Compte-tenu de la similitude des empreintes notées sur les surfaces de rupture produites en sollicitation cyclique et monotone pour les matériaux vieillis, l'hypothèse d'un rôle prédominant de la composante statique du chargement de fatigue sur le développement de ce mode d'endommagement a été formulée. Cette hypothèse est confortée par les résultats des essais menés à différentes valeurs du rapport de charge qui montrent que le point d'apparition de la divergence sur les courbes da/dN, correspondant également au point d'apparition des empreintes de lamelles, est en fait contrôlé par une valeur de $K_{max}$ critique, $K_{cr}$, propre à chaque condition de vieillissement. Un parallèle avec les travaux de Ritchie Knott et Rice a pu être établi, permettant une estimation des valeurs de contraintes seuil en pointe de fissure déclenchant les ruptures statiques et les divergences.

La comparaison des différentes conditions de vieillissement a également montré que cette valeur de $K_{cr}$ est propre à chaque condition et suit une décroissance en fonction du temps d'exposition, plus ou moins marquée suivant la température de vieillissement considérée. Dans une approche plus générale de la dégradation des propriétés mécaniques due au vieillissement, des équivalences temps-température ont été établies. Un outil de prédiction de la dégradation des propriétés mécaniques au sein du matériau vieilli a été proposé, s'appuyant sur la loi dite de Wert-Zener. Des énergies d'activation de ce phénomène de dégradation des propriétés mécaniques ont pu être évaluées, pour les alliages Ti 17 et Ti 6242.

Une des perspectives de ces travaux serait de valider la relation de Wert-Zener d'un point de vue métallurgie physique, en allant chercher des valeurs d'énergies d'activation du processus de fragilisation et des constantes de la loi de Wert-Zener plus précises et mieux identifiées.

Cependant, une telle démarche se heurte au faible nombre de points expérimentaux venant alimenter la base de données, surtout pour des durées de vieillissement longues. Ces points conditionnent la précision de l'estimation des paramètres de la loi de Wert-Zener, mais effectuer des essais pour obtenir des points relatifs à plusieurs milliers d'heures de vieillissement est coûteux (1000 h représentent 42 jours de traitement, 10 000 h représentent 1 an et 52 jours) et réduit fortement l'aspect prédictif de la démarche. Cette solution n'est donc pas envisageable en l'état.

Les résultats du chapitre 5 permettent alors de proposer la solution suivante, à l'ingénieur souhaitant appliquer une démarche simplifiée pour quantifier la fragilisation liée au vieillissement sur un alliage donné :

- Choix de la température d'étude :

Les effets du vieillissement apparaissent de manière plus rapide et prononcés (donc plus exploitables en termes d'analyse) pour des températures élevées. Pour un même effet sur les propriétés mécaniques, une élévation de température permet d'économiser une durée non négligeable de vieillissement. Le choix se portera donc sur une température dans les limites des conditions de service de l'alliage, comme cela a été fait pour le Ti 17.

- Choix des durées de vieillissement :

Les effets du vieillissement sont plus prononcés sur des temps courts et saturent à long terme. Ce constat permet de justifier le choix de ne disposer que d'éprouvettes vieillies sur une série de durées limitées bien choisies (typiquement inférieures à 3000 h pour le Ti 17 vieilli à 450°C) et de s'affranchir de traitements trop longs, trop coûteux. Le nombre de ces conditions vieillies sur des temps courts devra également être suffisant afin de décrire au mieux l'effet du vieillissement sur les premiers stades.

- Analyse mécanique simple :

L'analyse développée précédemment sur la dégradation des propriétés mécaniques liée au vieillissement s'est d'abord basée sur des essais de fissuration (dégradation des valeurs de $K_{cr}$) puis les tendances observées ont été confirmées sur des essais de traction (dégradation des valeurs d'allongement à la rupture). Cependant, les essais de fissuration sont plus lourds à mettre en œuvre (usinage d'éprouvettes, équipements mobilisés, mesures, dépouillement) que des essais de traction. Dans une démarche inverse, une analyse simple de la dégradation de l'allongement la rupture suffirait pour obtenir des données de qualité sur la cinétique de fragilisation du matériau et de manière plus aisée qu'une analyse des valeurs de $K_{cr}$.

- Extrapolation à d'autres conditions :

L'analyse de la dégradation des valeurs d'allongement la rupture sur les éprouvettes vieillies permettra d'extraire des énergies d'activation du processus de fragilisation et les paramètres de la loi de Wert Zener. Ces paramètres serviront à extrapoler la fragilisation du matériau dans d'autres conditions de vieillissement.

D'un point de vue phénoménologique cette fois, il est possible d'évoquer en perspective des essais in-situ plus progressifs et sur des conditions de vieillissement intermédiaires. L'objectif serait ainsi de mieux comprendre les étapes du processus de décohésion intra-lamellaire conduisant à la formation des empreintes de lamelle. A une échelle plus fine, des observations de l'interaction dislocation-précipité $Ti_3Al$ peuvent être envisagés, pour apporter une réponse quant aux mécanismes d'endommagement responsables du comportement macroscopiquement fragile constaté.

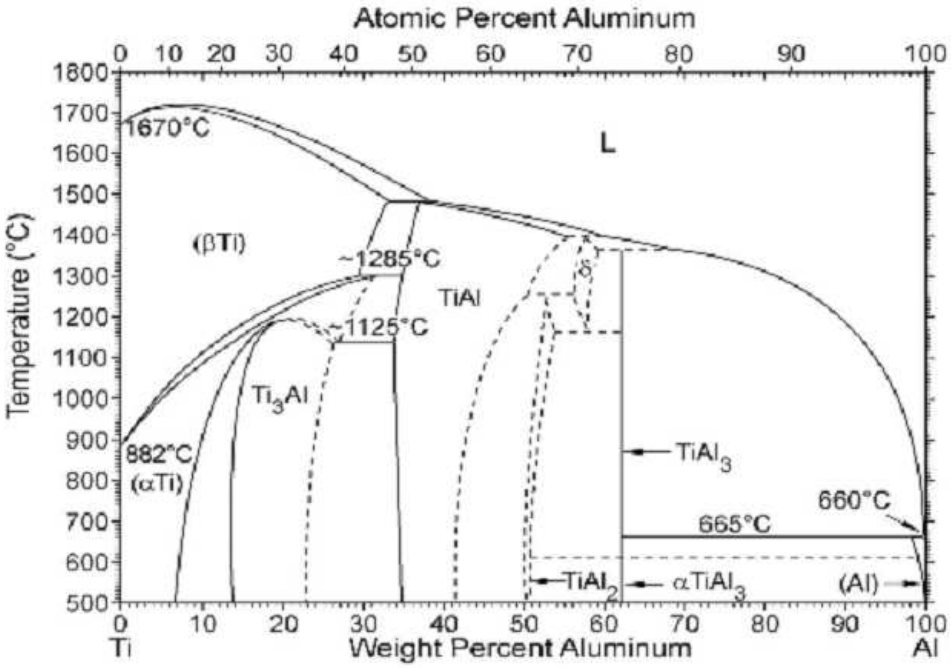
La littérature rapporte également l'influence de phase ω, non vérifiée ici. Les travaux de Nicolas Maury ont mis en avant une phase d'interface au niveau des lamelles alpha, cependant l'indexation de cette phase reste complexe : phase ω, L, contamination lors de la préparation des lames MET avec formation d'hydrure de titane, plusieurs pistes sont envisagées. Une expertise sur cette phase d'interface, pouvant jouer un rôle potentiel dans la résistance cohésive de l'interface lamelle/matrice et donc sur les mécanismes d'endommagement suite au vieillissement, est souhaitable.

Enfin, si l'influence du vieillissement sur l'alliage Ti 6242 est quantitativement faible, elle n'est pas inexistante, comme l'ont montré les courbes de fissuration. La littérature rapporte la présence de siliciures après vieillissement sur cet alliage contenant classiquement 0.1% massiques de silicium. La présence de telles phases n'a pas été vérifiée ici, l'analyse ayant été concentrée sur les résultats concernant le Ti 17. Une perspective serait dans un premier temps de vérifier au MET la présence de telles phases avant d'envisager une méthodologie d'analyse similaire à celle appliquée au Ti 17 (essais in-situ, essais à R différents), et comprendre l'origine de la divergence des comportements observées à $\Delta K > 17$ MPa x $m^{1/2}$ à R=0.1 et à température ambiante dans le cas du Ti 6242 vieilli au-delà de 1000 h à 450°C.

En perspective sur des aspects ingénierie, l'ensemble des données et démarches développées dans ce travail pourraient constituer un outil de dimensionnement permettant de prédire les évolutions dans le temps des propriétés au sein de pièces exposées à des températures modérées. Ceci permettrait ainsi d'optimiser les intervalles et coûts de maintenance sur des pièces critiques.

# Annexes

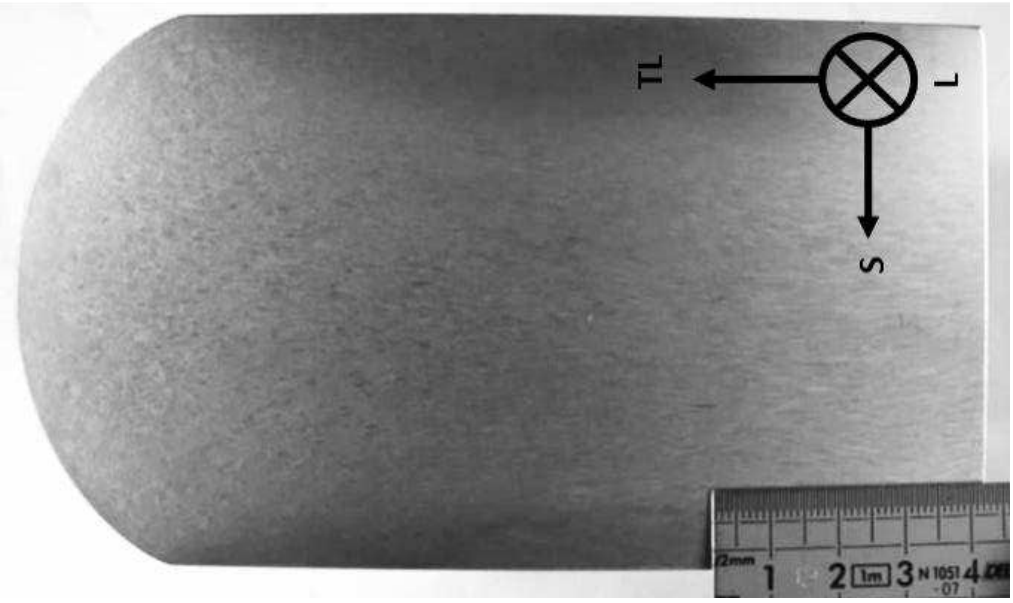
# Annexe A : diagramme de phase Ti-Al



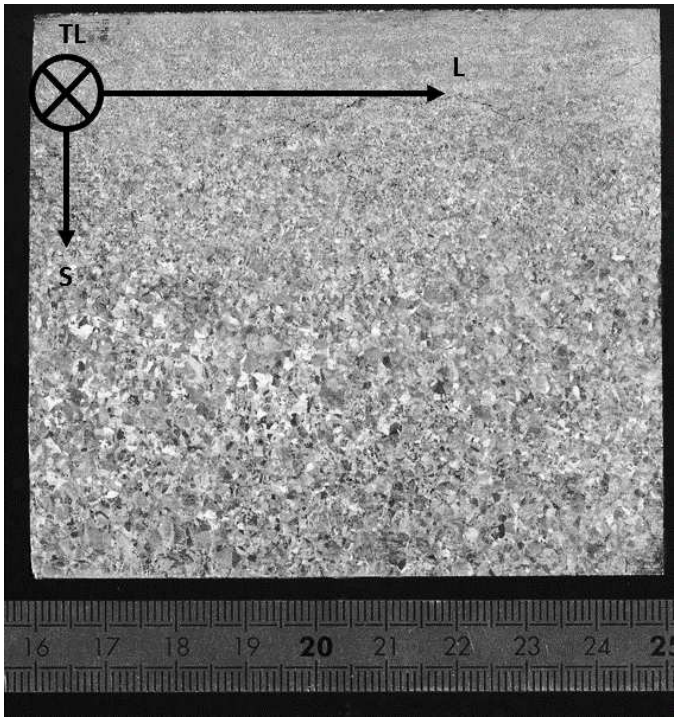

*Source: Baker H., ed.:Alloy Phase Diagrams, ASM Handbook, Vol. 3, ASM, Materials Park, USA, (1992)*

# Annexe B : macrographies sur blocs de matière à l'état de réception (Aubert & Duval Pamiers)

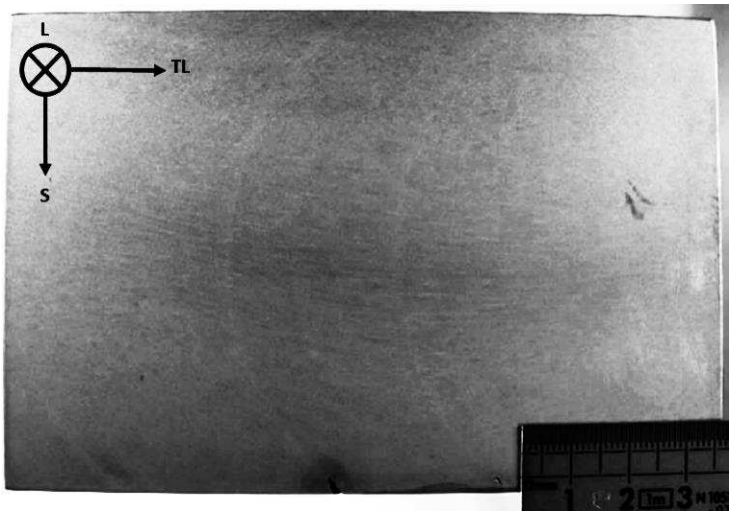
B.1 : TA6V αβ



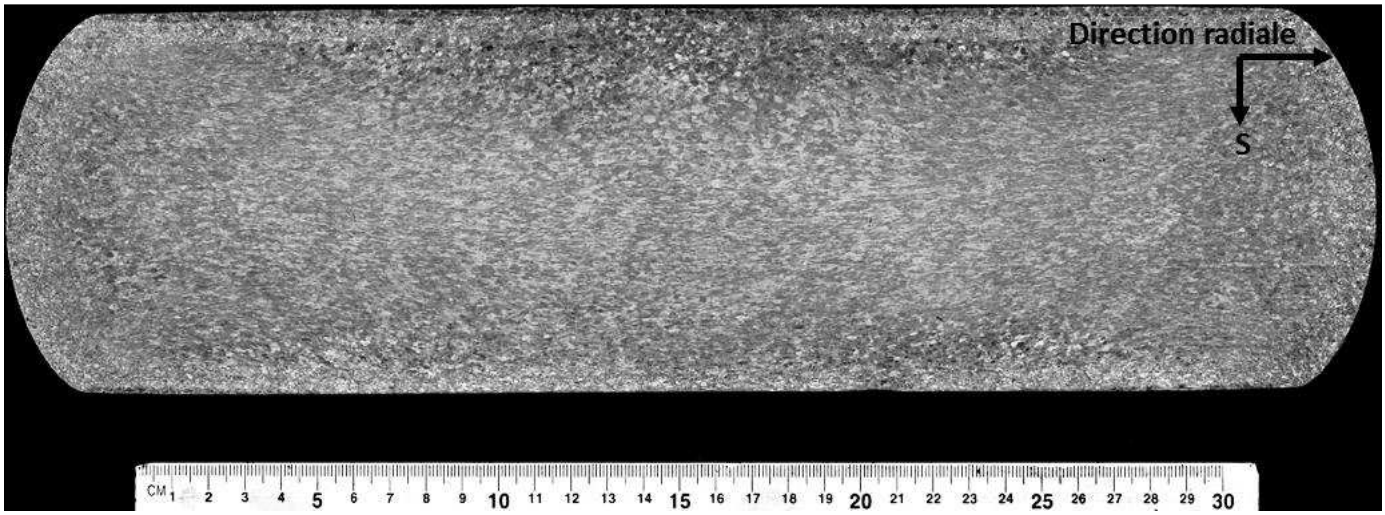
B.2 : TA6V β




B.3 : Ti 6242

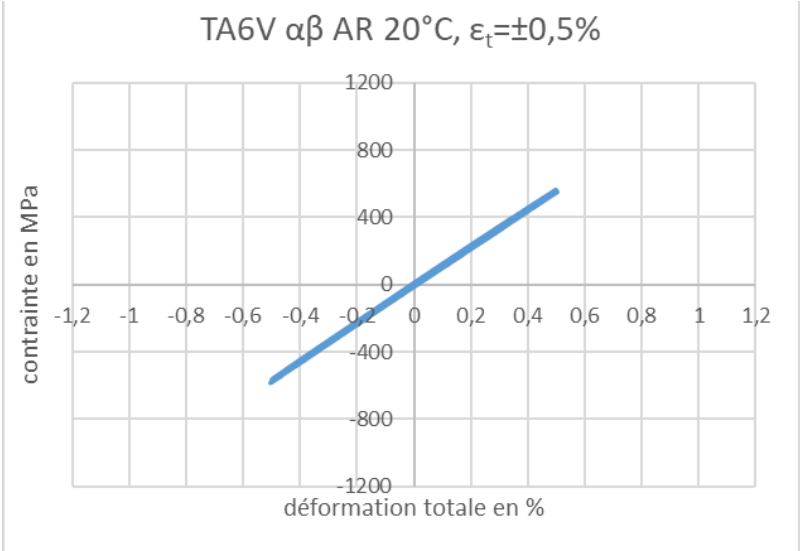


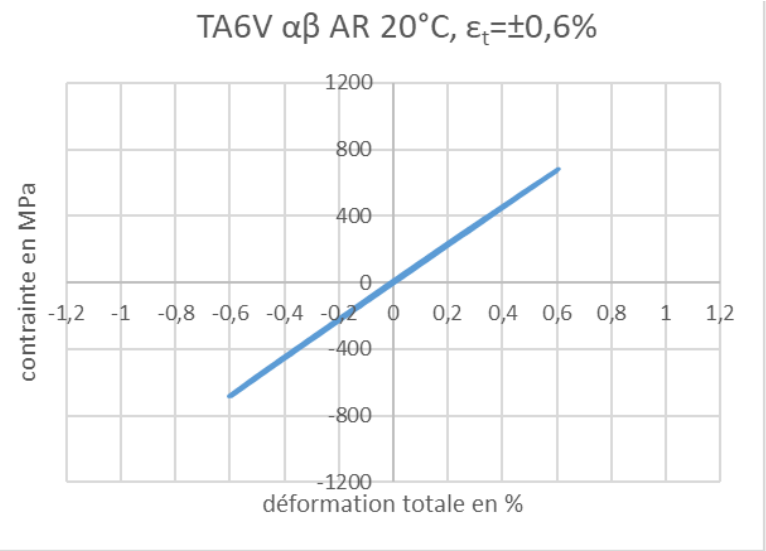

B.4 : Ti 17

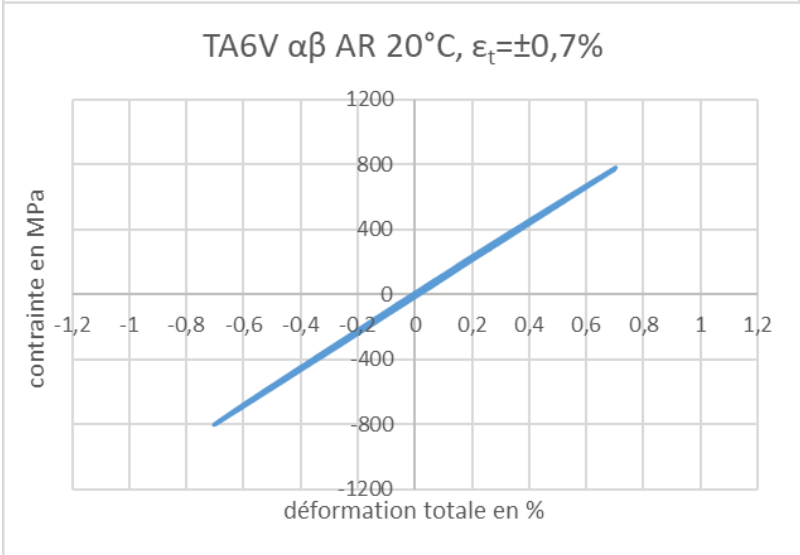


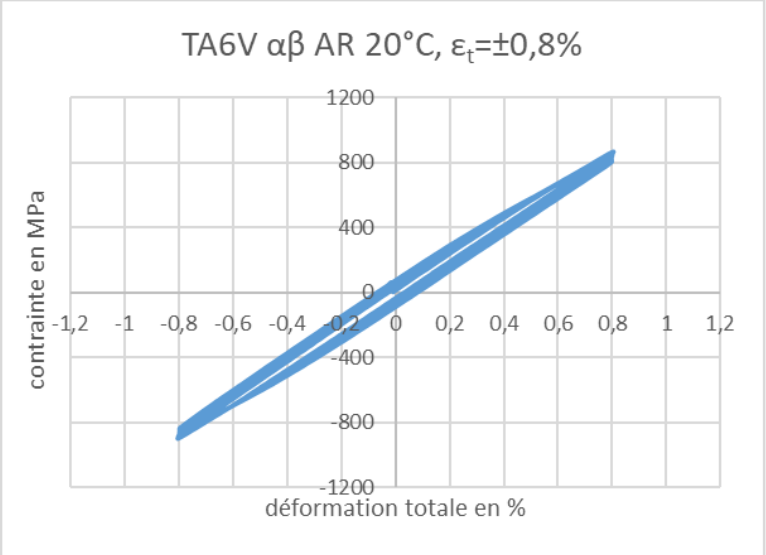
# Annexe C : courbes contrainte-déformation totale des essais de comportement cyclique sur états de réception (AR)

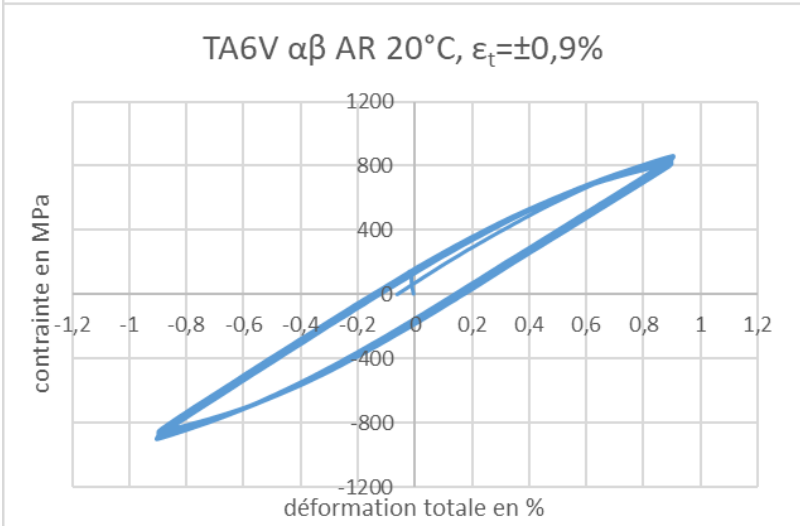
C.1 : TA6V αβ à l'état de réception, essais à 20°C, R=-1

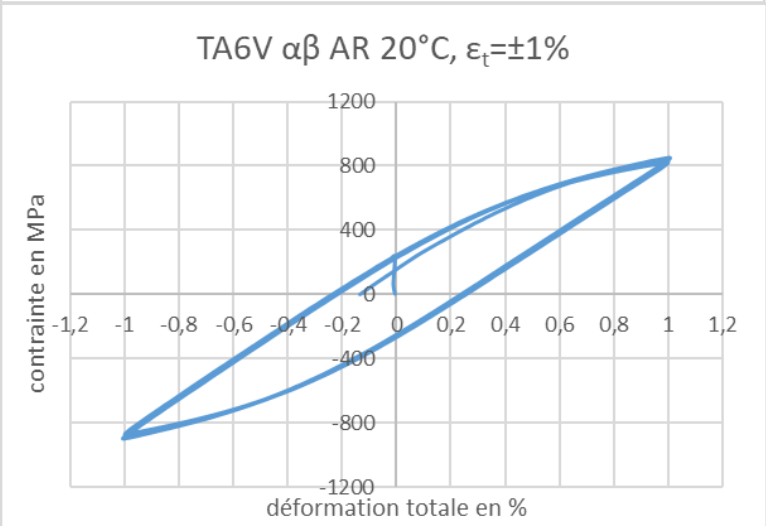


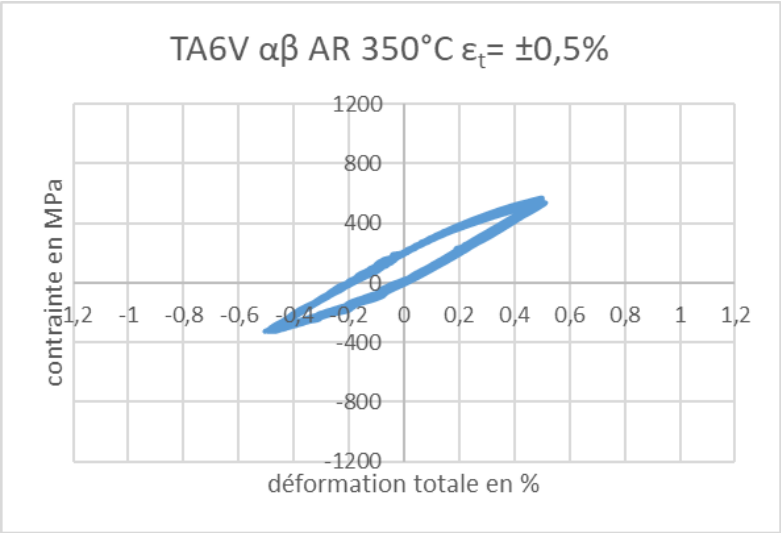



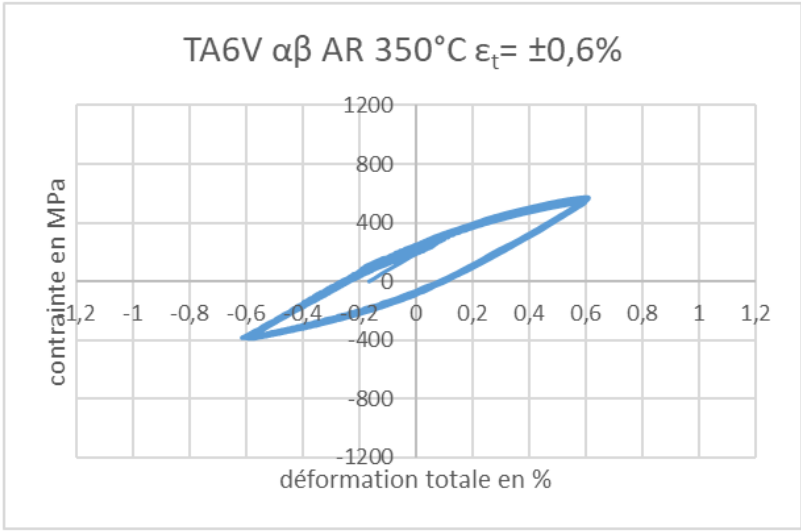



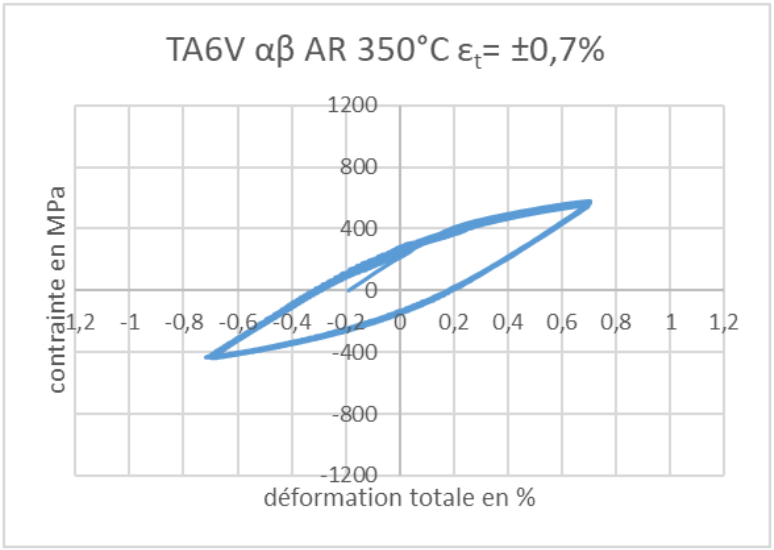



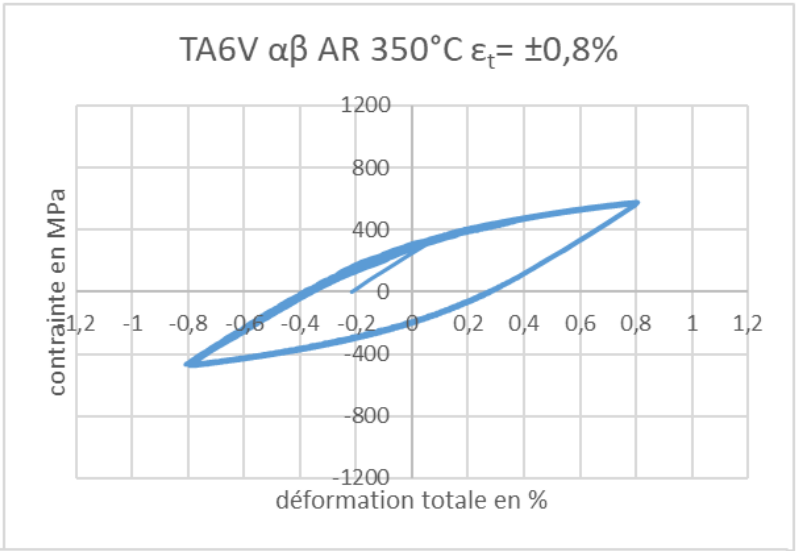



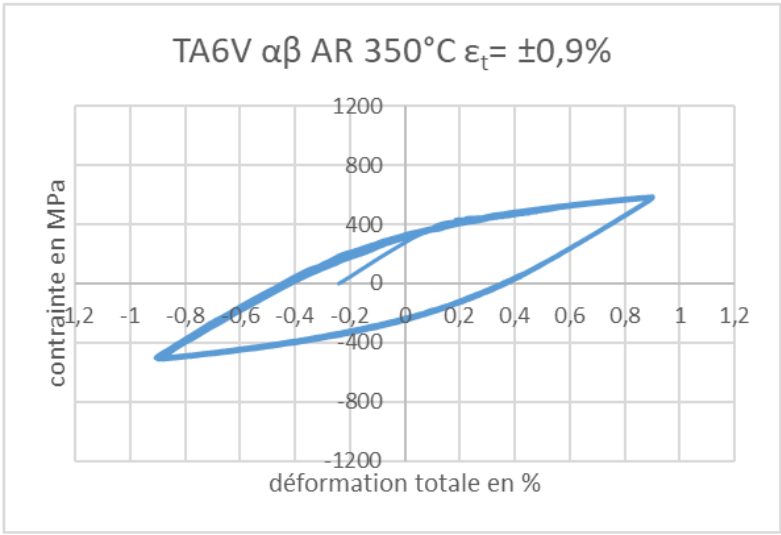
C.2 : TA6V αβ à l'état de réception, essais à 350°C, R=-1

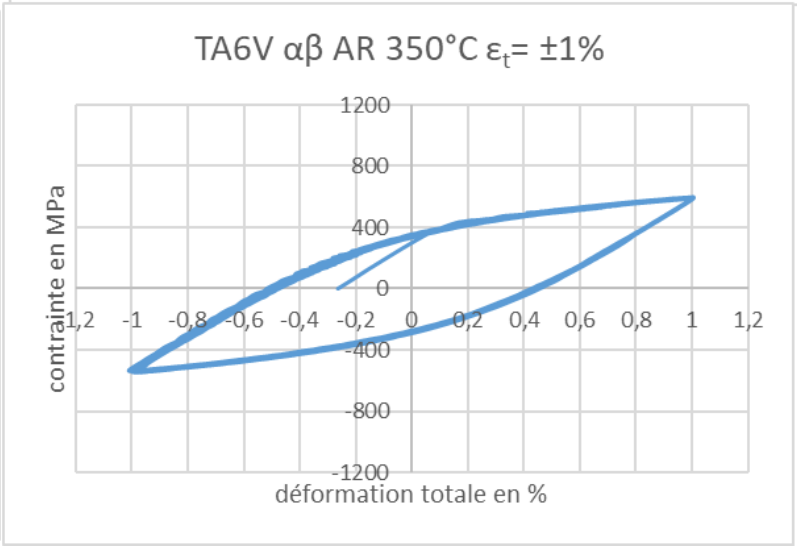


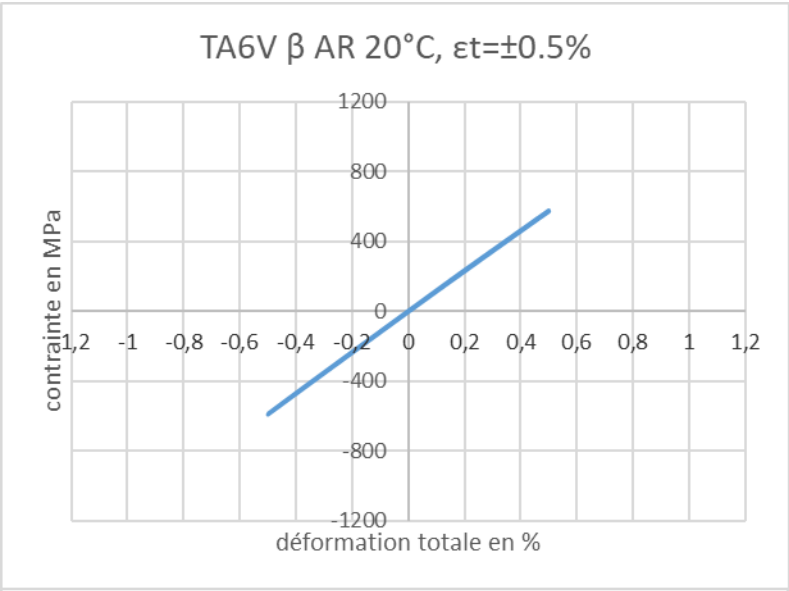



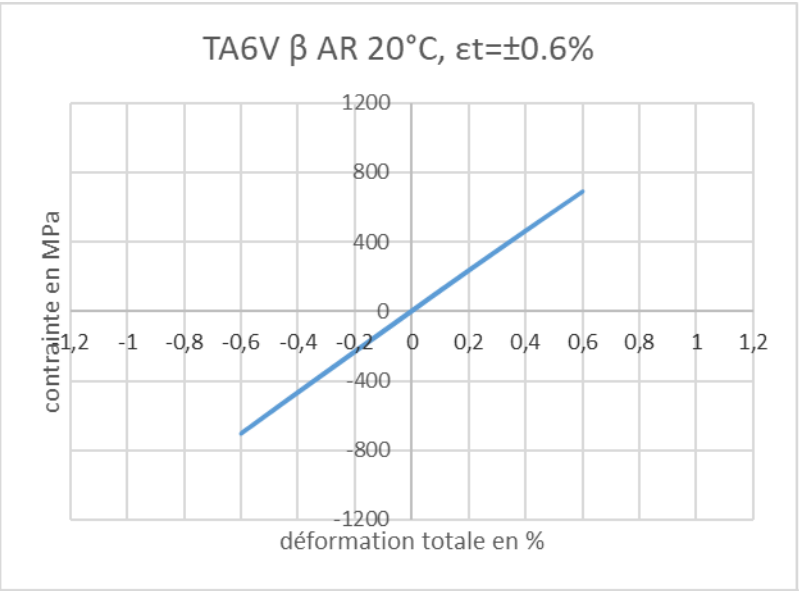



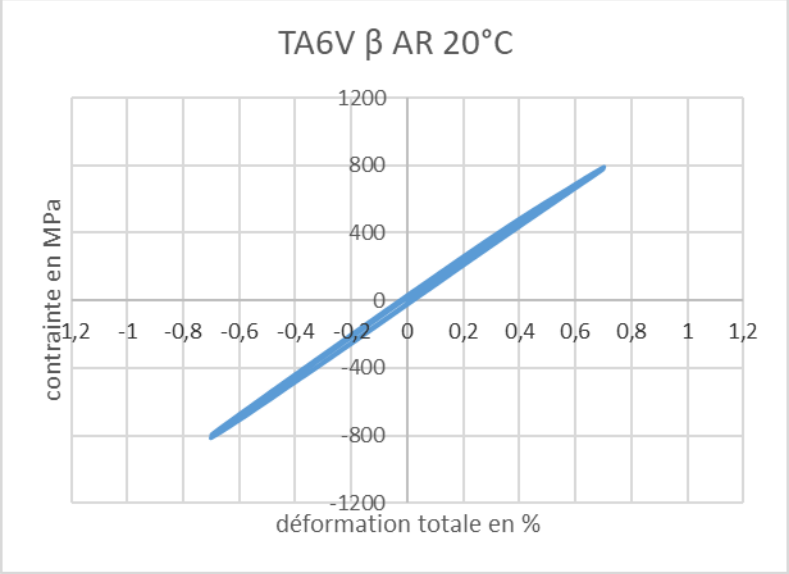



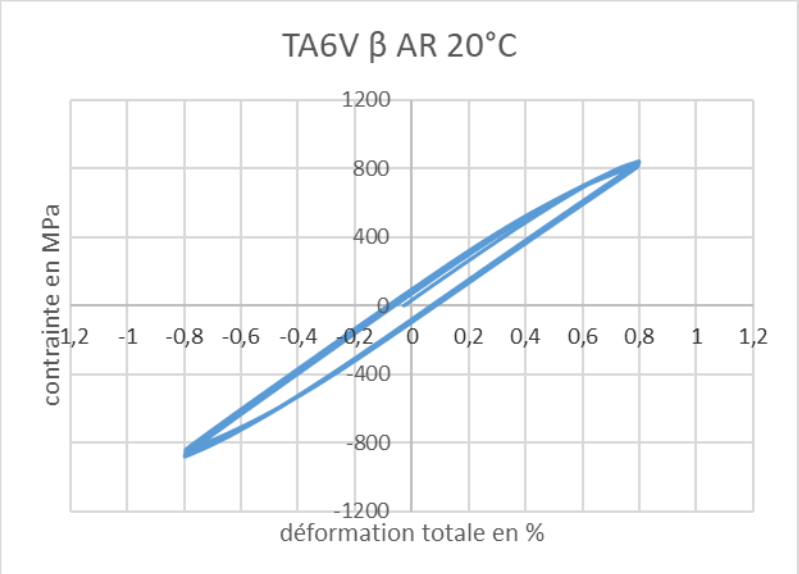



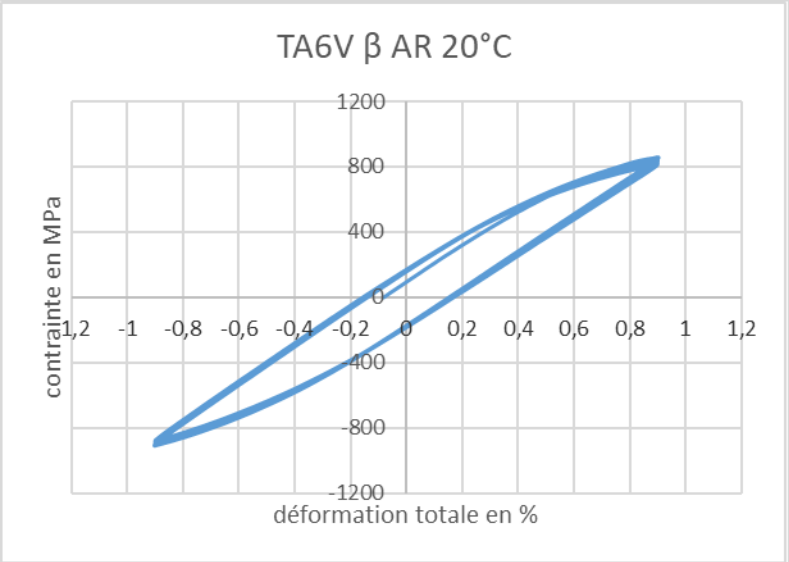
C.3 : TA6V β à l'état de réception, essais à 20°C, R=-1

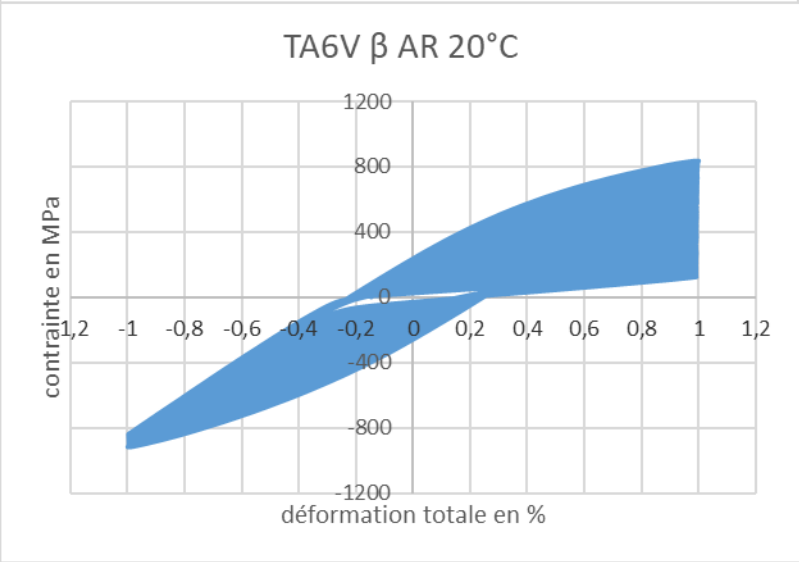


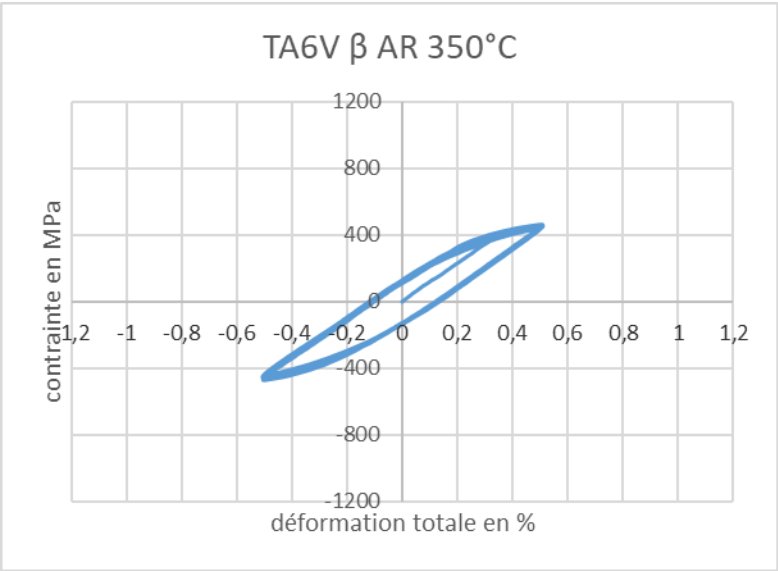



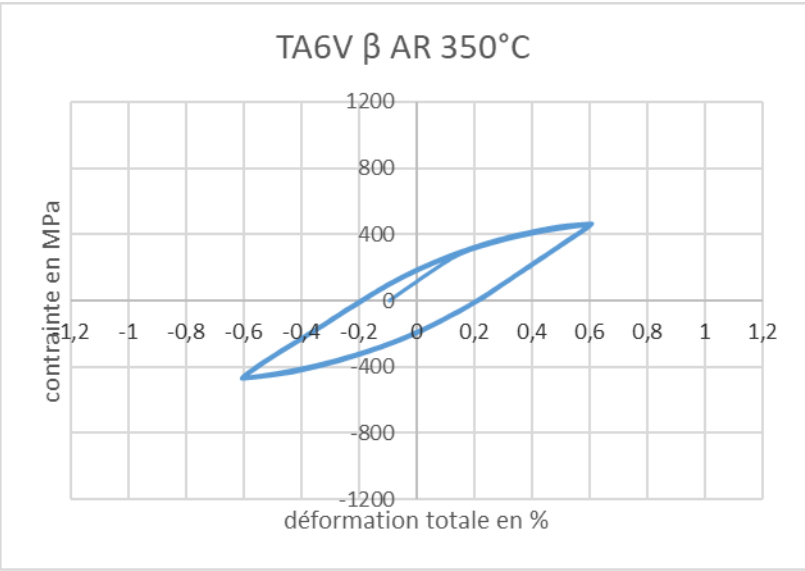



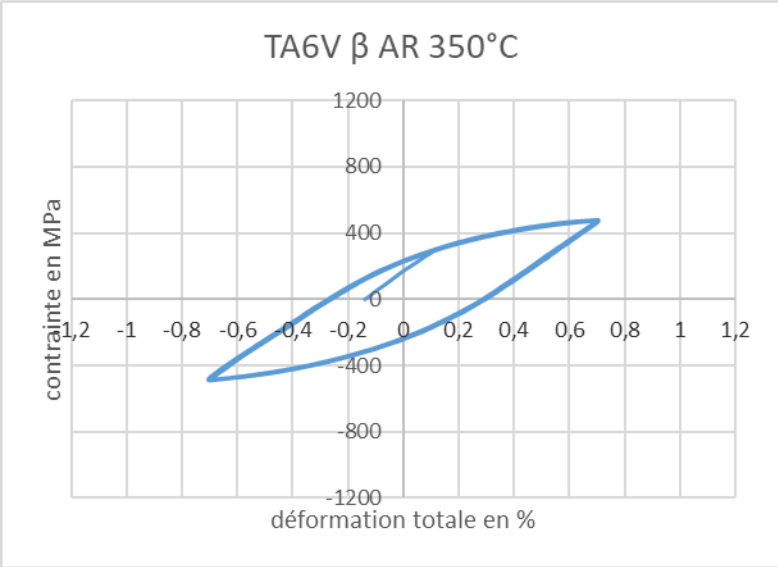



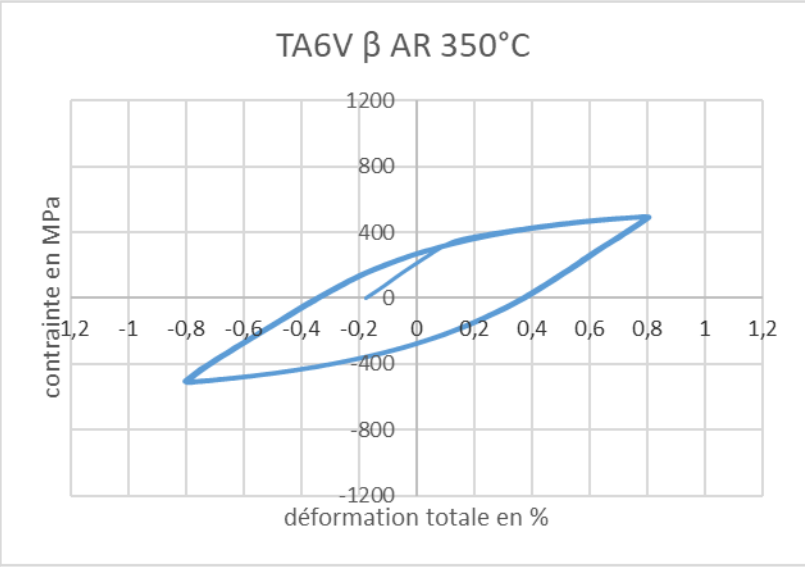



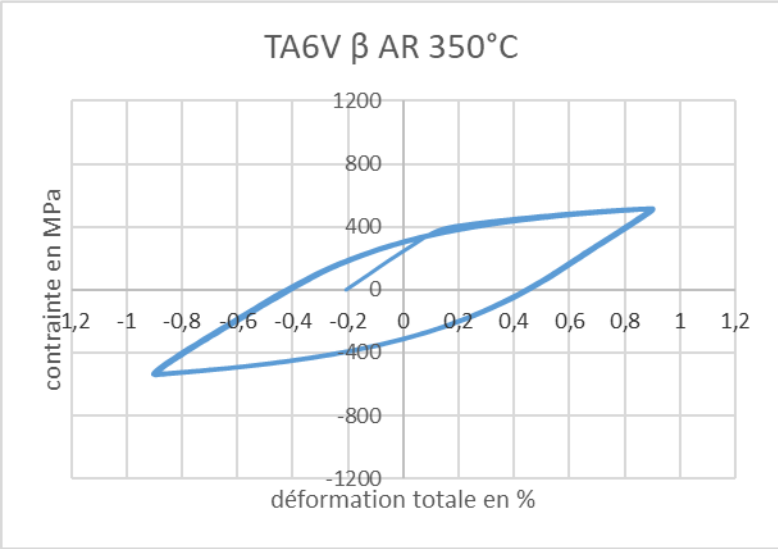
C.4 : TA6V β à l'état de réception, essais à 350°C, R=-1

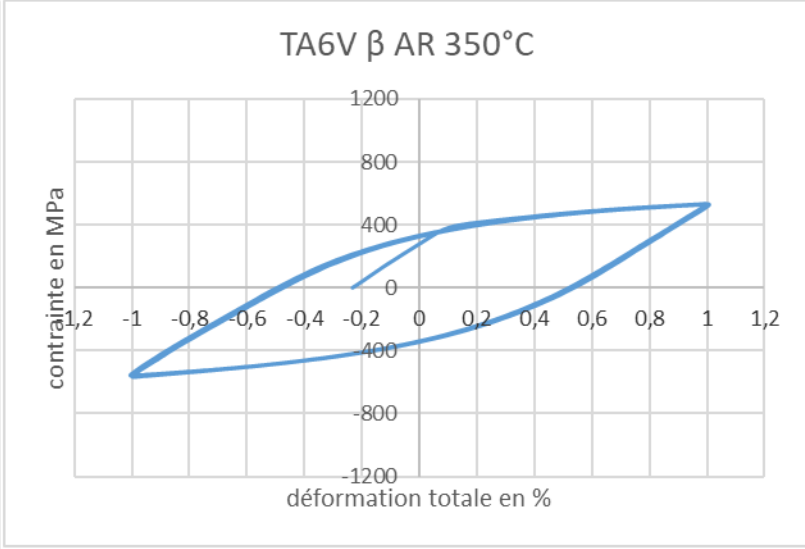


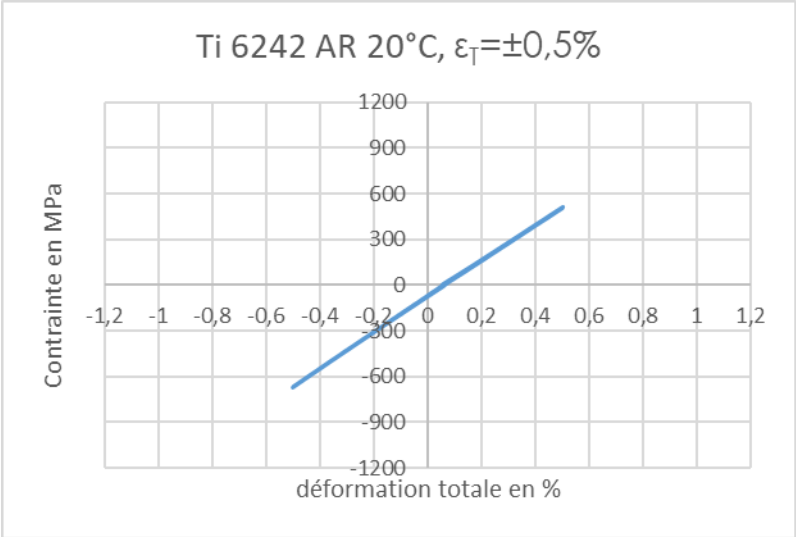



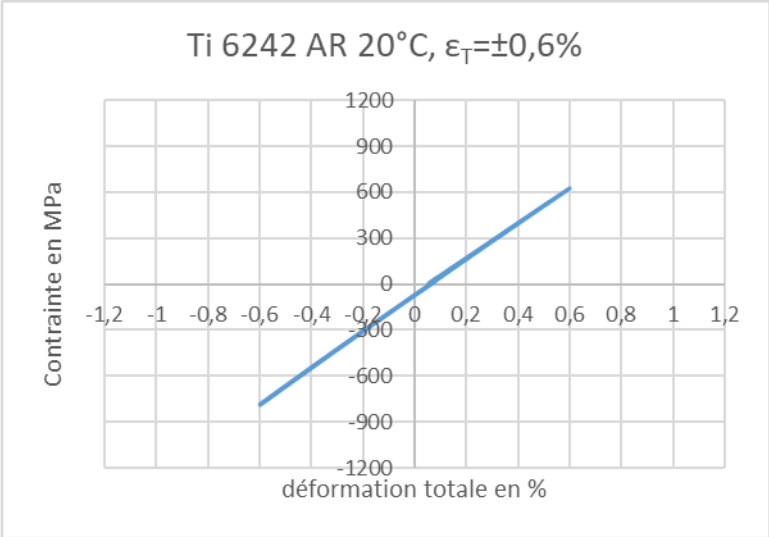



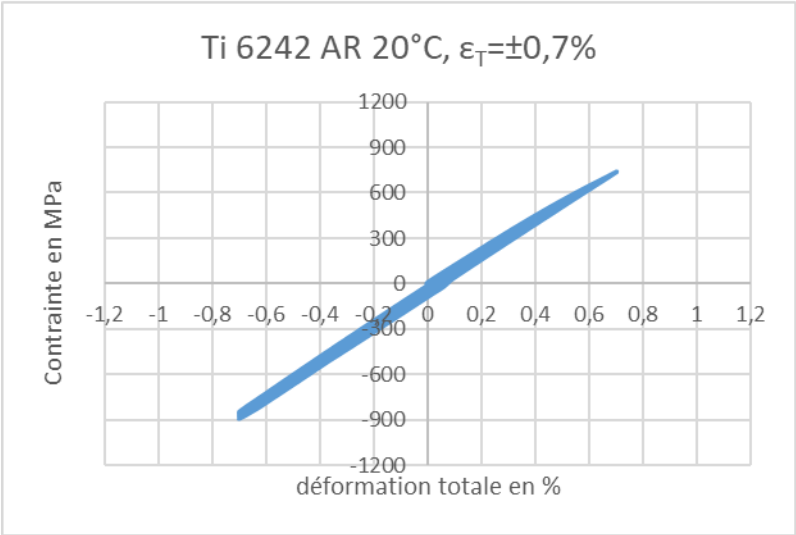



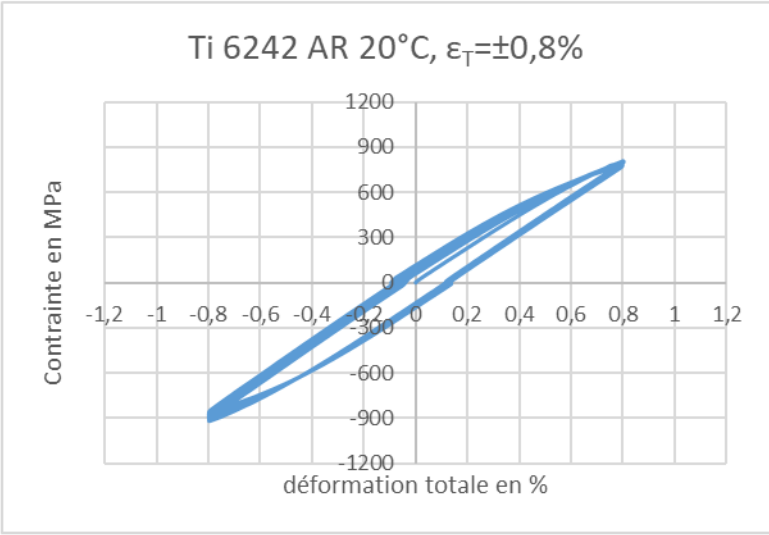



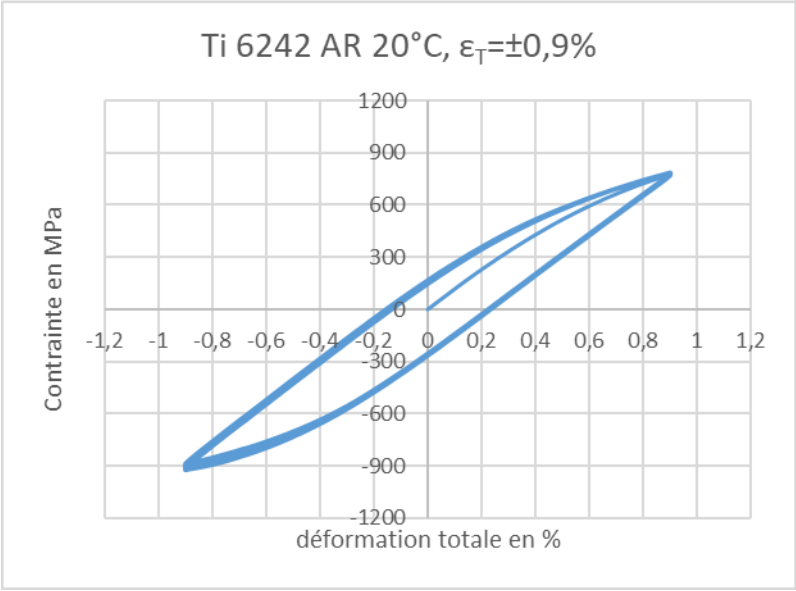
C.5 : Ti6242 à l'état de réception, essais à 20°C, R=-1

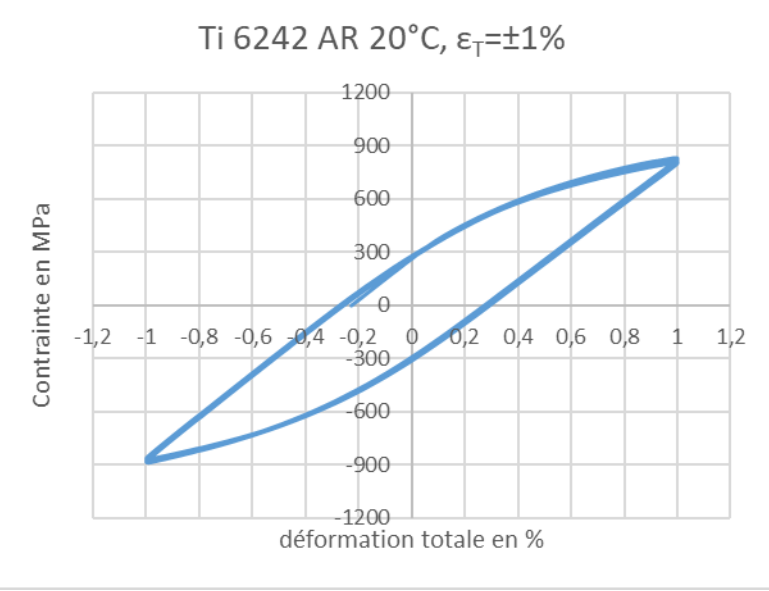


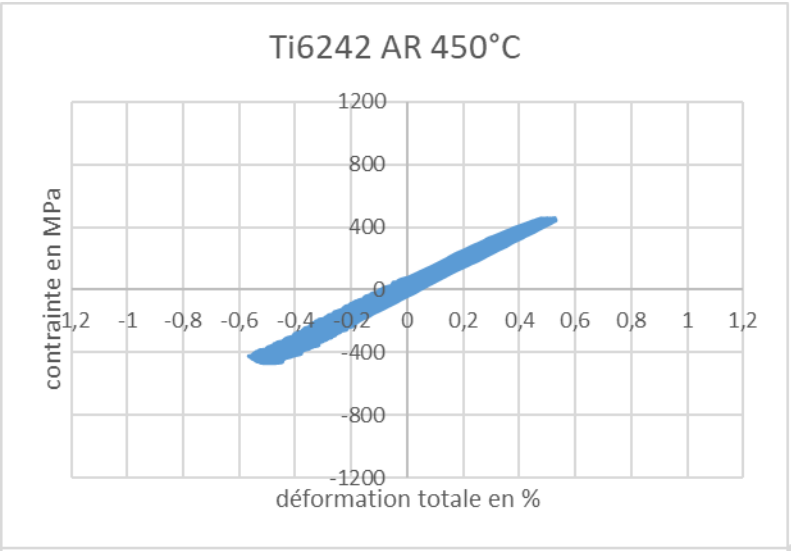



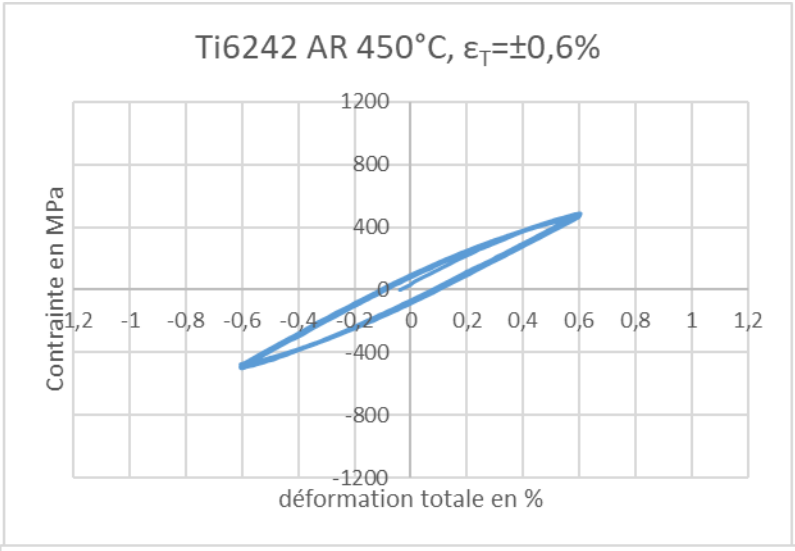



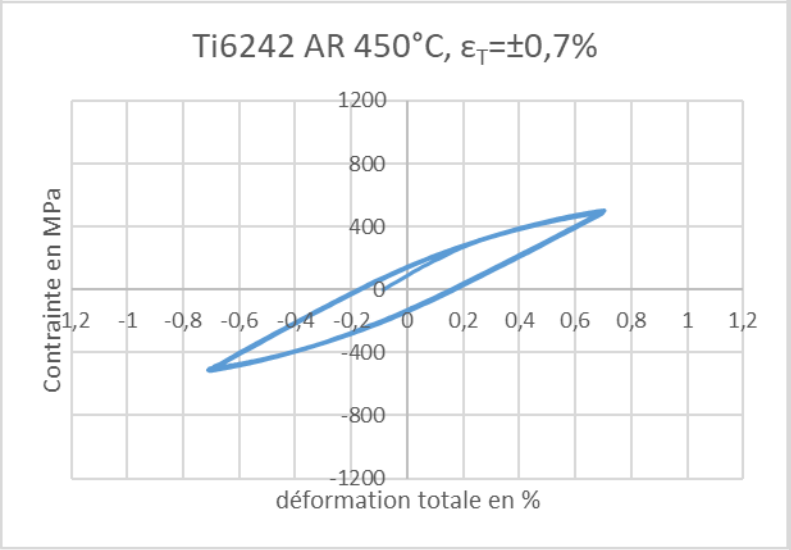



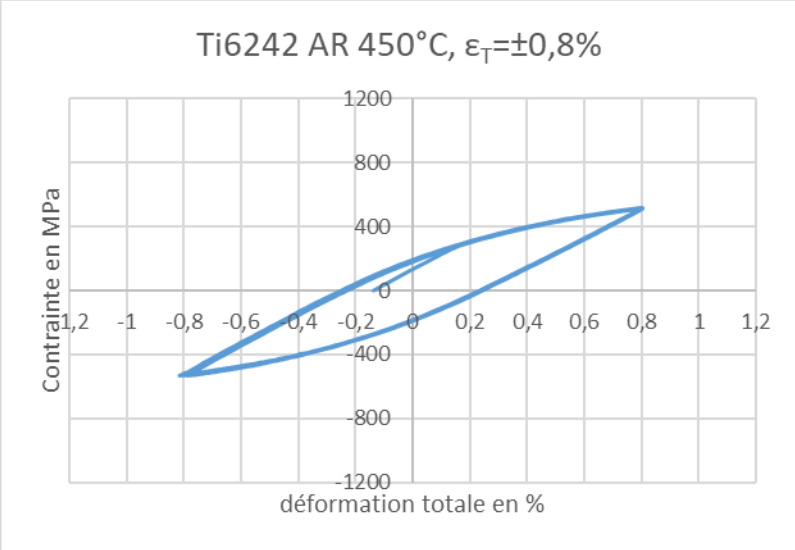



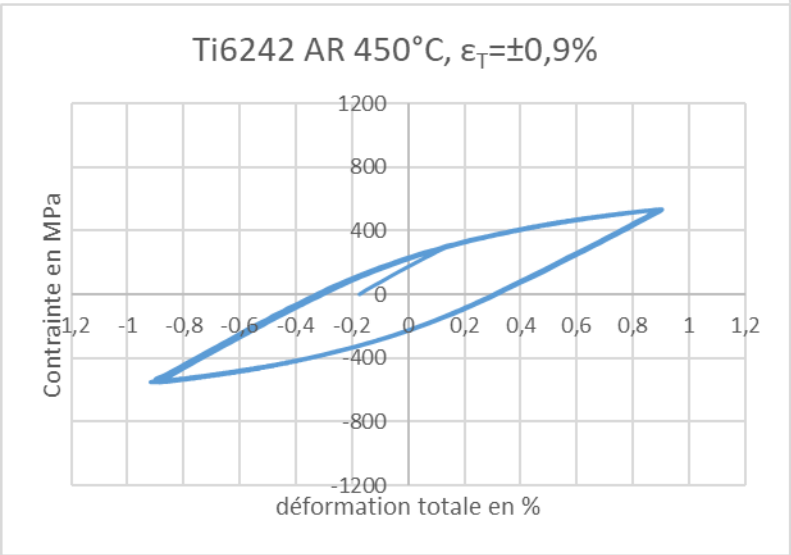
C.6 : Ti6242 à l'état de réception, essais à 450°C, R=-1

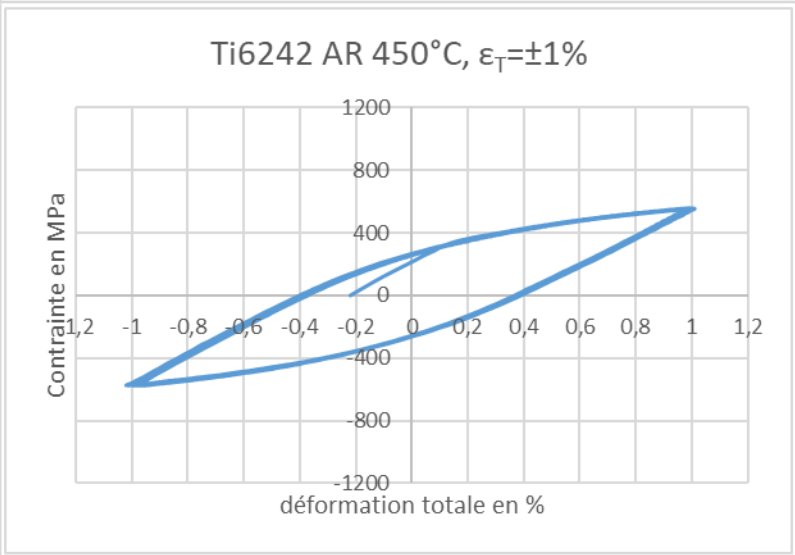


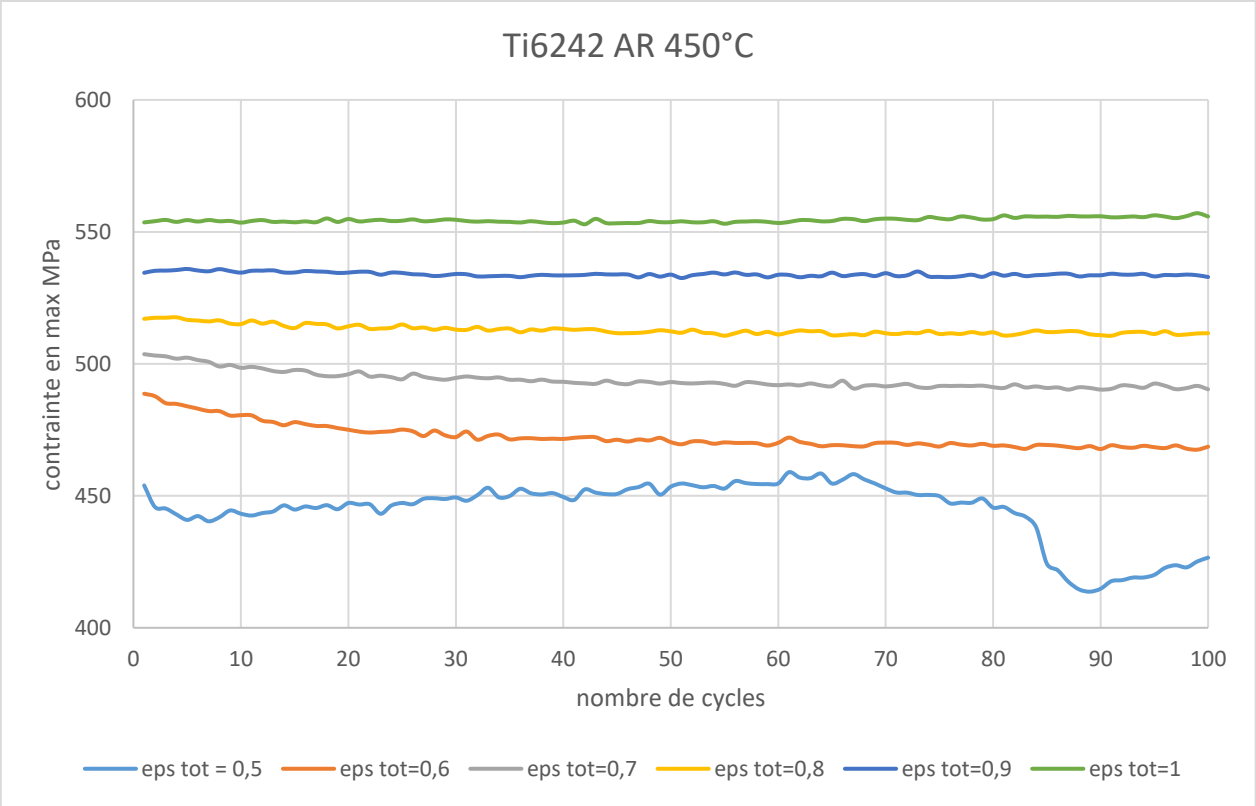



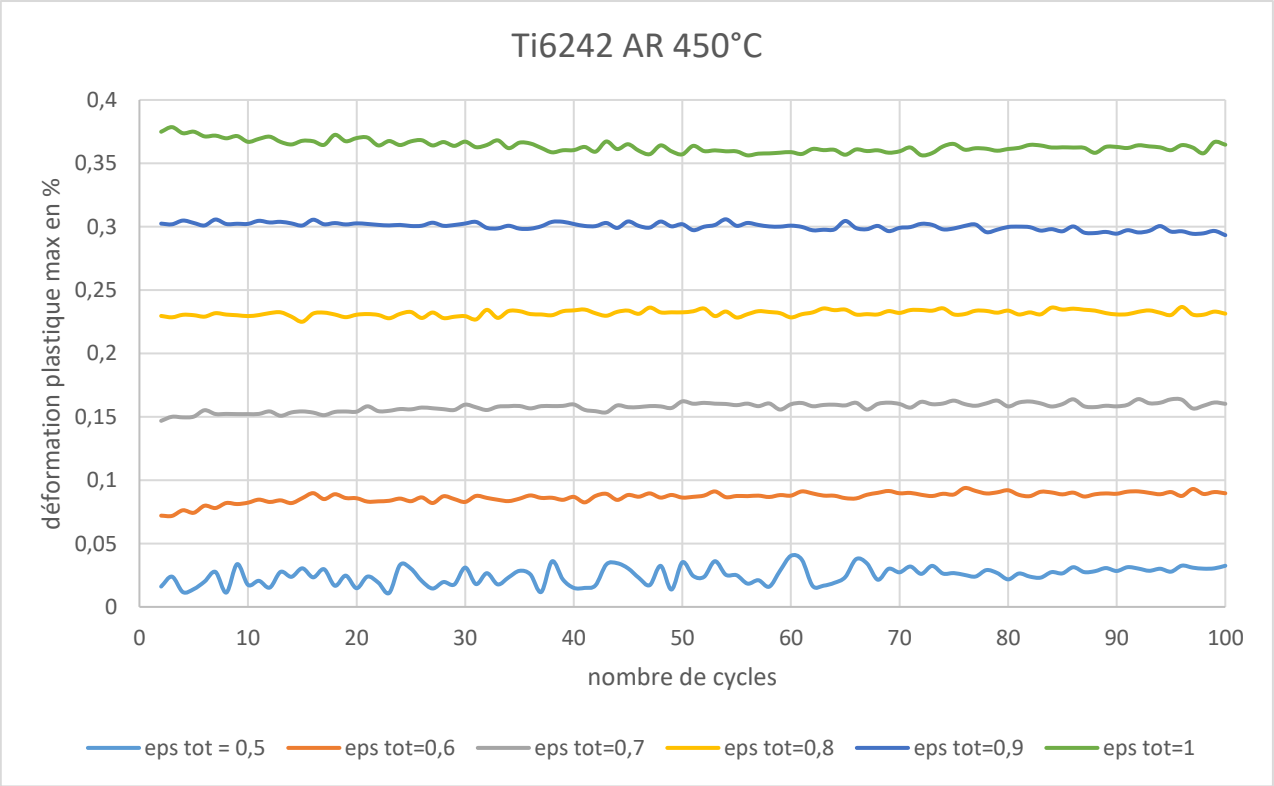



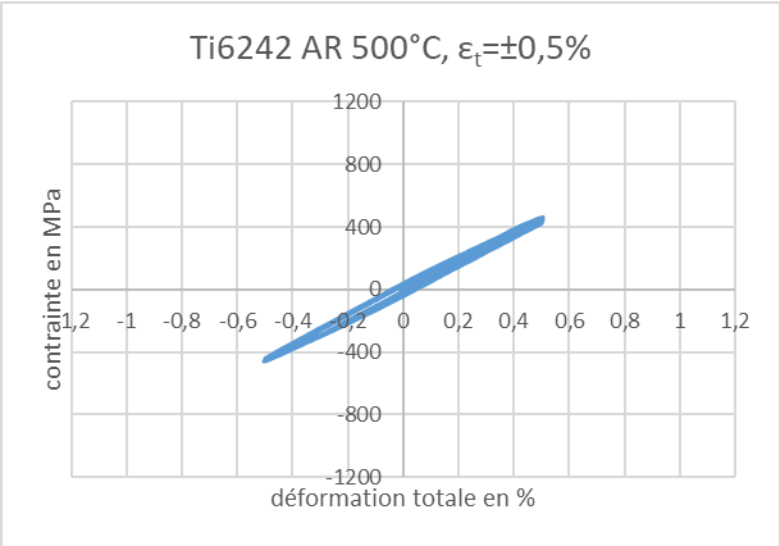



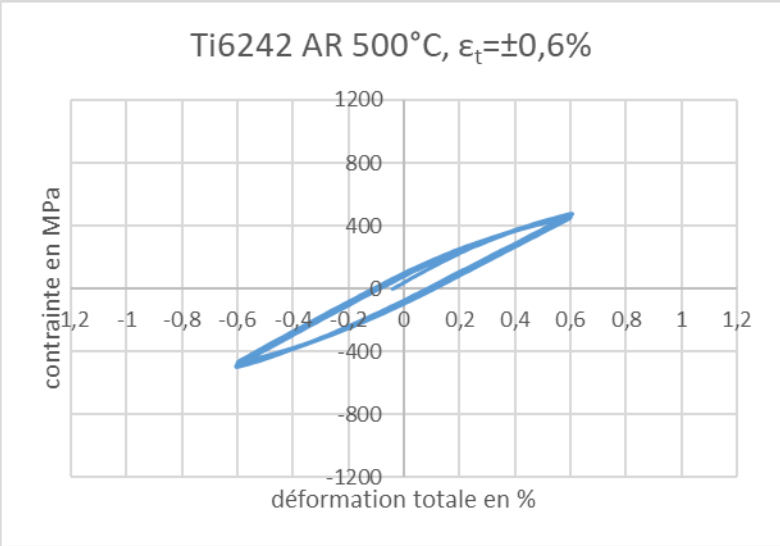



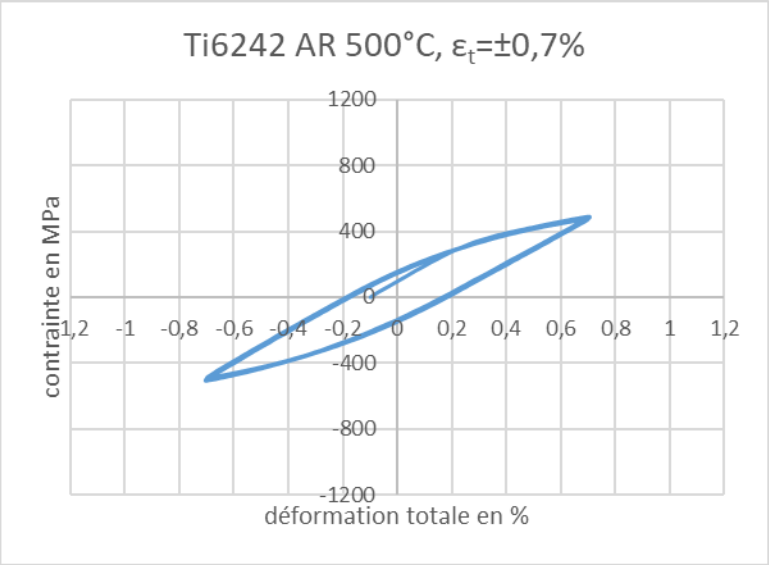

Ti6242 AR 450°C
contrainte en max MPa
600
550
500
450
400
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
nombre de cycles
eps tot = 0,5
eps tot=0,6
eps tot=0,7
eps tot=0,8
eps tot=0,9
eps tot=1

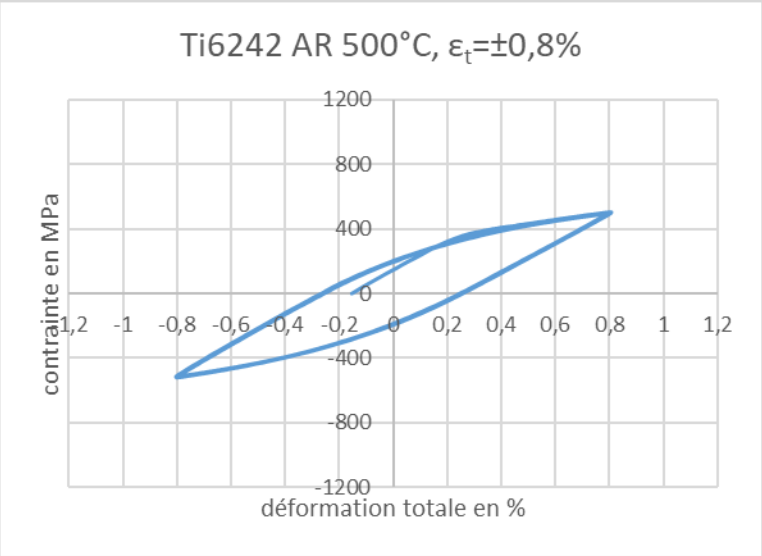

Ti6242 AR 450°C
déformation plastique max en %
0,4
0,35
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
nombre de cycles
eps tot = 0,5
eps tot=0,6
eps tot=0,7
eps tot=0,8
eps tot=0,9
eps tot=1

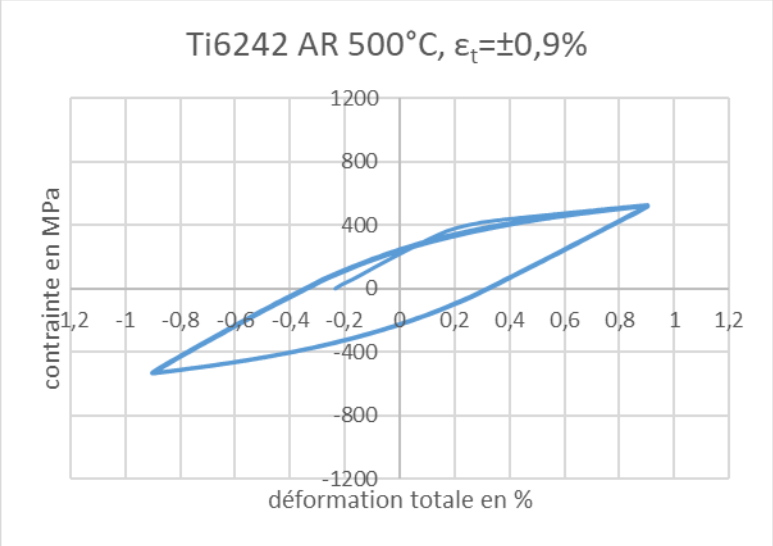
C.7 : Ti6242 à l'état de réception, essais à 500°C, R=-1

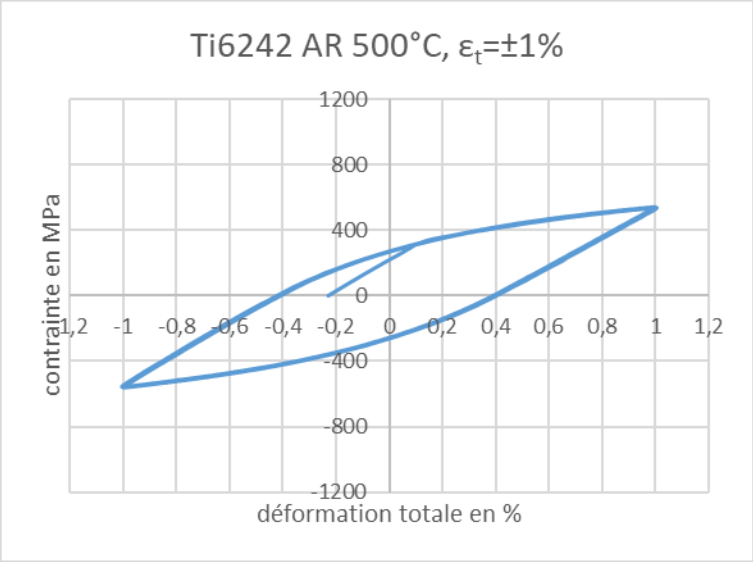


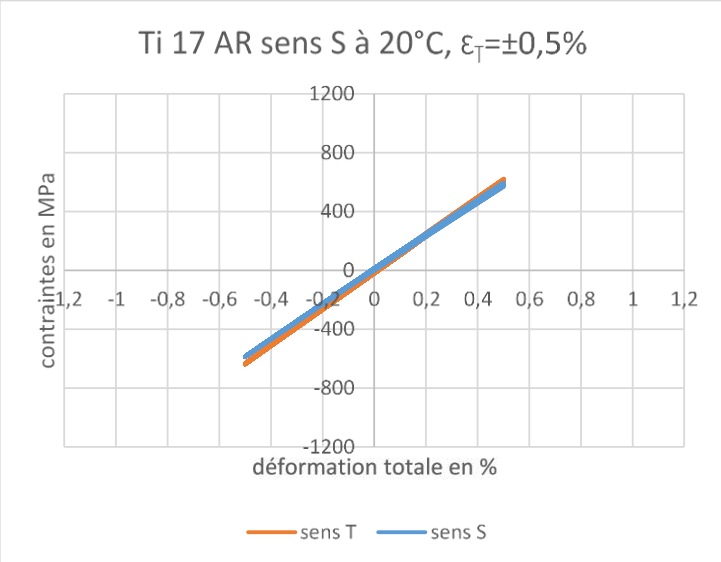



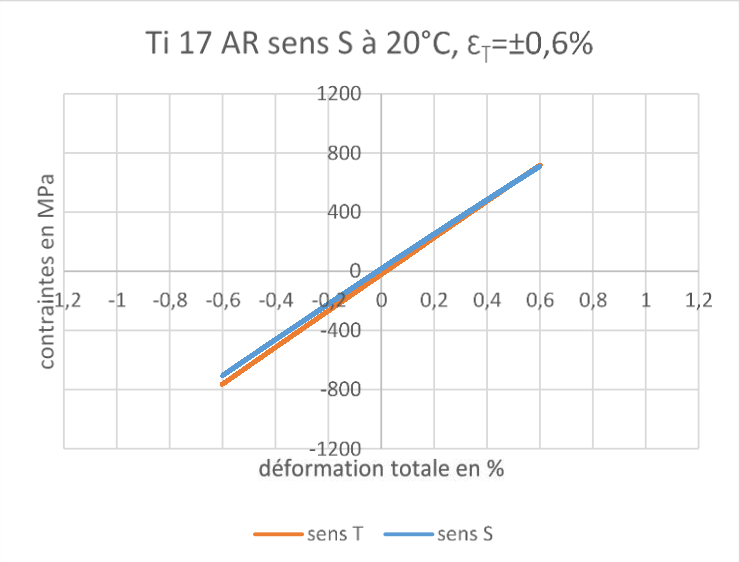



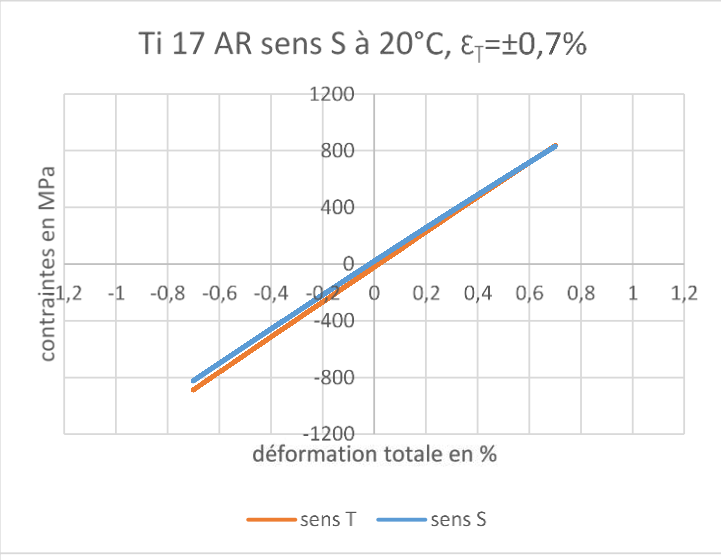



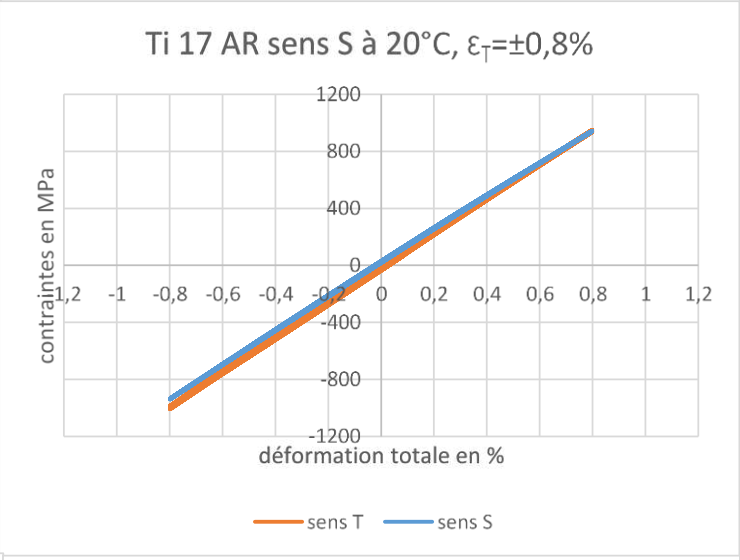
C.8 : Ti 17 à l'état de réception, essais à 20°C, R=-1.

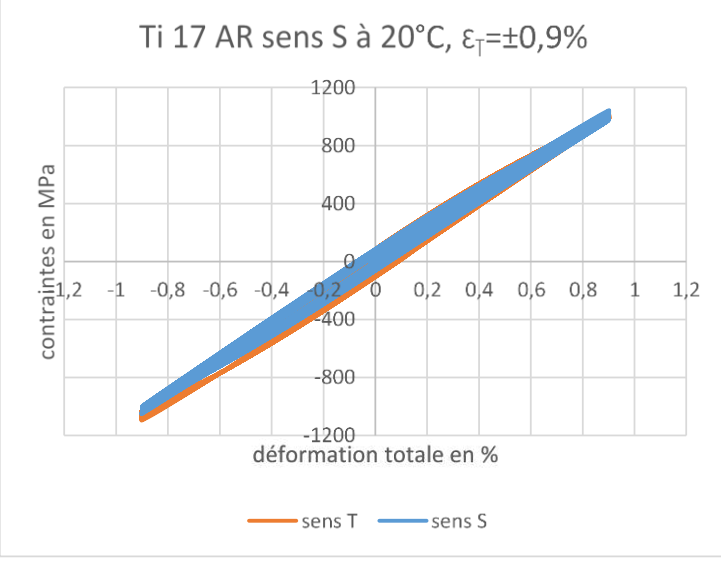
*Sens S : prélèvement de l'éprouvette de façon à avoir l'axe de sollicitation parallèle à la direction de forgeage du pancake (sens de l'épaisseur du pancake). Sens T : prélèvement dans le sens tangentiel au pancake*

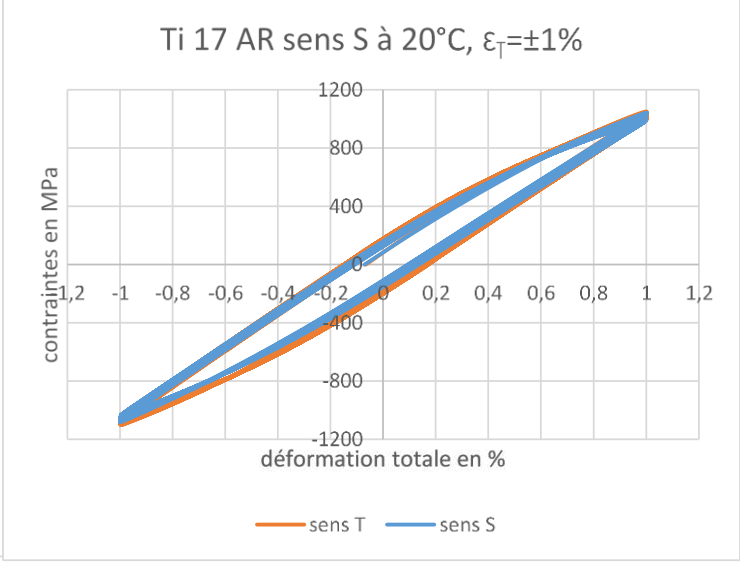


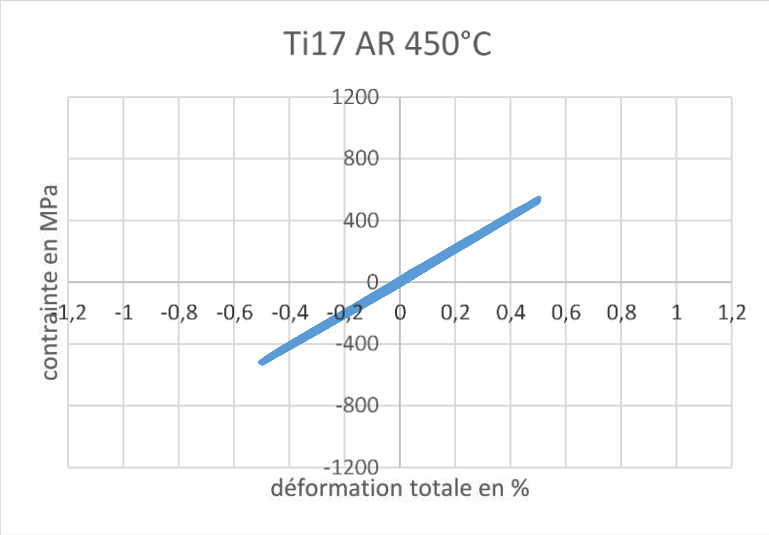



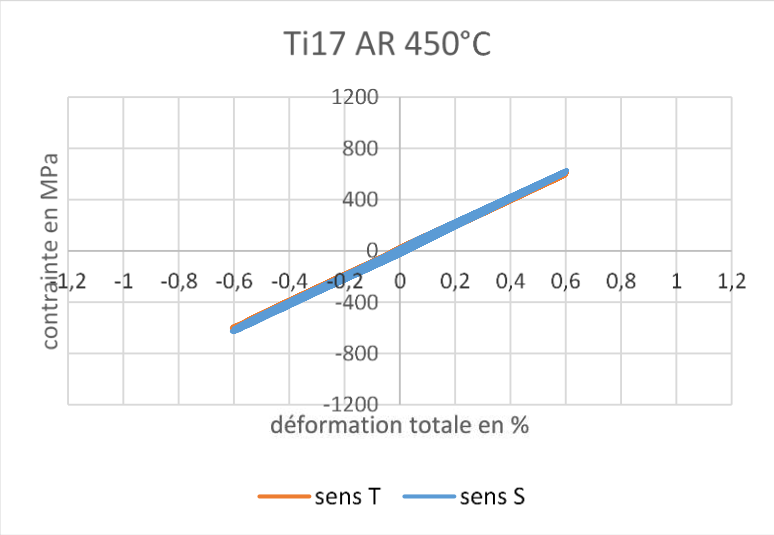



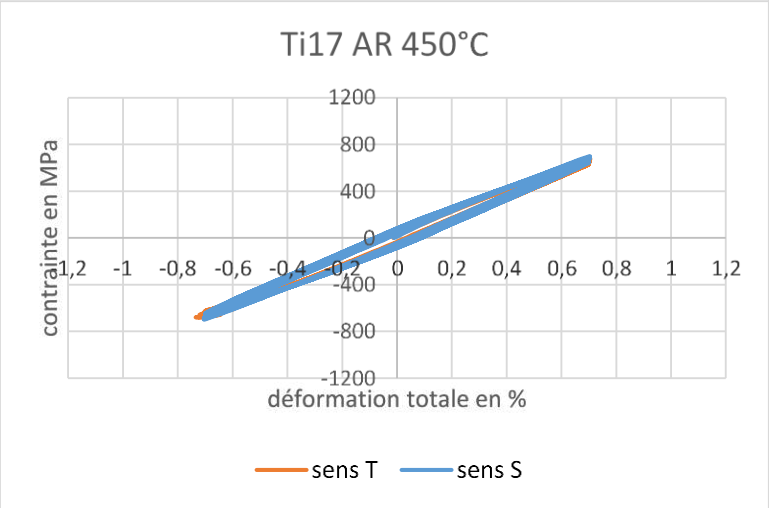



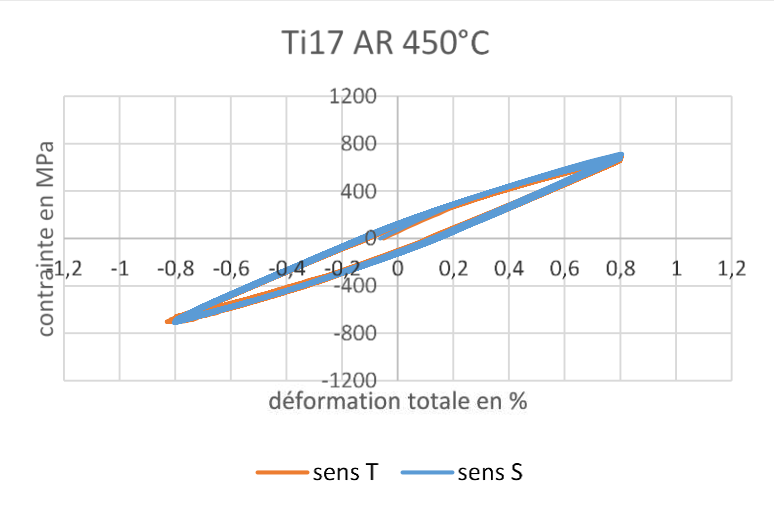



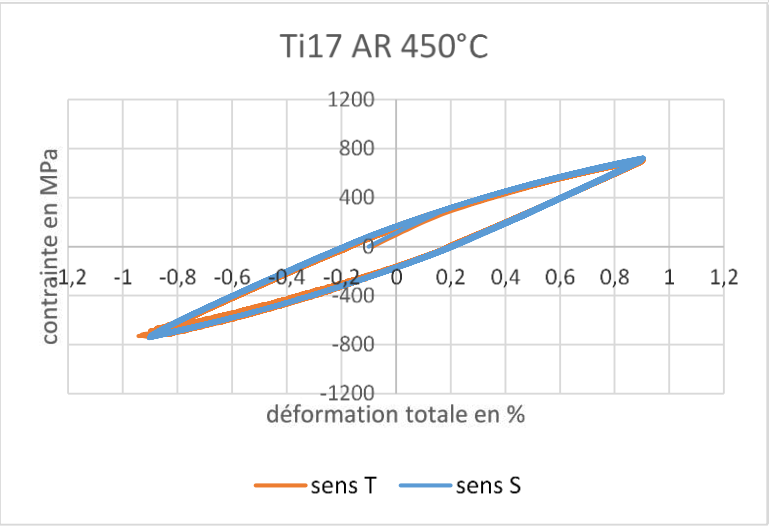
C.9: Ti 17 à l'état de réception, essais à 450°C, R=-1.

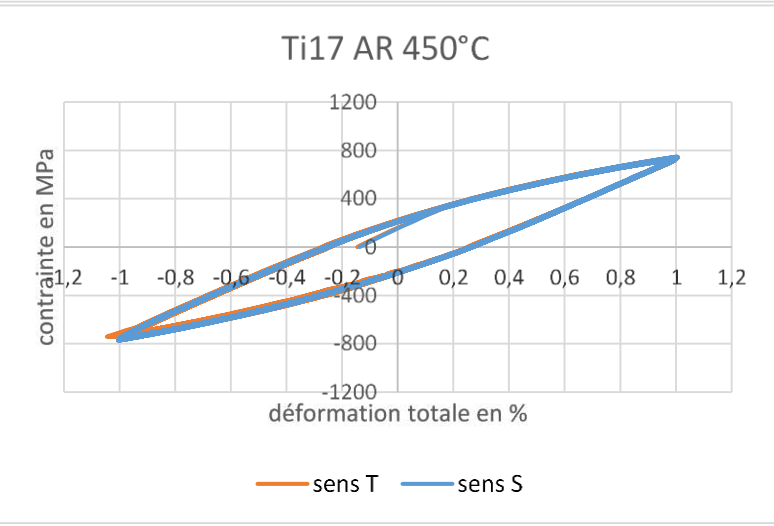


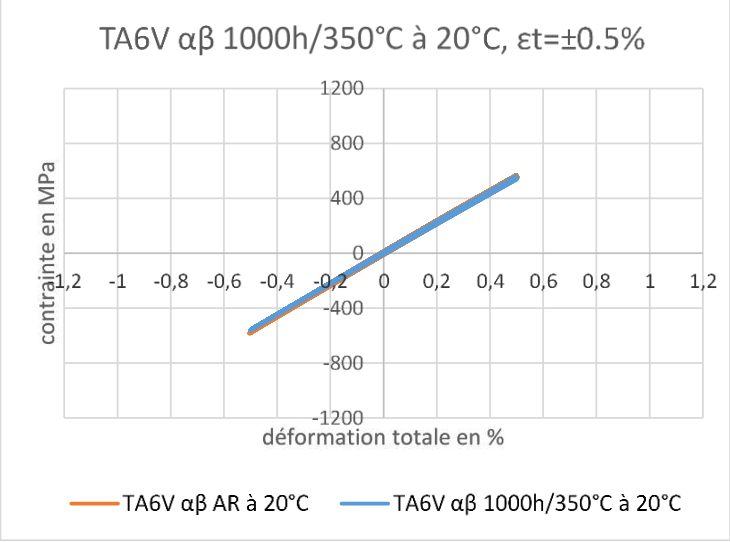



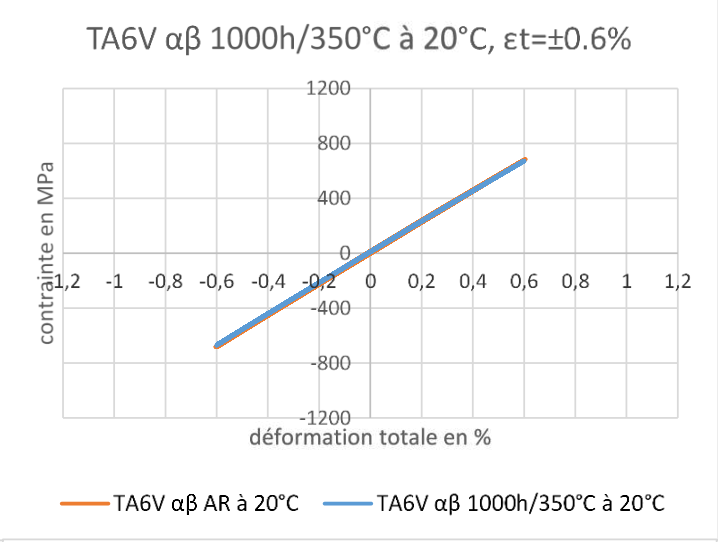



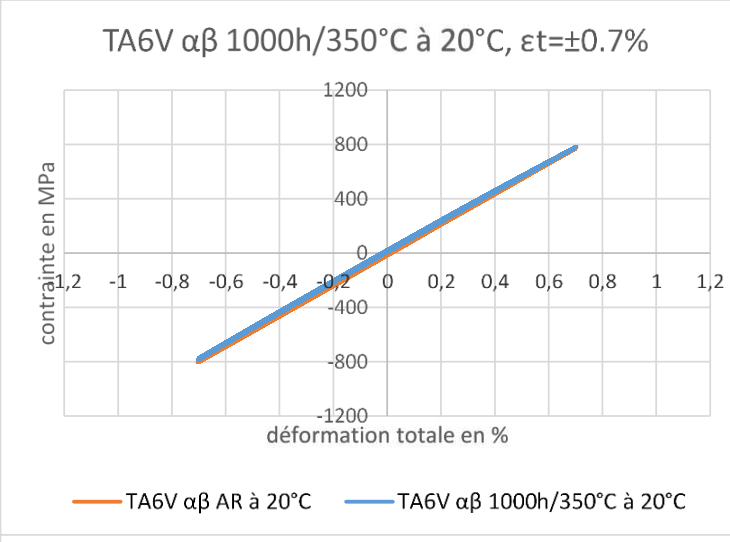



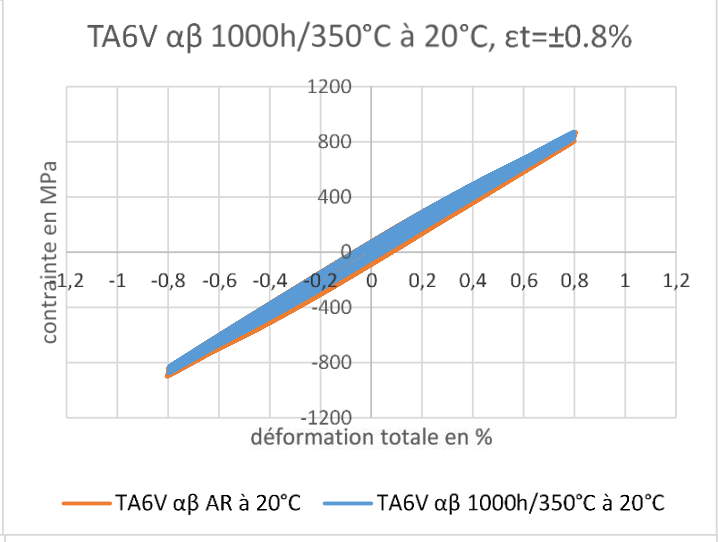
# Annexe D : courbes contrainte-déformation totale des essais de comportement cyclique sur états vieillis 1000 h

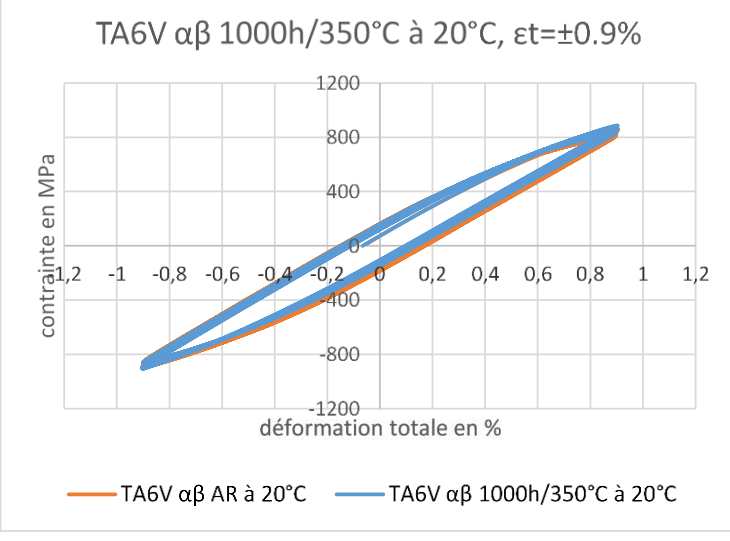
D.1 : TA6V αβ vieilli 1000 h/350°C, essais à 20°C, R=-1

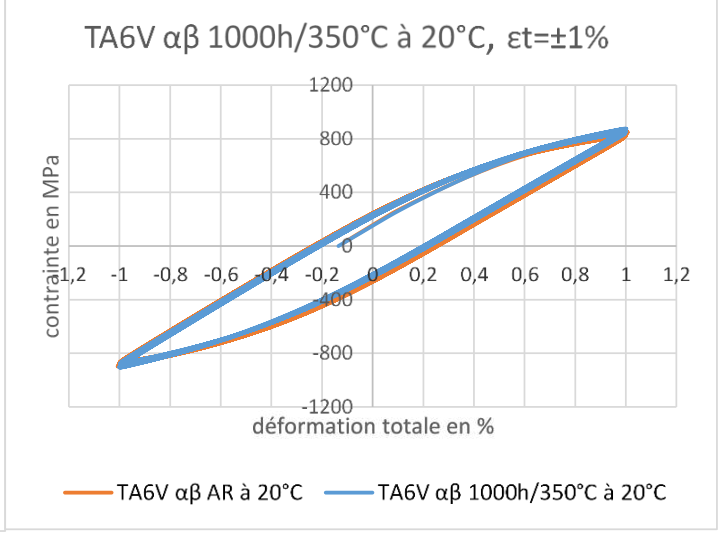


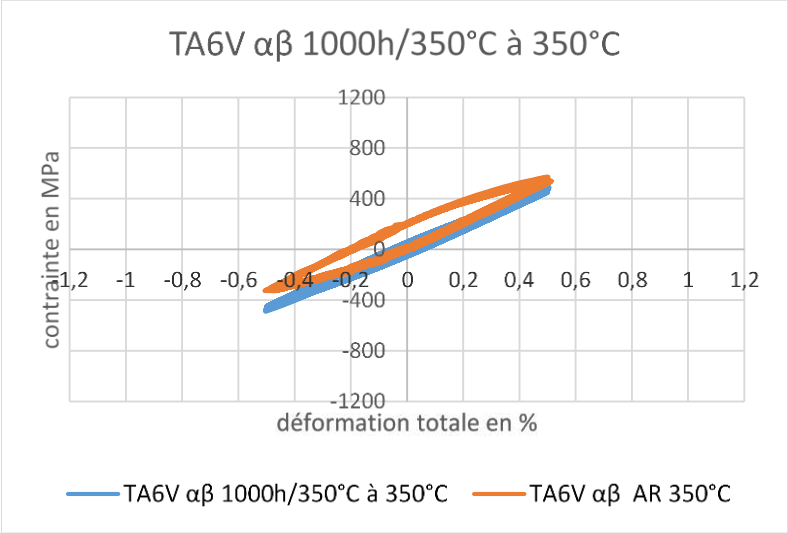



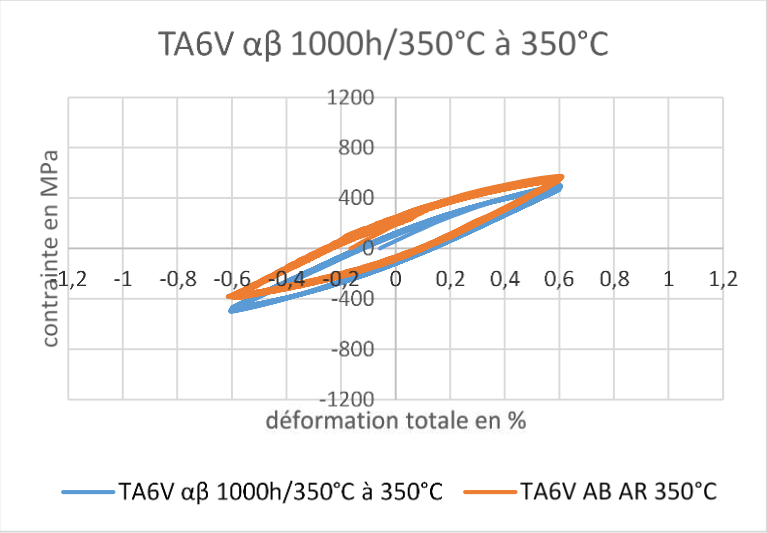



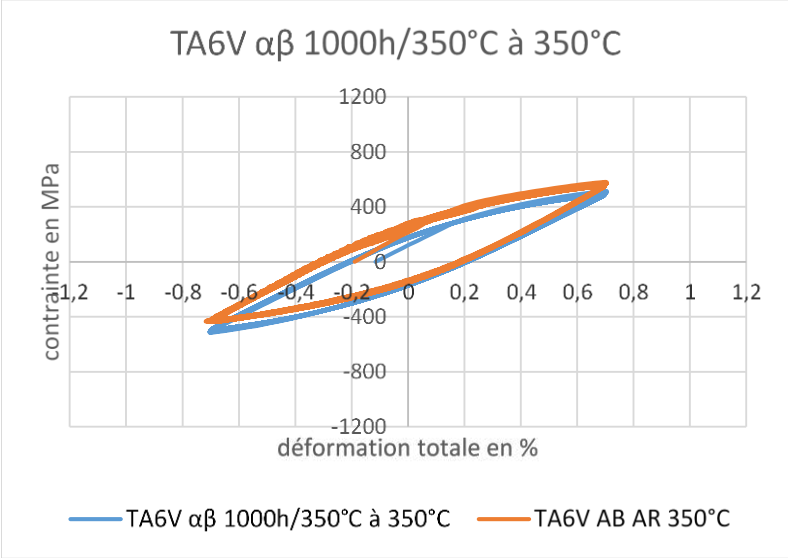



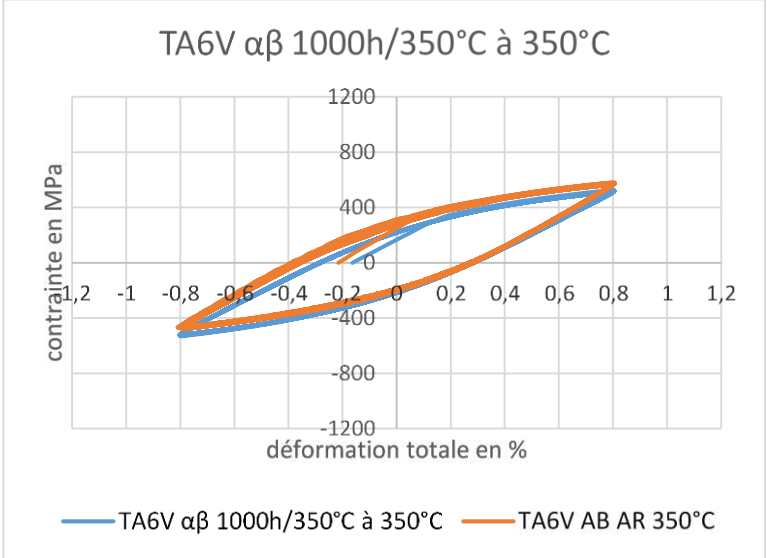



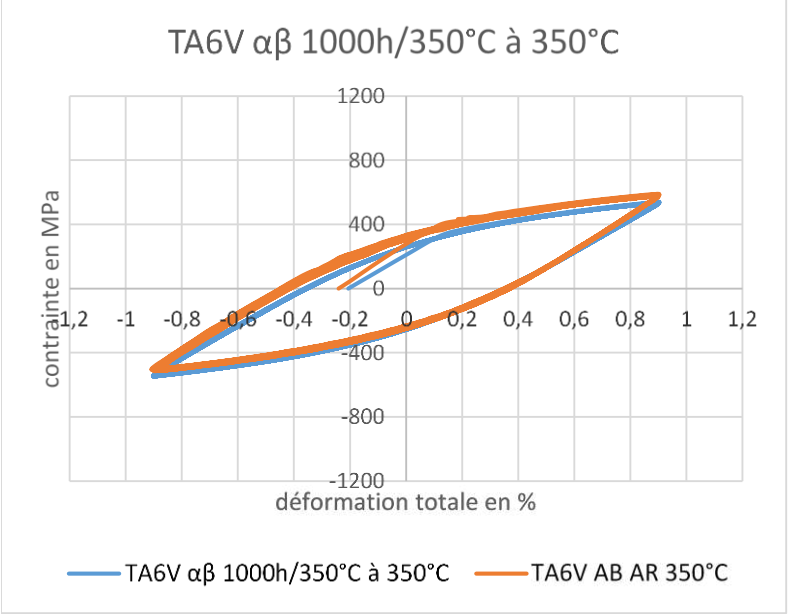
D.2 : TA6V αβ vieilli 1000 h/350°C, essais à 350°C, R=-1

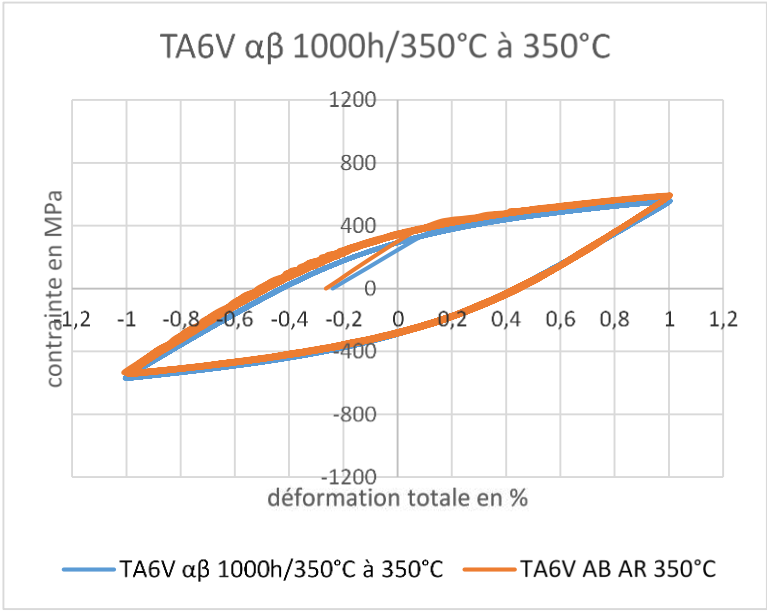


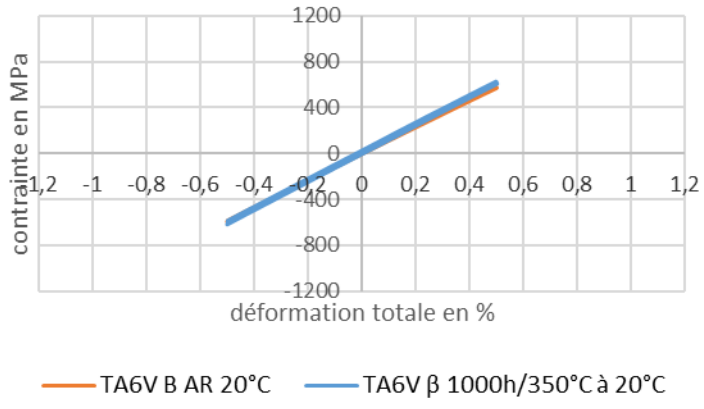



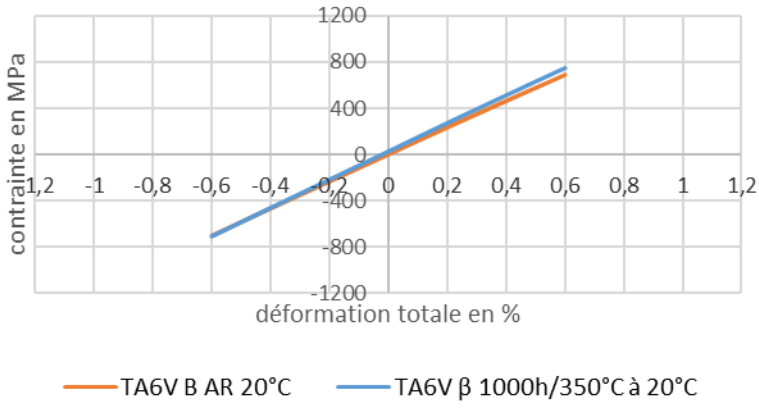



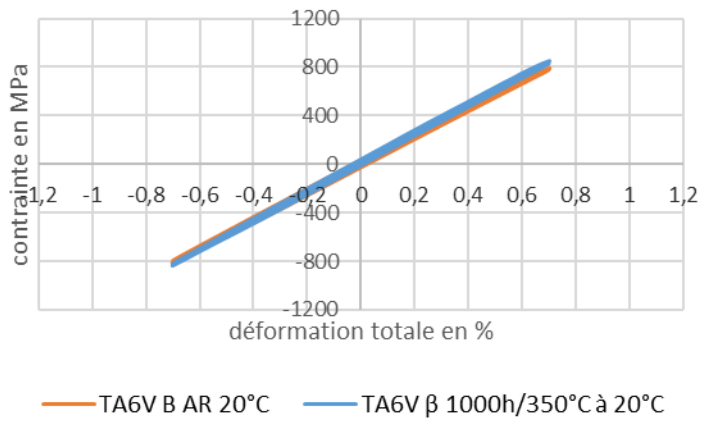



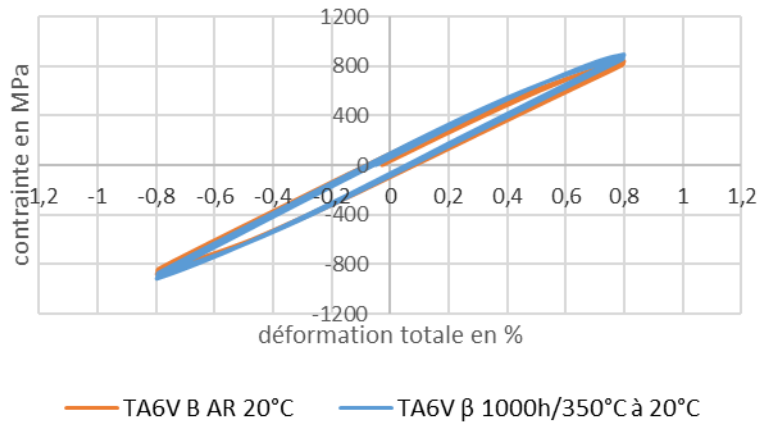



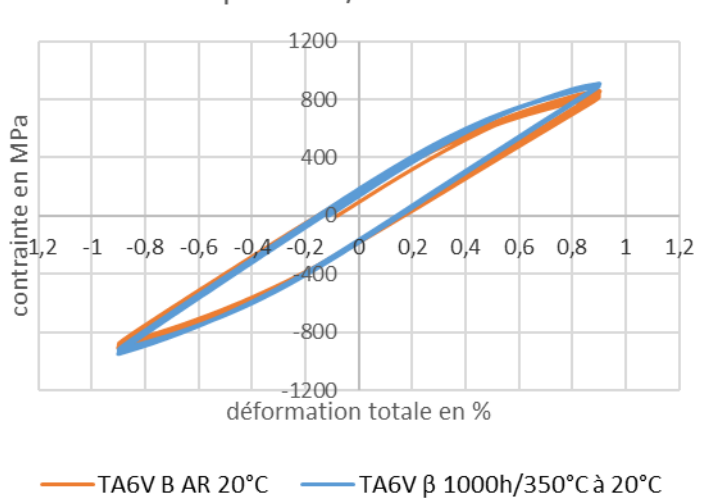
D.3 : TA6V β vieilli 1000 h/350°C, essais à 20°C, R=-1

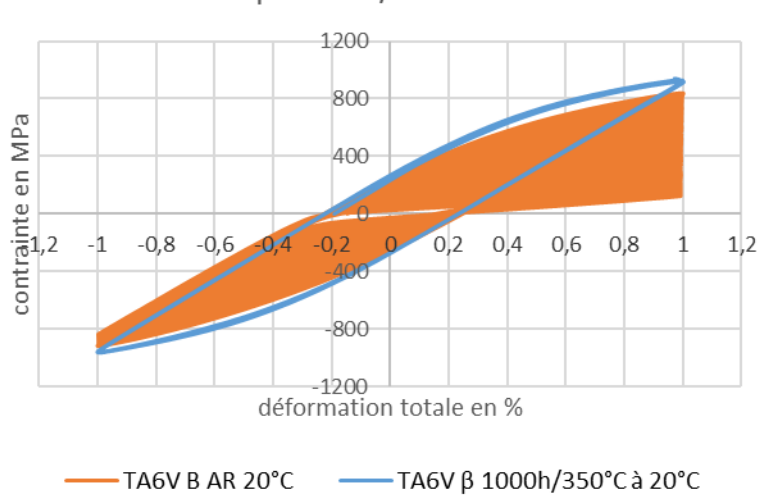


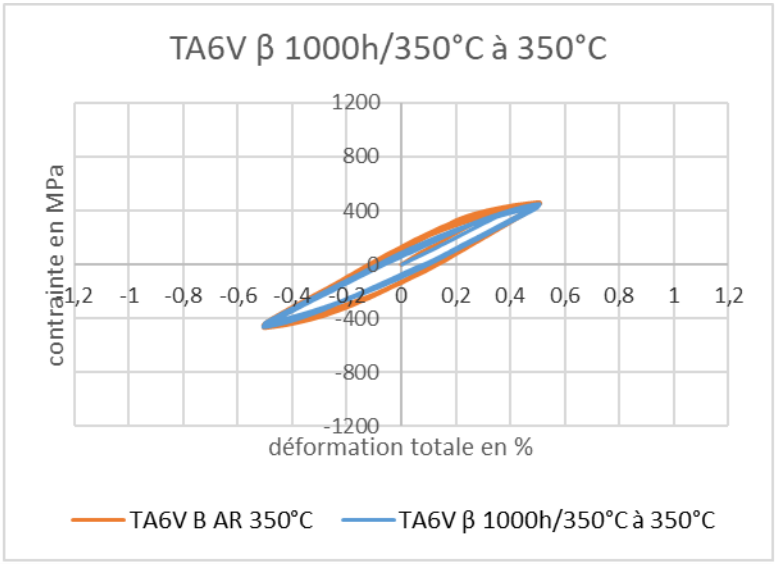



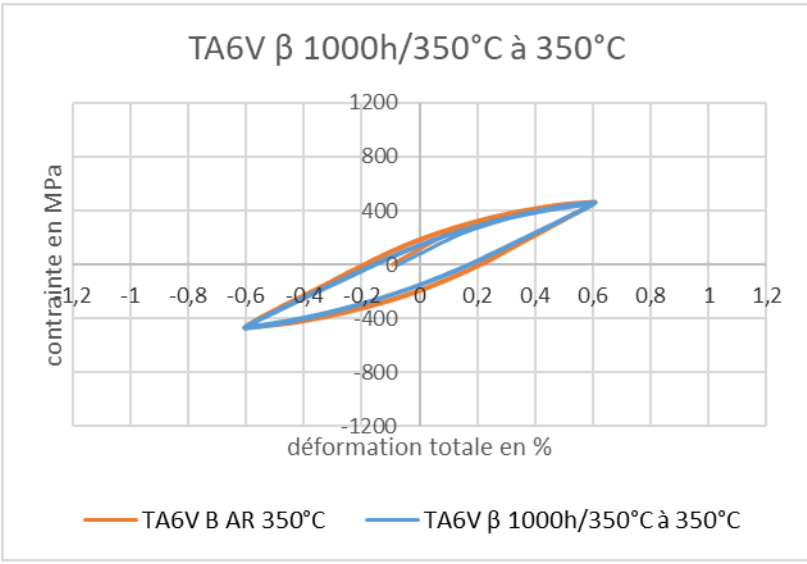



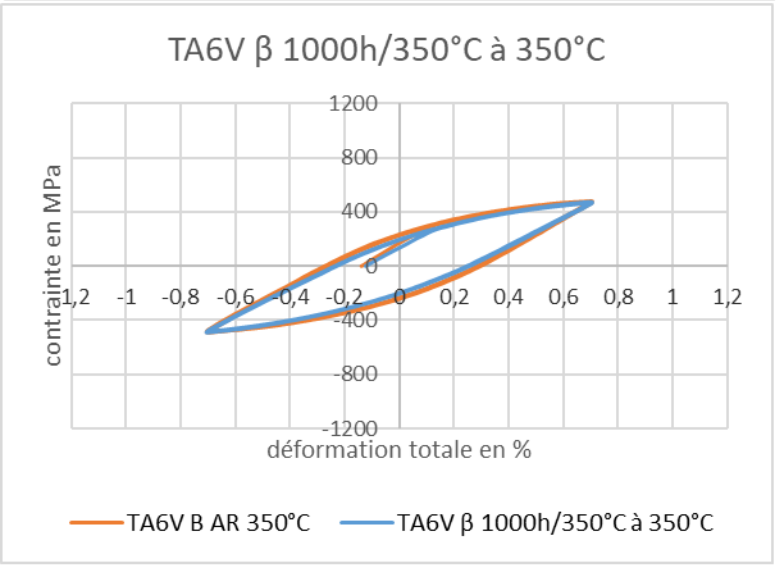



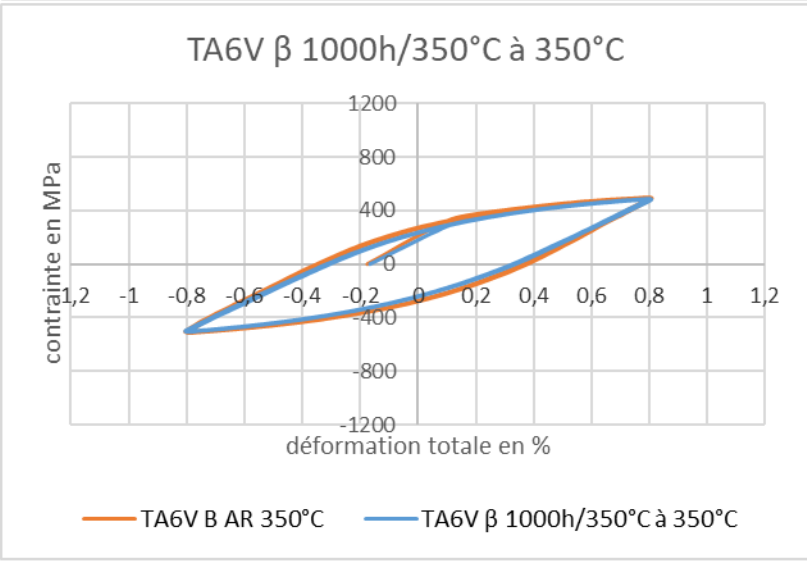



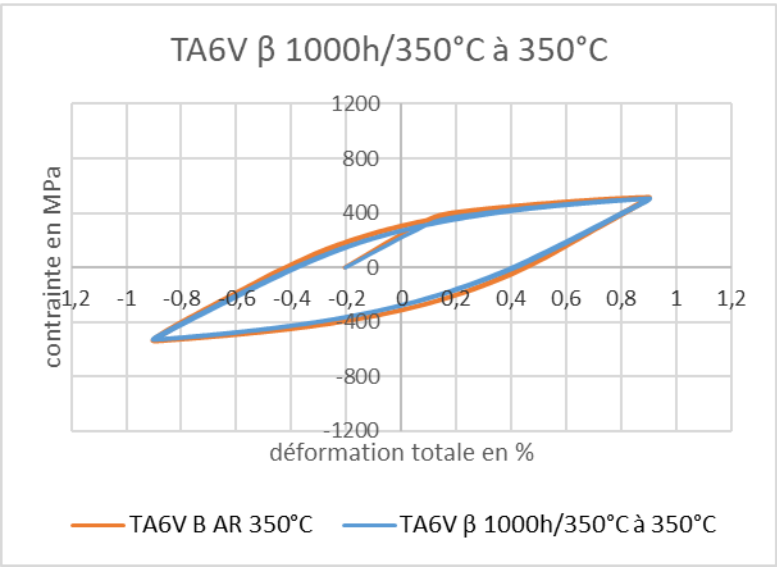
D.4 : TA6V β vieilli 1000 h/350°C, essais à 350°C, R=-1

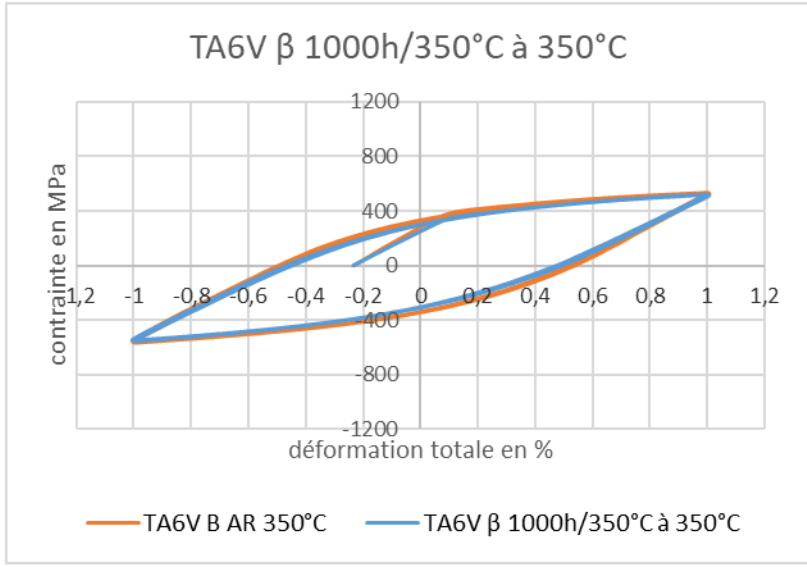


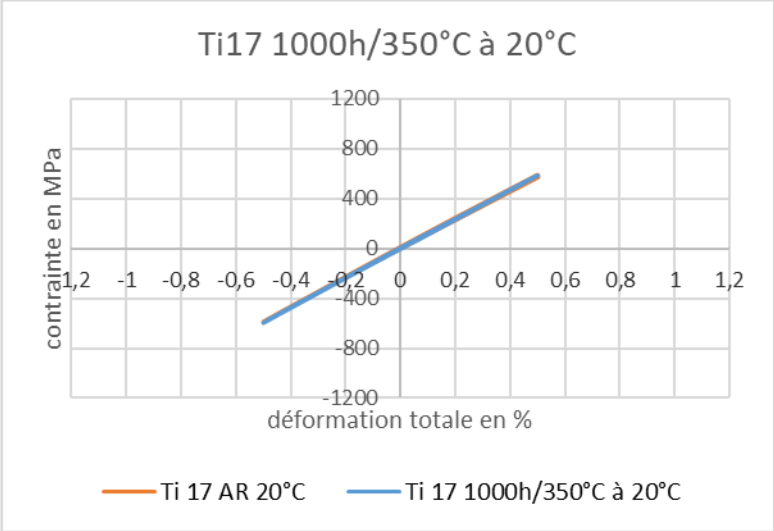



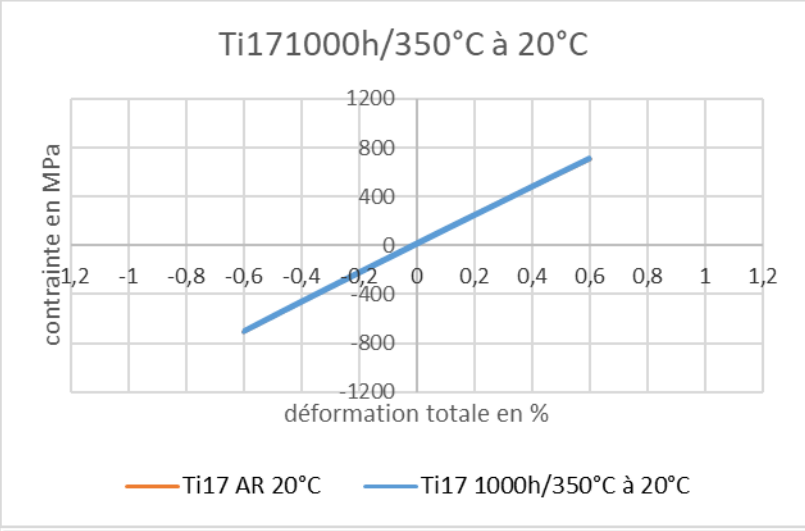



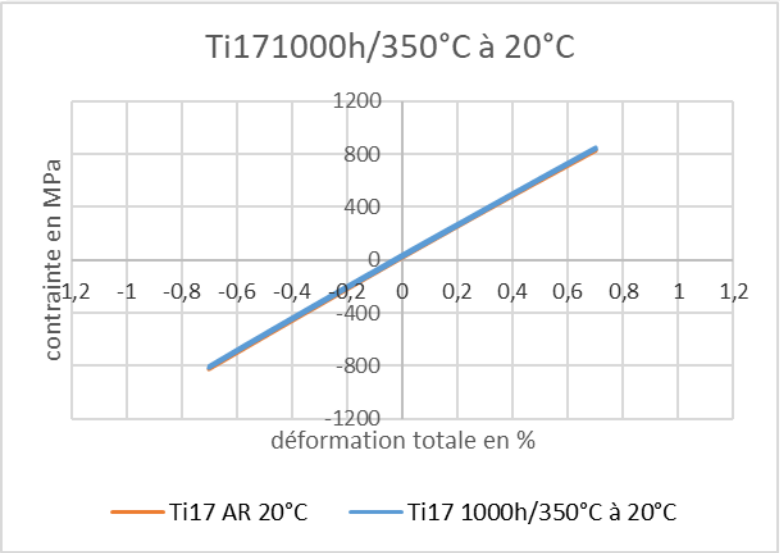



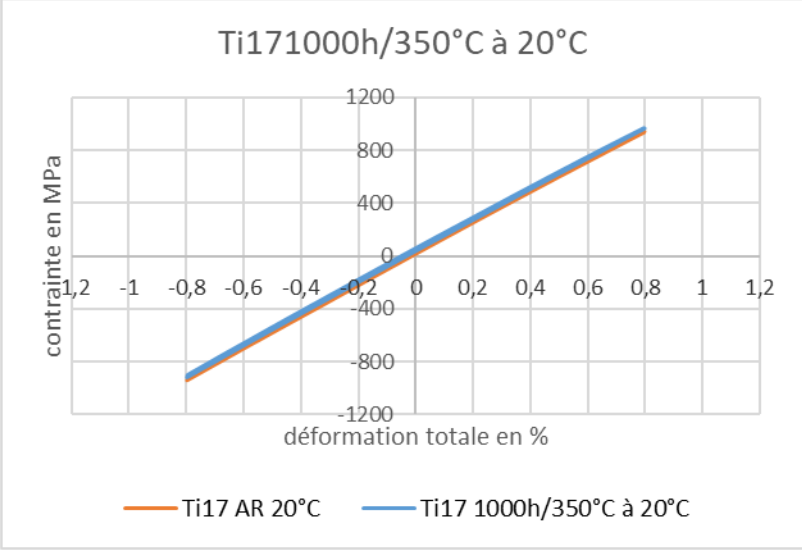



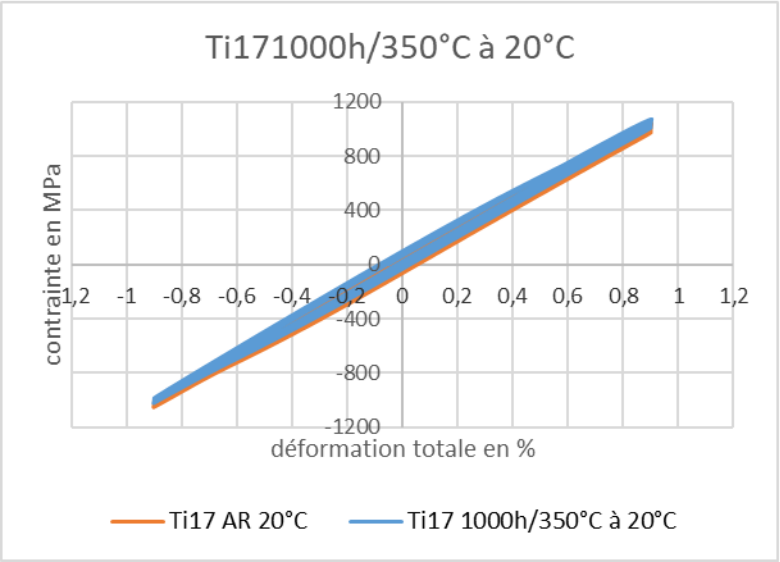
D.5 : Ti 17 vieilli 1000 h/350°C, essais à 20°C, R=-1

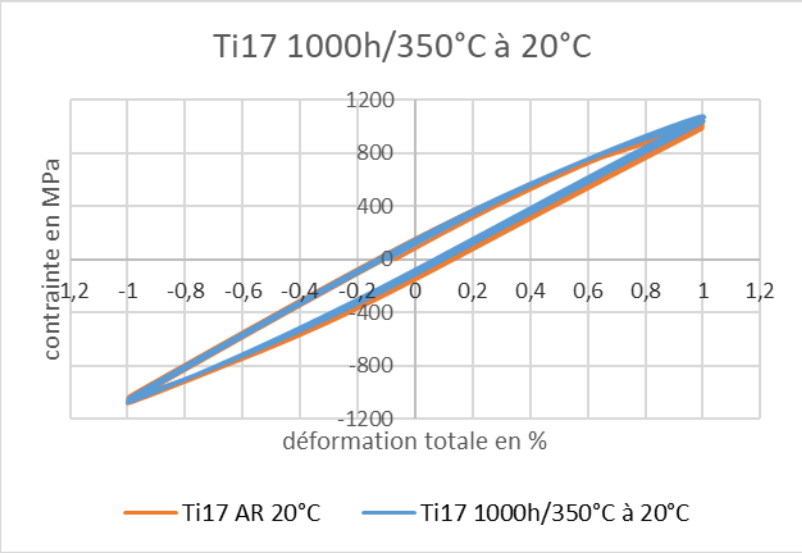


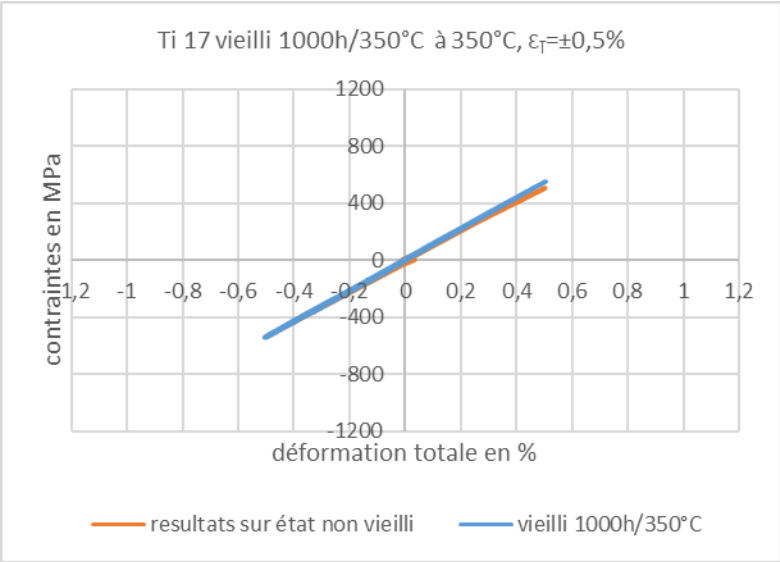



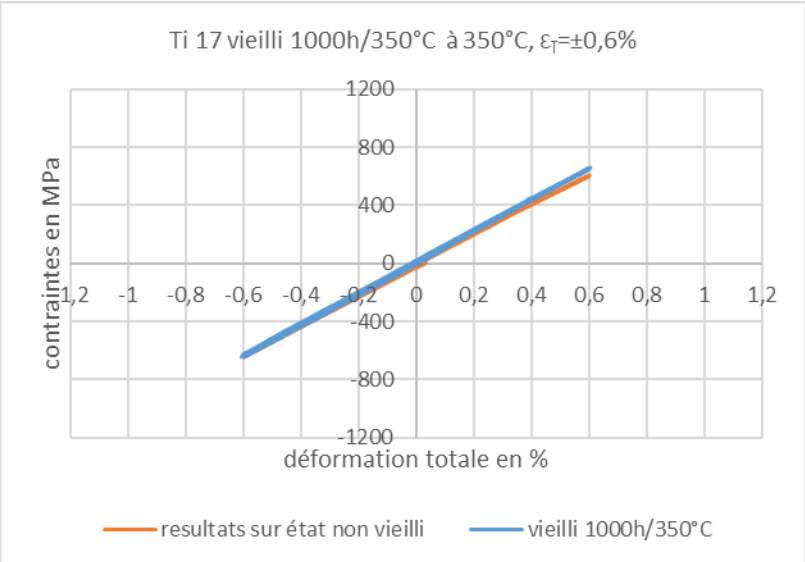



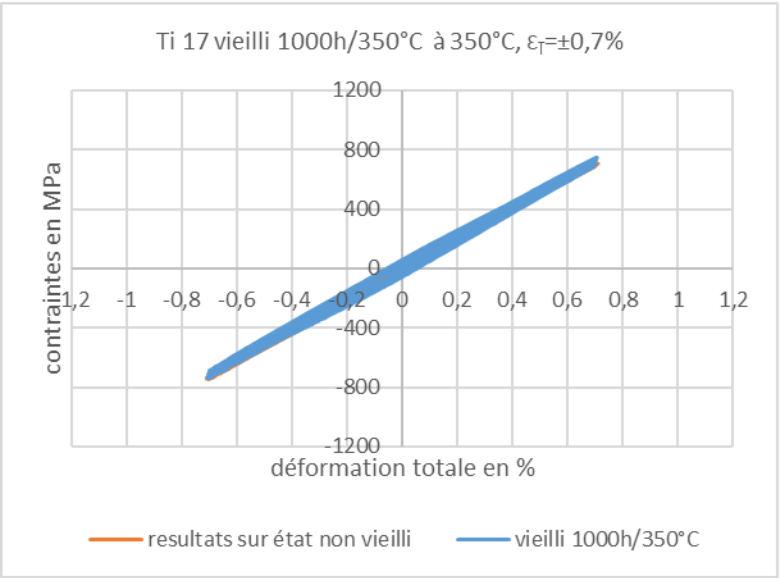



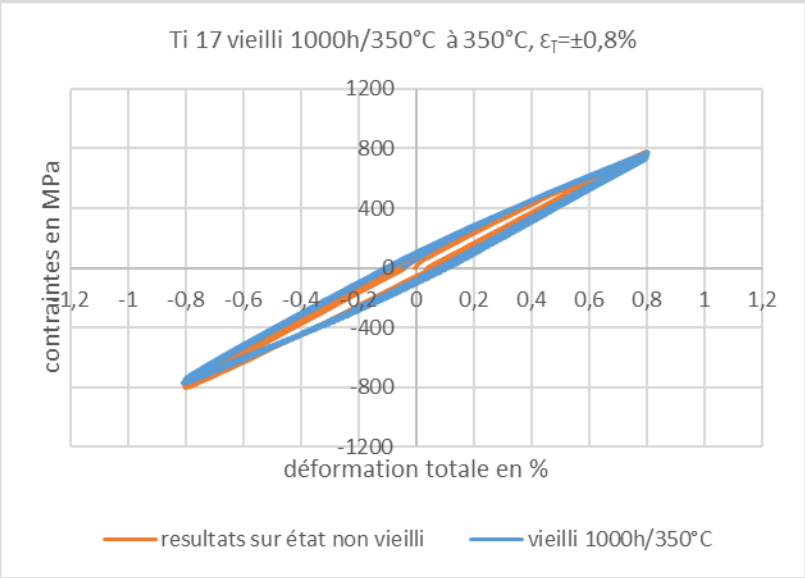



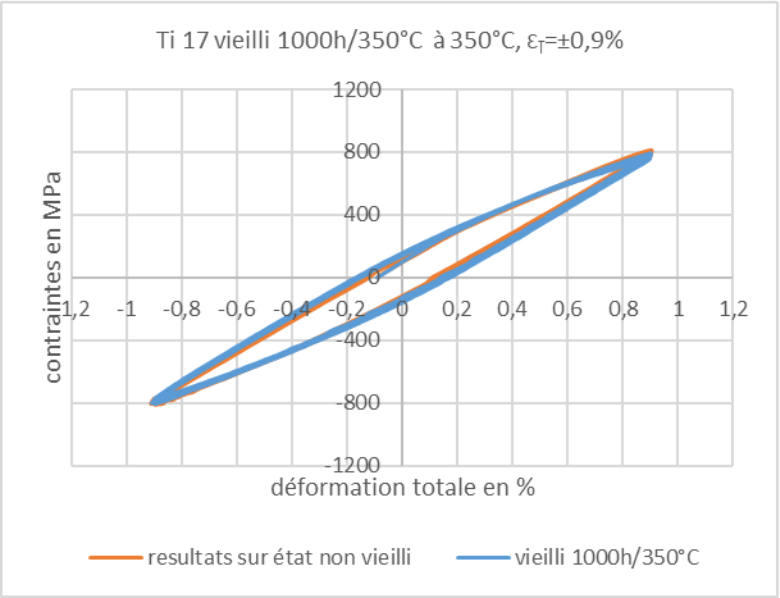
D.6 : Ti 17 vieilli 1000 h/350°C, essais à 350°C, R=-1

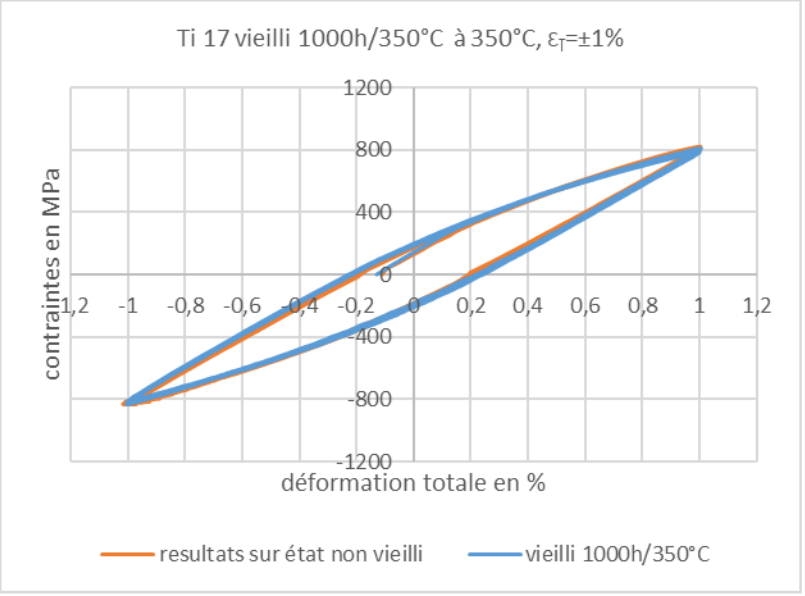


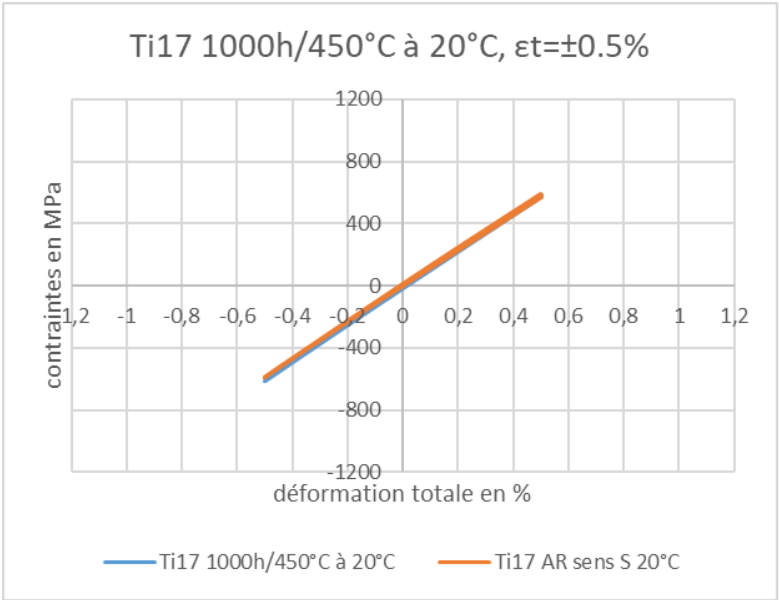



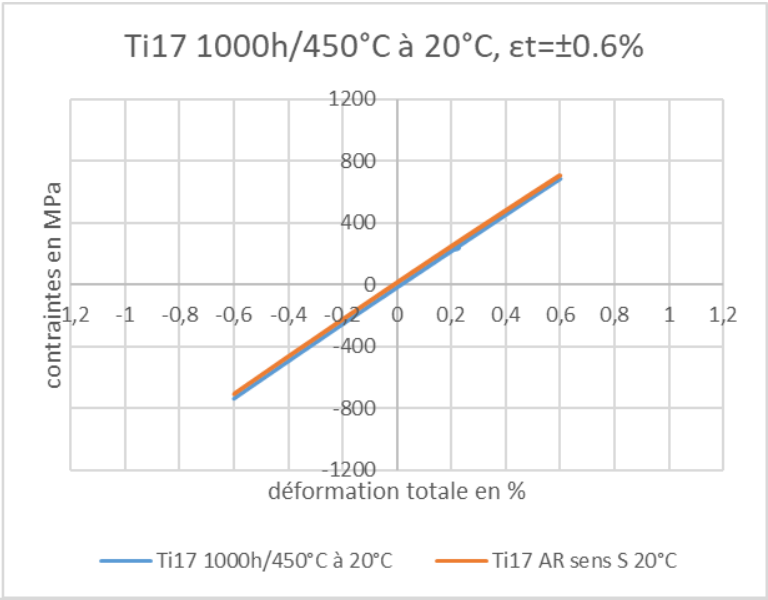



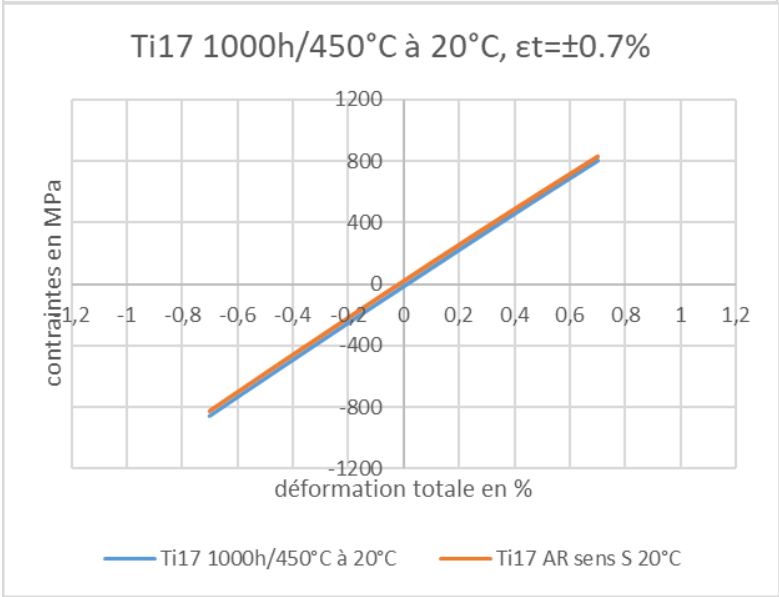



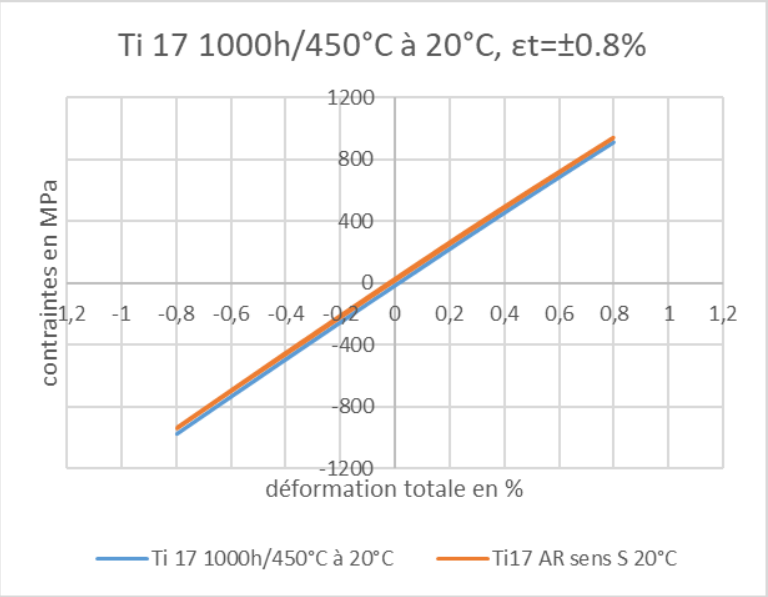



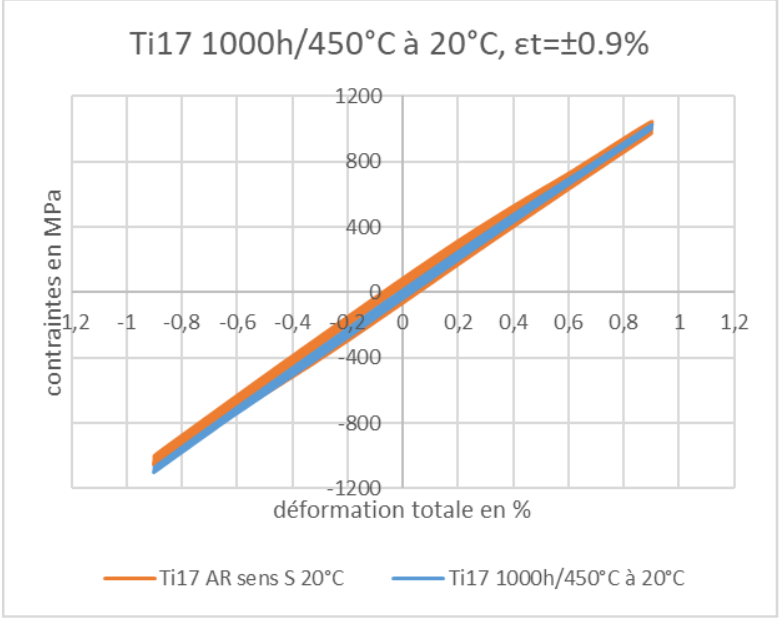
D.7 : Ti 17 vieilli 1000 h/450°C, essais à 20°C, R=-1

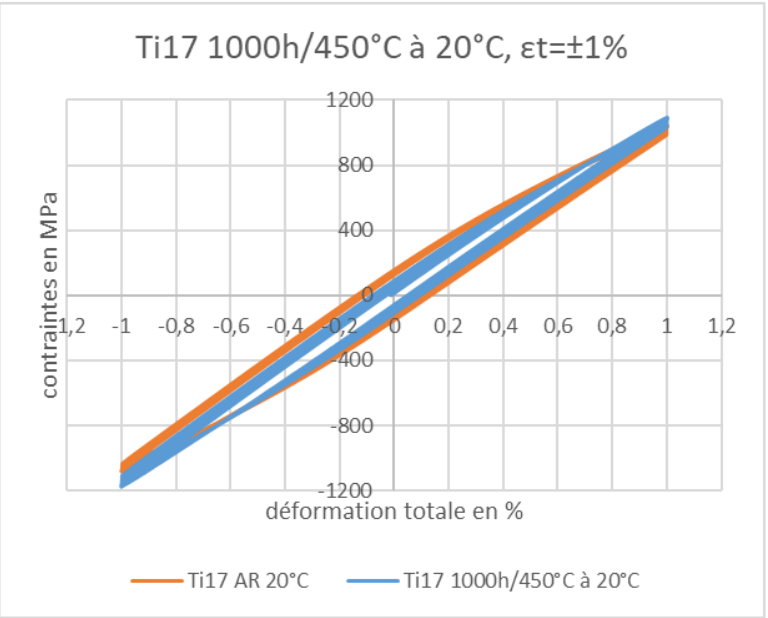


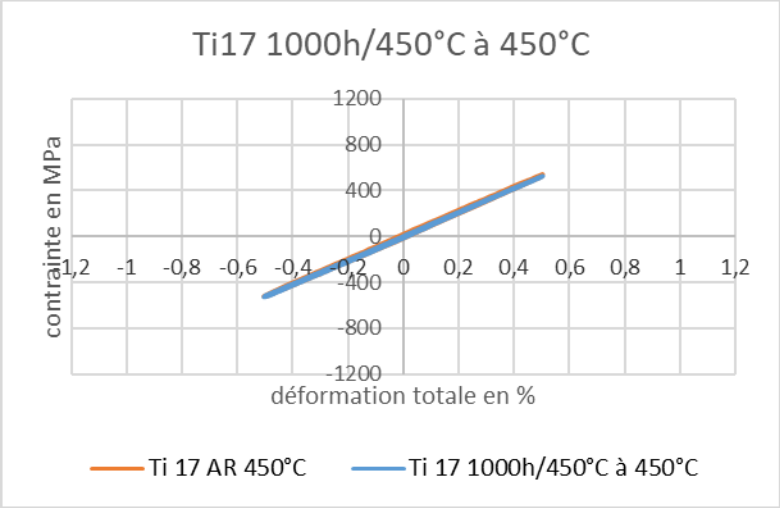



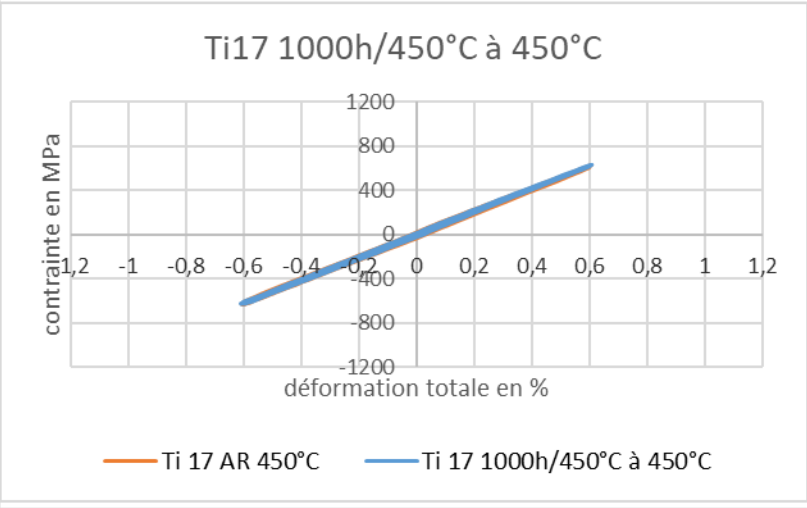



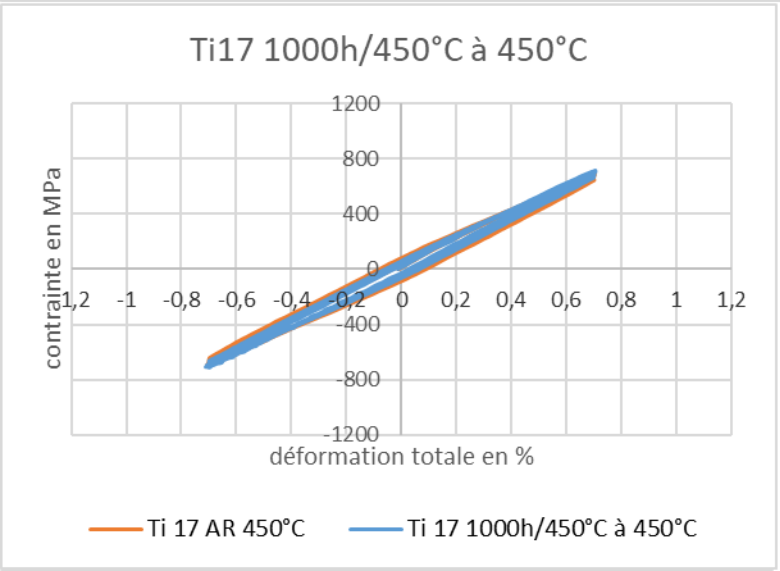



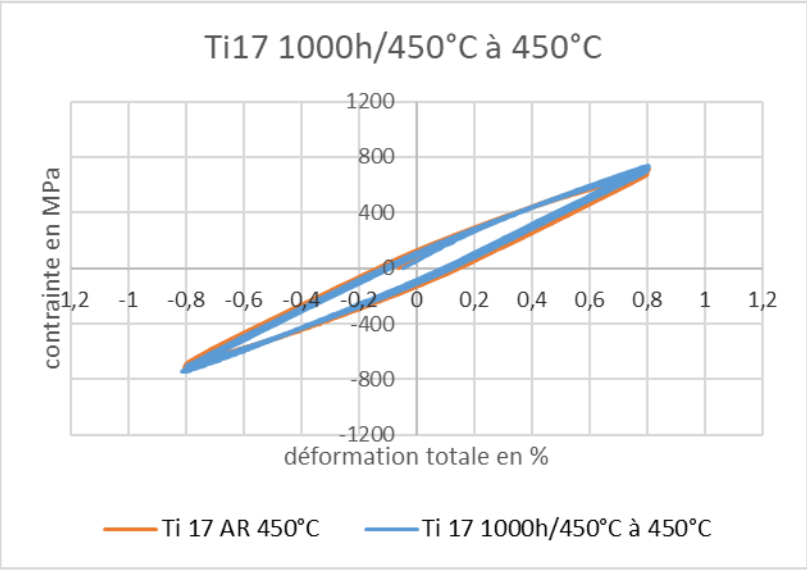



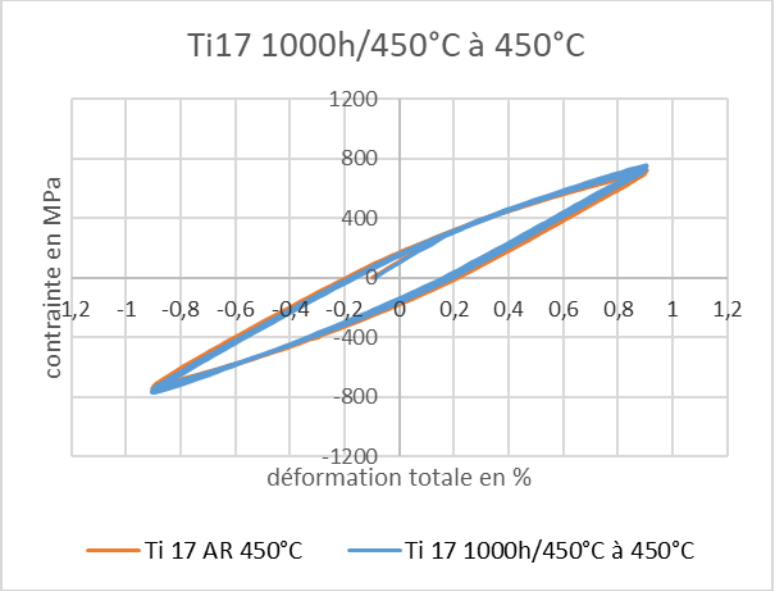
D.8 : Ti 17 vieilli 1000 h/450°C, essais à 450°C, R=-1

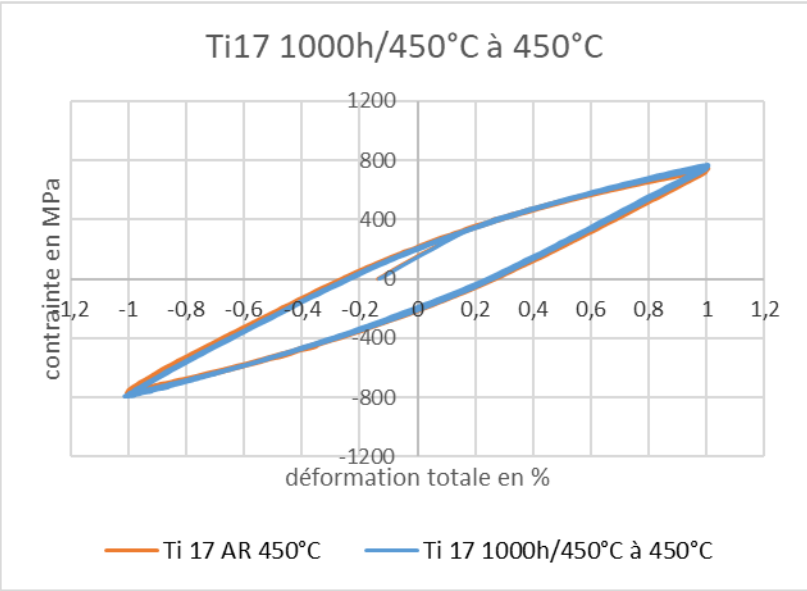


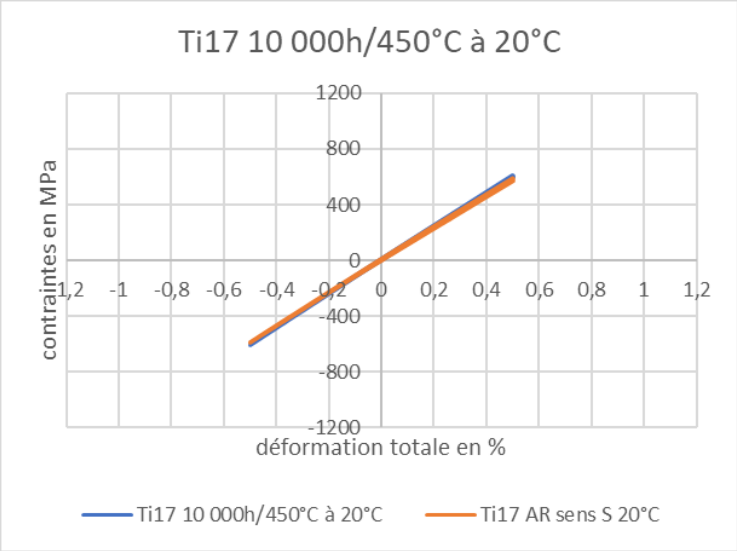



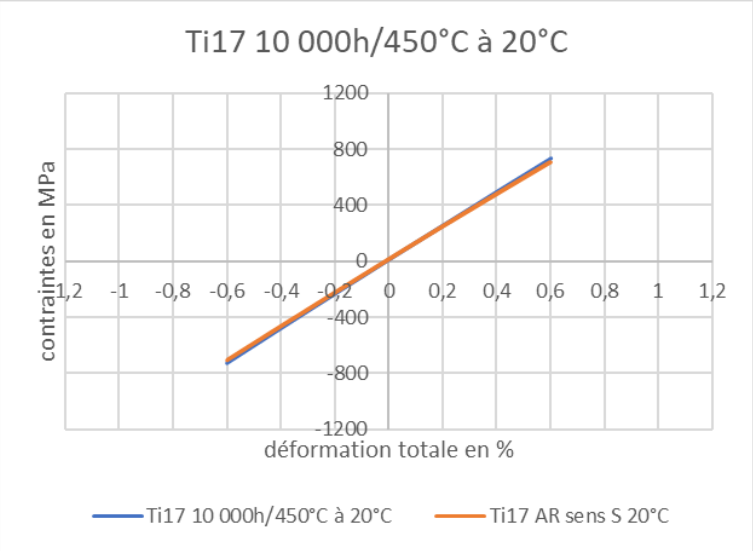



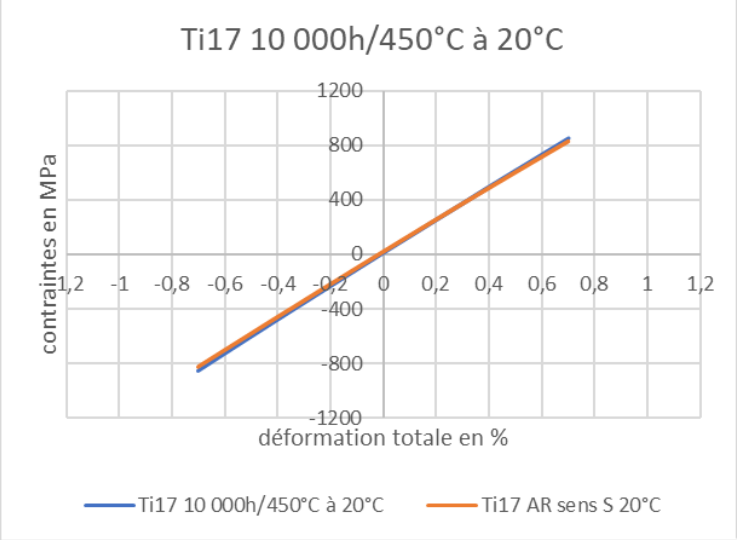



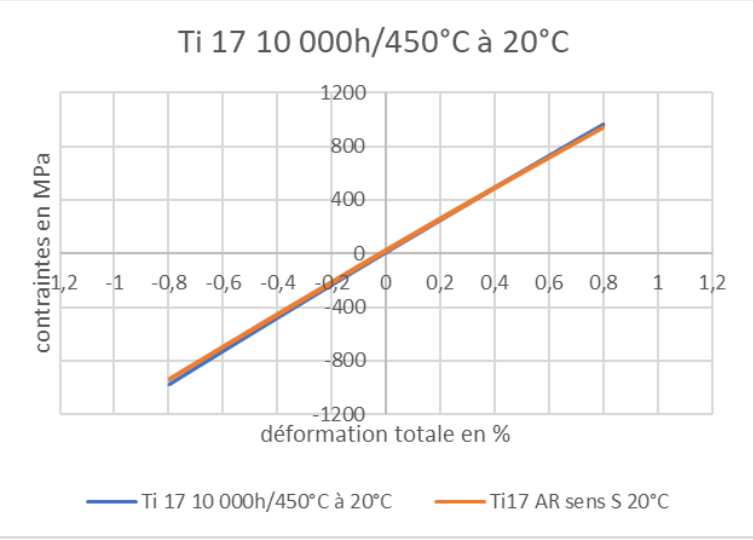
# Annexe E : courbes contrainte-déformation totale des essais de comportement cyclique sur états vieillis 10 000 h

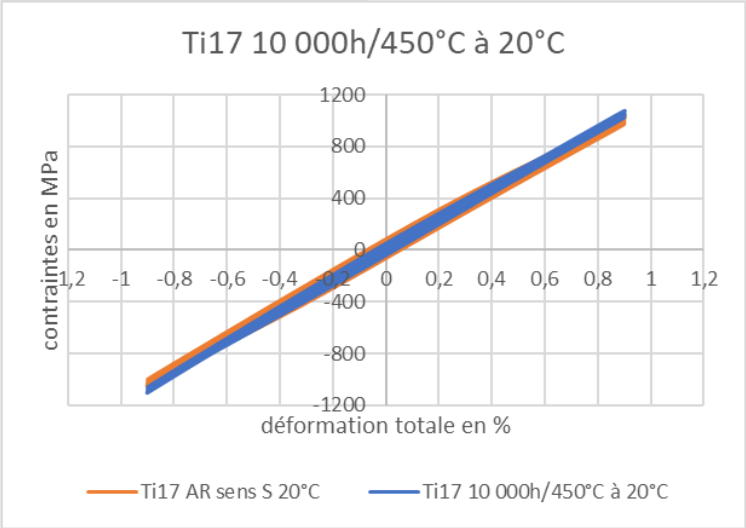
E.1 : Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C, essais à 20°C, R=-1



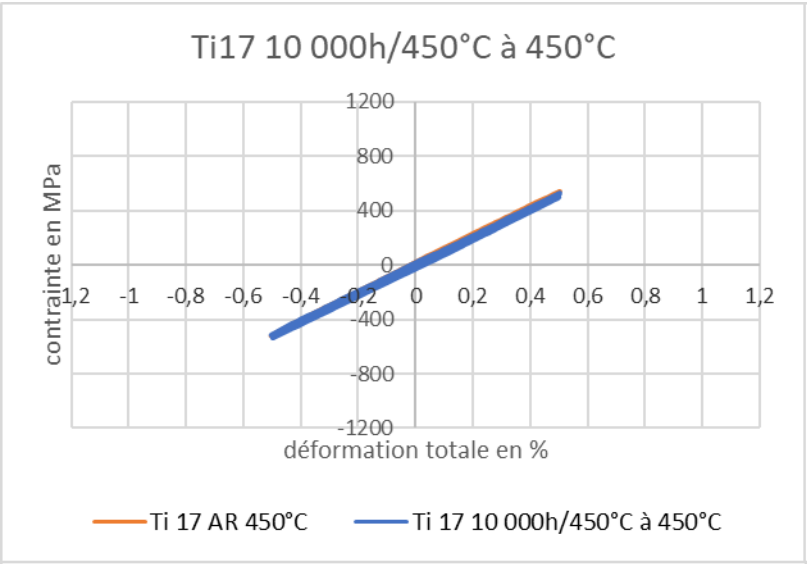



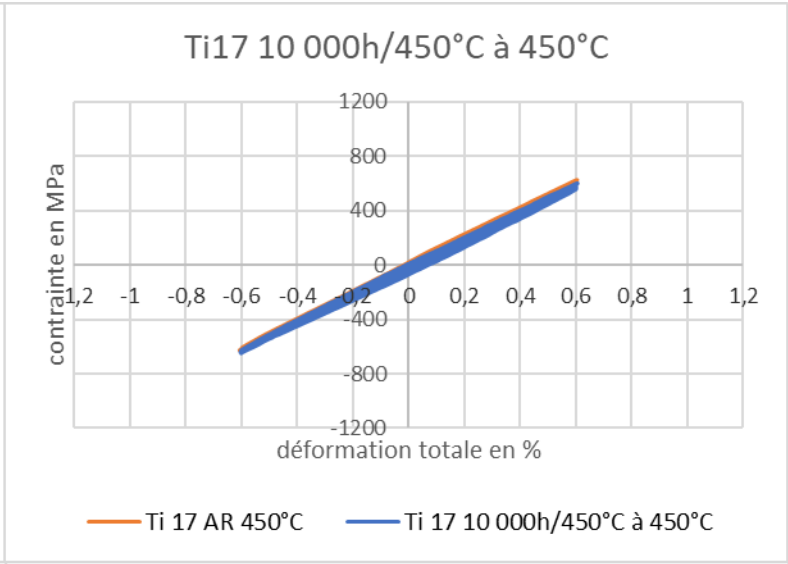



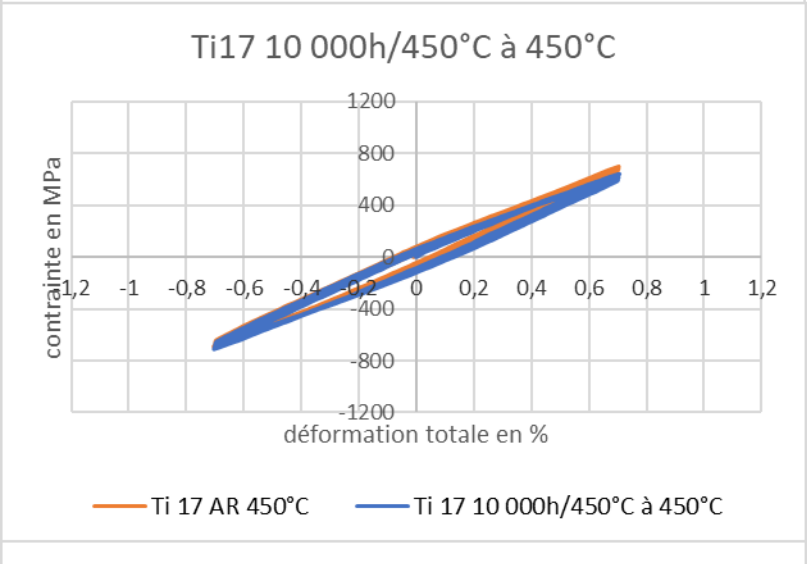



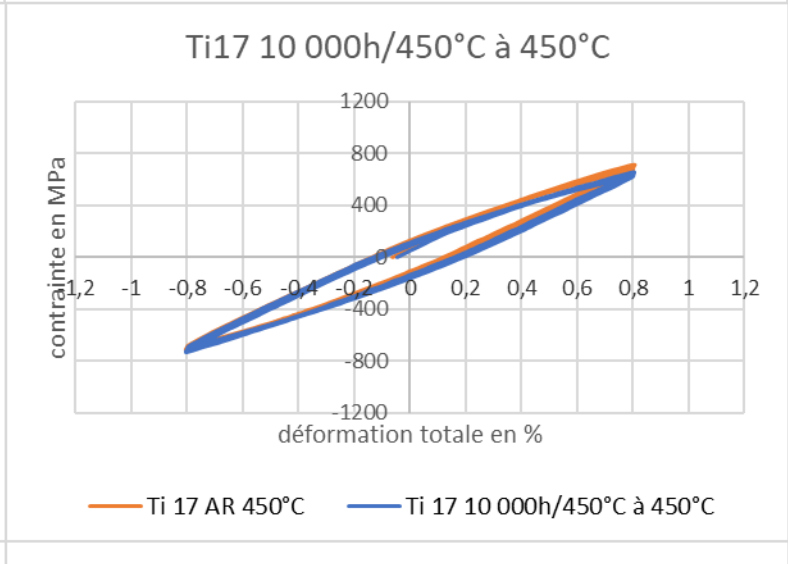



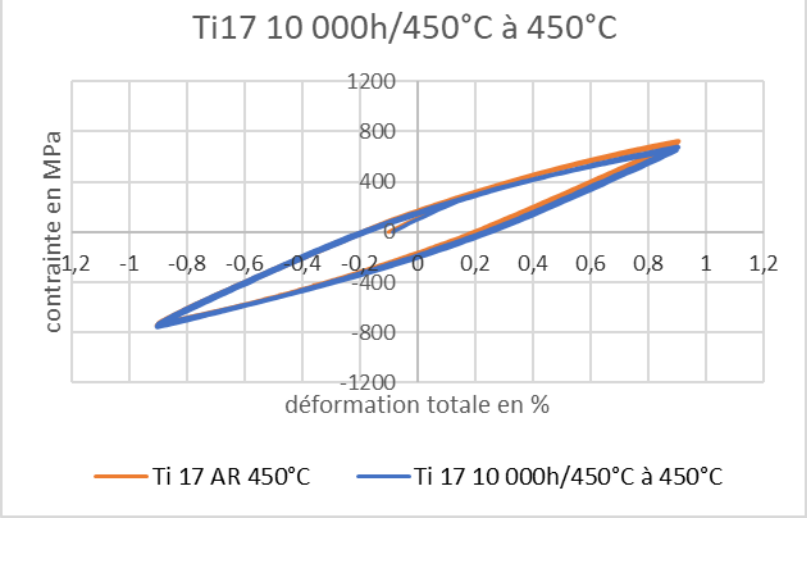
E.2 : Ti 17 vieilli 10 000 h/450°C, essais à 450°C, R=-1

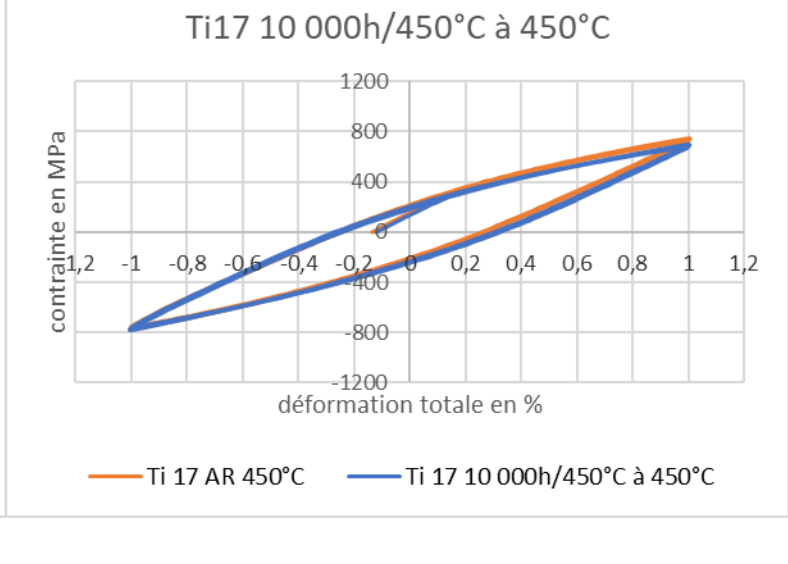


# Annexe F : tentative de prise en compte des liens synergiques entre environnement, fermeture de fissure et vieillissement dans le comportement en fissuration

L'échelle et les mécanismes suivant lesquels le vieillissement agit au sein du Ti 17 ont été identifiés. Cependant ces résultats ne dissocient pas l'effet du vieillissement avec d'autres effets synergiques tels l'environnement et la fermeture de fissure. La partie suivante s'attache à tenter d'approfondir la compréhension de l'effet du vieillissement sur les propriétés en fissuration en le dissociant de la synergie environnement-fermeture de fissure.

## F.1) Le phénomène de fermeture de fissure

Au cours de la propagation de fissure, le phénomène de fermeture est susceptible d'intervenir suivant 3 mécanismes identifiés sur la Figure f. 1, à savoir [1]:

- La fermeture liée à la rugosité du faciès de rupture développé, fournissant des accroches mécaniques freinant l'ouverture et la propagation de fissure
- La fermeture liée à l'oxydation responsable de l'émoussement de la pointe de fissure
- Le retour élastique de la zone déformée élastiquement en pointe de fissure soumet la zone déformée plastiquement à des contraintes résiduelles de compression (fermeture liée à la plasticité)

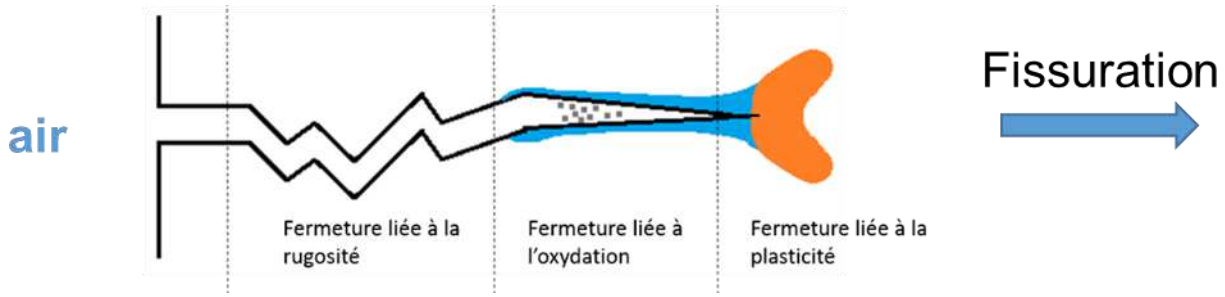



*Figure f. 1: illustration des différentes causes de la fermeture de fissure*

Ainsi, en présence de fermeture de fissure, une partie du chargement total $\Delta K = K_{max}-K_{min}$ est consommé seulement pour « ouvrir » la fissure ($K_{op}-K_{min}$), tandis que la part restante du chargement sert « effectivement » à propager la fissure ($\Delta K_{eff} = K_{max}-K_{op}$). La Figure f. 2 illustre ces propos.

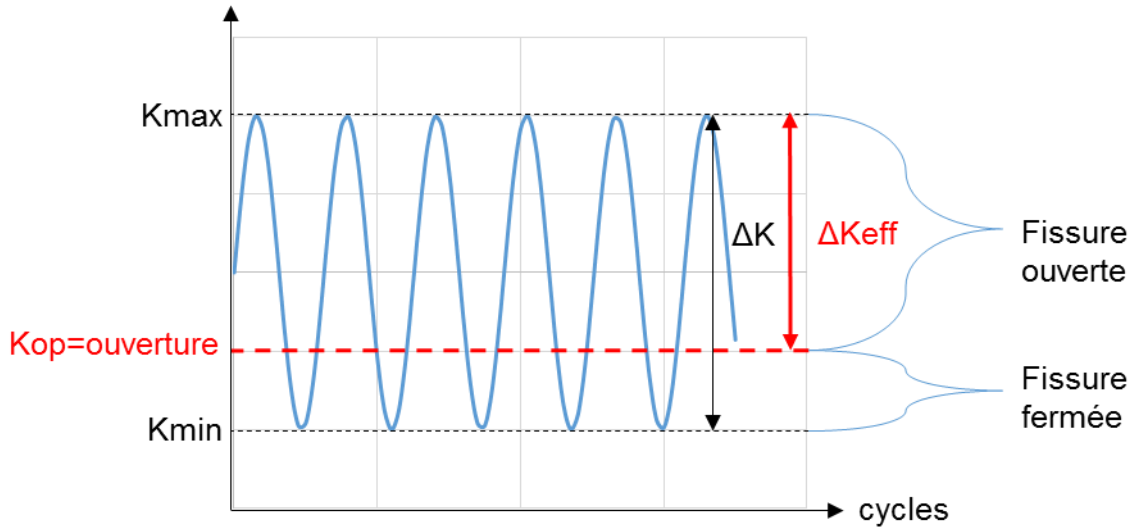



*Figure f. 2: illustration des domaines de chargement conduisant à une fissure ouverte ou fermée*

## F.2) Méthode de mesure

Dans l'optique de dissocier les mesures d'avancée de fissure de l'effet synergique de l'environnement et de la fermeture de fissure, des essais sous vide avec mesure de fermeture ont été entrepris. Les essais sous vide ont été conduits sur un appareil hydraulique INSTRON muni d'une enceinte pouvant produire un vide poussé jusqu'à $4x10^{-7}$ mbar, illustré sur la Figure f. 3.a. En pratique, les essais sous vide ont été démarrés dès qu'une pression inférieure à $10^{-5}$ mbar était atteinte. Les mesures de fermeture ont été effectuées suivant la norme ASTM E647-05, au moyen d'une jauge permettant de mesurer la déformation sur l'arrière de l'éprouvette, indiquée par une flèche sur la Figure f. 3.b.

Le tracé de la charge P en fonction du signal issu de la jauge δ permet de remonter à la pente de cette courbe P=f(δ), représentant la complaisance du matériau. Le domaine de linéarité de la courbe précédente permet de délimiter les domaines ou la fissure est ouverte et ainsi déterminer la charge à l'ouverture, comme l'indique la Figure f. 4 [1,2]. Le critère des 2% d'offset afin de déterminer la charge à l'ouverture a été adopté conformément à la norme ASTM E647-05. Le rapport U défini par :

$$U= (Kmax – Kop)/ (Kmax – Kmin)$$

quantifiant la part de l'amplitude de chargement effectivement convertie dans l'ouverture de la fissure a pu par la suite être déterminé, après le traitement numérique des données via un programme codé en Python.

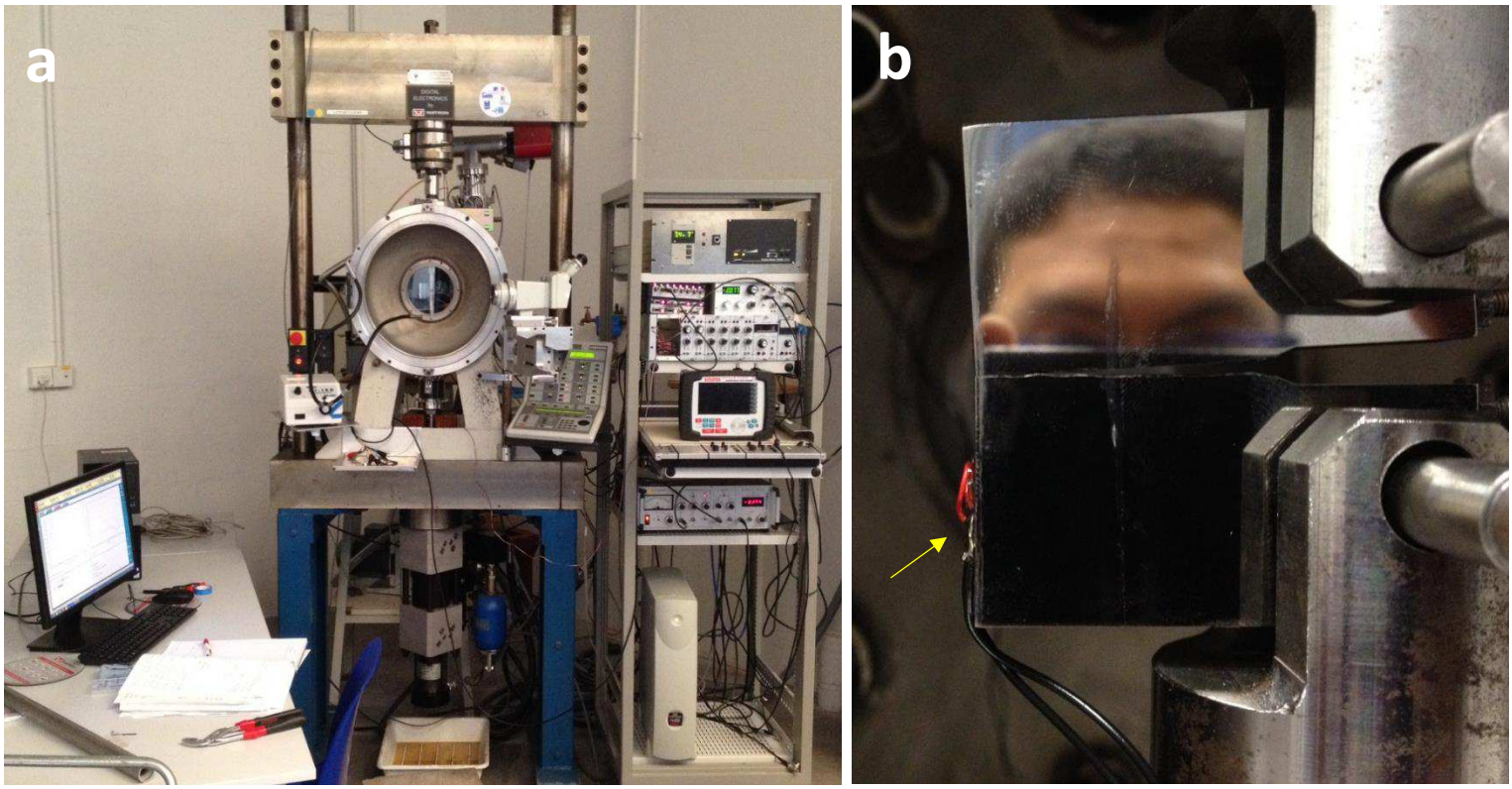



*Figure f. 3: a) équipement muni d'une enceinte étanche pour les essais sous vide. b) Mesure de la fermeture de fissure par la méthode de la jauge collée à l'arrière de l'éprouvette de fissuration (flèche jaune).*

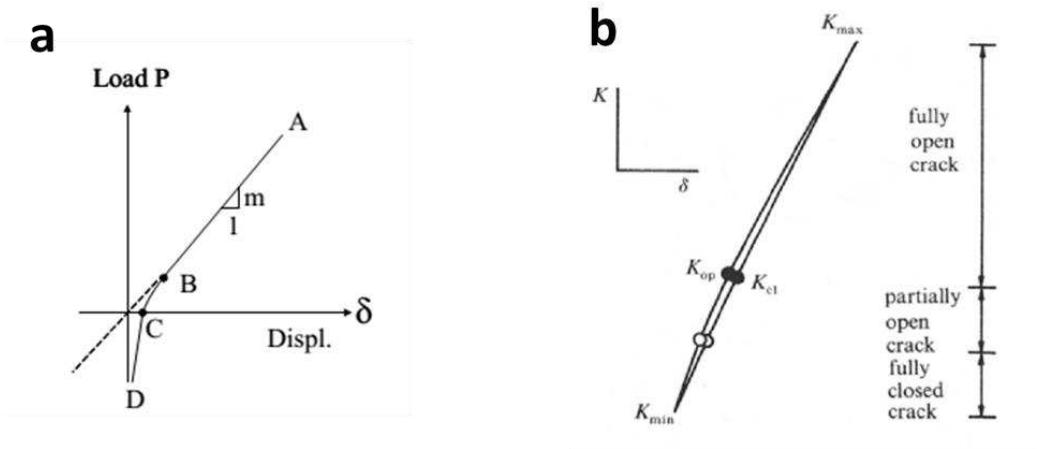



*Figure f. 4: a) schéma du tracé de la courbe P=f(δ) issue des mesures de la jauge, b) détail des domaines d'ouverture et de fermeture de fissure sur la courbe K=f(δ) [1,2].*

## F.3) Résultats

La Figure f. 5 montre la superposition des courbes de fissuration à 20°C sous air et vide, pour le Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h à 450°C, respectivement. On constate qu'avec ou sans vieillissement, la propagation de fissures est invariablement plus rapide à l'air que sous vide.

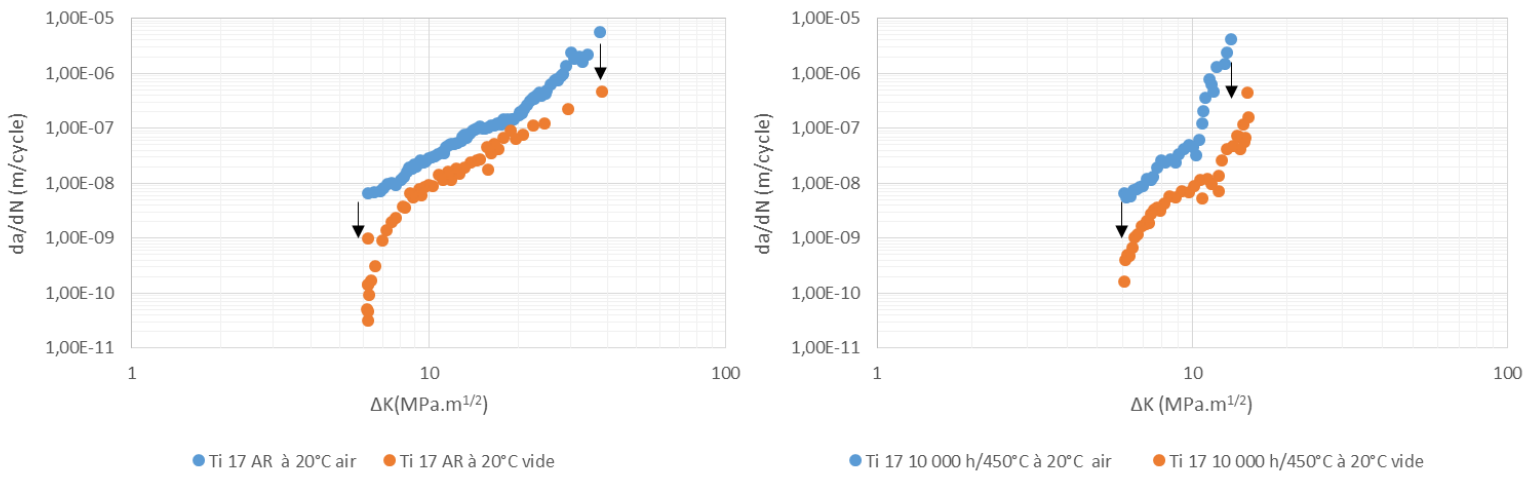



*Figure f. 5: influence de l'environnement sur le comportement en fissuration du Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h/450°C.*

Irving et Beevers [3] et la littérature associée [4] rapportent également des vitesses de propagation plus élevées sous air que sous vide, ainsi que des valeurs de seuil repoussées vers des valeurs de ΔK plus élevées sous vide. Le passage d'une fissuration sensible à la microstructure (taille de zone plastique en pointe de fissure inférieure à l'unité microstructurale caractéristique) à insensible à la microstructure (taille de zone plastique dépassant celle de l'unité microstructurale caractéristique) se trouve modifié selon que l'environnement soit sous air ou sous vide. La fissuration dans le domaine sensible à la microstructure, conditionnée par des systèmes de glissements discrets et l'anisotropie cristalline [3] est grandement facilitée sous air, ce qui expliquerait les vitesses de propagation plus élevées. Sous vide en revanche, la fissuration sensible à la microstructure ne disposerait pas des mécanismes facilitateurs liés à l'environnement et serait considérablement ralentie. Une hypothèse fournie pour expliquer cette différence est la fragilisation par l'hydrogène présent dans l'air sous forme de vapeur d'eau [4].

Concernant l'apparition du point de divergence de l'état vieilli vis-à-vis du comportement du matériau à l'état de réception, les essais sous vide confirment le phénomène observé sous air, avec une accélération des vitesses de fissuration légèrement décalée à 12 MPa x $m^{1/2}$ sous vide contre à 10 MPa x $m^{1/2}$ sous air, comme l'indique la Figure f. 6 Cette information tend à supposer que l'environnement influe relativement peu sur le phénomène de divergence du comportement en fissuration consécutif au vieillissement. En effet, l'observation au microscope interférométrique sur la Figure f. 7 des lèvres de la fissure pour les échantillons testés sous vide suggèrent que la cause principale de cette différence de comportement est avant tout imputable à la différence dans le développement de la plasticité en pointe de fissure. Comme pour les essais sous air, le même confinement de la plasticité au voisinage immédiat de la fissure est observé pour l'échantillon vieilli 10 000 h et testé sous vide. L'échantillon à l'état de réception montre sous vide la même plasticité étendue que sous air.

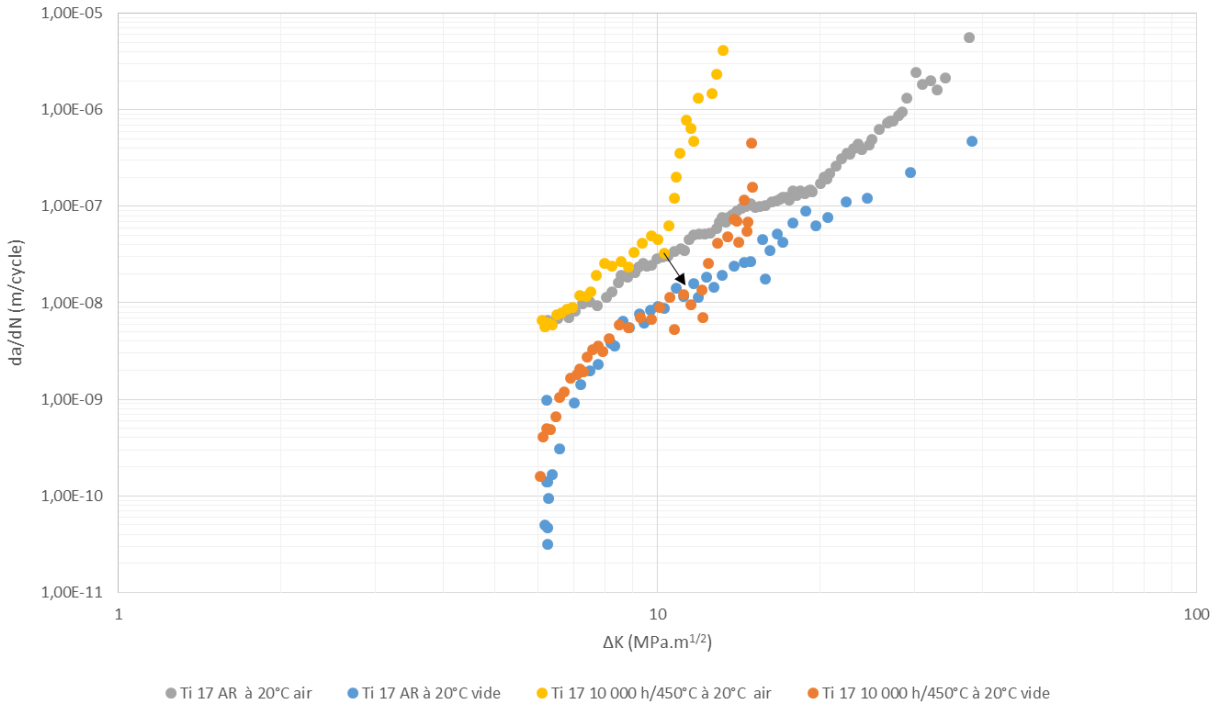



*Figure f. 6: superposition des courbes de fissuration à 20°C sous air et vide, pour le Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h à 450°C*

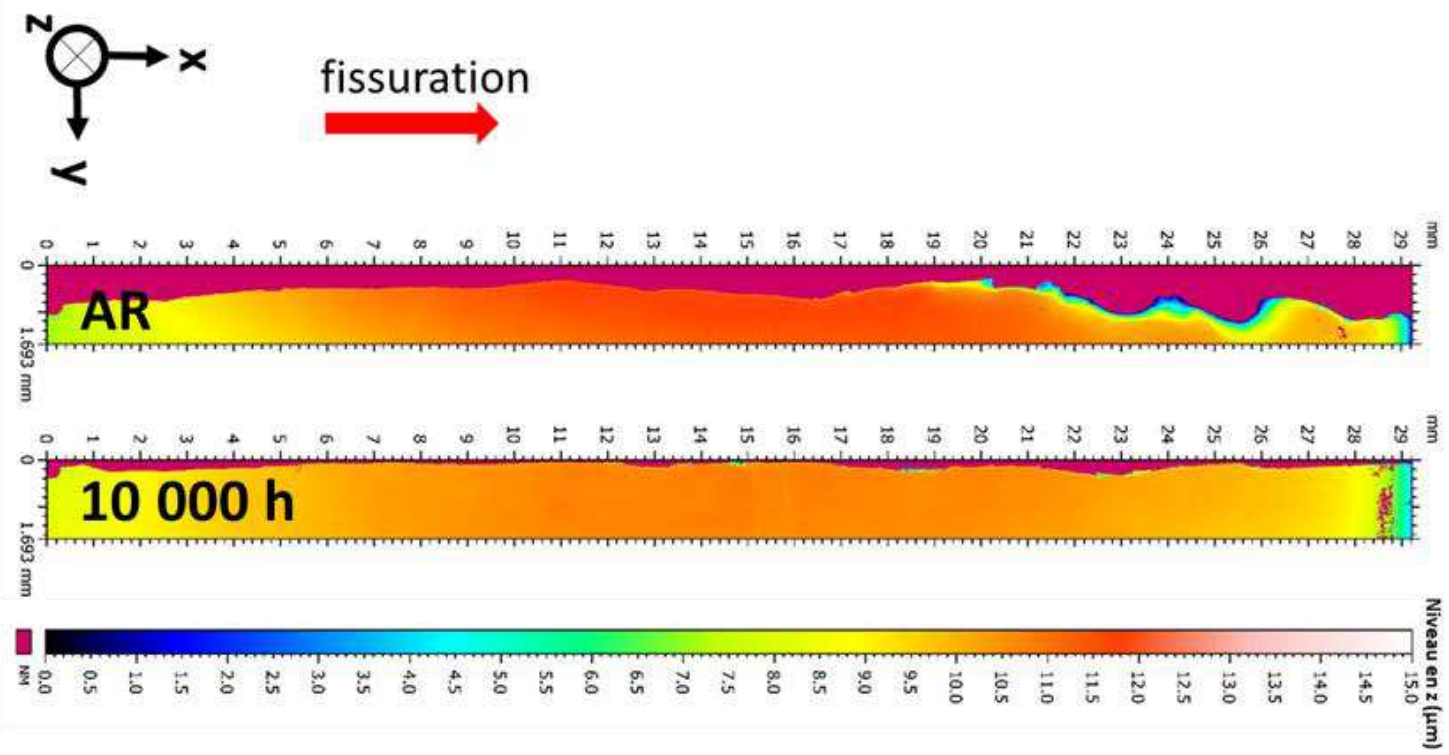



*Figure f. 7: mesures au microscope interférométrique du déplacement hors-plan au voisinage de la fissure pour le Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h/450°C, fissurés à température ambiante sous vide.*

Par la suite, la prise en compte des mesures de fermeture permet de tracer les courbes de fissuration sous vide en fonction du ΔK effectif ($\Delta K_{eff}$) comme indiqué sur la Figure f. 8. Relativement peu de fermeture est observée au sein des matériaux testés, l'état de réception montrant toutefois davantage de fermeture que l'état vieilli 10 000 h.

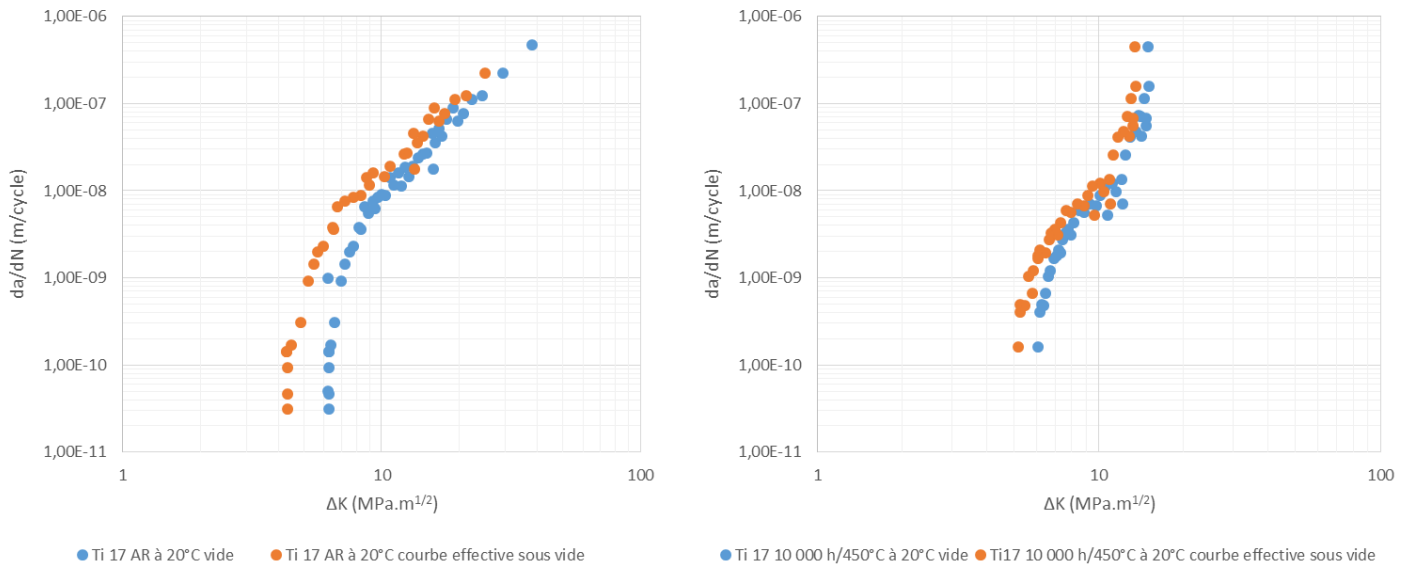



*Figure f. 8: courbes de fissuration effectives (corrigées de la fermeture) sous vide et à 20°C, pour le Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h/450°C.*

Dans les deux cas, la fermeture est prononcée pour les faibles valeurs de ΔK et tend à s'estomper avec les valeurs de ΔK croissants. En considérant la nature relativement plate et le faible relief des faciès du Ti 17 montrés précédemment (comparativement au TA6V β par exemple), les résultats de la Figure f. 8 semblent cohérents avec le fait que peu de fermeture est générée par la rugosité.

Afin d'obtenir une vision plus fine du phénomène de fermeture au sein du Ti 17 avec et sans vieillissement, les valeurs du ratio U quantifiant la part du chargement effectivement convertie dans l'ouverture de la fissure ont été tracés on fonction de ΔK sur la Figure f. 9. Avec ou sans vieillissement, les valeurs de U comprises entre 0.7 et 0.9 indiquent de la même manière peu de fermeture. Cependant, le Ti 17 vieilli 10 000 h montre des valeurs quantitativement plus élevées ainsi qu'une saturation précoce et rapide de la valeur de U à 8 MPa x $m^{1/2}$, montrant la faible part du chargement consommée par la fermeture dans le processus de fissuration. Dans le cas de l'état de réception, les valeurs de U sont plus faibles et montrent que le phénomène de fermeture consomme une part plus importante du chargement nécessaire à l'ouverture de la fissure. Dans ce dernier cas, la saturation des valeurs de U apparait de façon plus tardive et progressive vers 16 MPa x $m^{1/2}$.

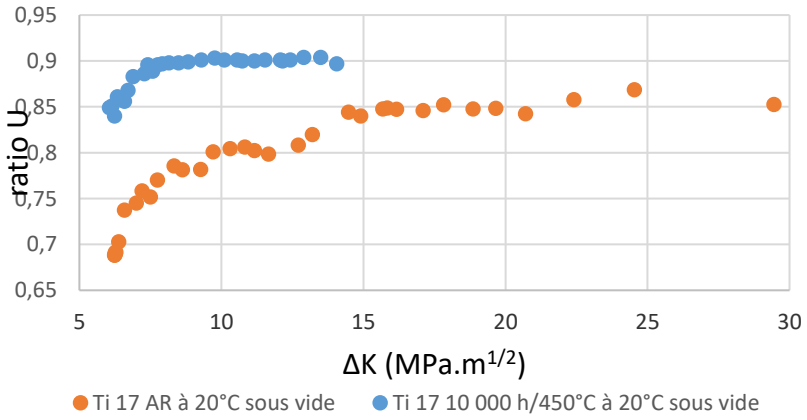



*Figure f. 9: évolution du ratio U en fonction de la valeur de ΔK pour le Ti 17 à l'état de réception et vieilli 10 000 h/450°C.*

Au vu du relief peu marqué développé par le Ti 17 et une présence d'oxydes réduite du fait du vide, l'hypothèse forte que le phénomène de fermeture est majoritairement imputable à la plasticité développée en pointe de fissure peut être faite. Ici, il est intéressant d'établir le lien entre les observations au microscope interférométrique et les mesures de fermeture. D'après les observations, l'état vieilli montre très vite une localisation de la déformation plastique, qui reste limitée et ne se développe pas autant qu'à l'état de réception. Il en résulterait moins de fermeture liée à la plasticité vis-à-vis de l'état de réception ainsi qu'un effacement rapide de son effet pour des valeurs de $\Delta K$ croissantes, à l'identique que ce qu'indique la saturation précoce du rapport U à l'état vieilli.

L'état de réception quant à lui voit une plasticité en pointe de fissure apparaitre de manière progressive et s'étendre de manière plus importante. La fermeture liée à la plasticité prend dans ce dernier cas une part plus importante que pour l'état vieilli. La fissure doit ainsi progresser de manière plus importante que dans le cas vieilli afin d'être suffisamment longue et ouverte pour s'affranchir des effets de fermeture, ce qui se traduit par une saturation plus progressive et tardive des valeurs de U.

Ainsi, il est possible de conclure que l'effet du vieillissement isolé des effets de fermeture et d'environnement ne diffère pas de ce qui a été observé précédemment, à savoir une augmentation des vitesses de fissuration liée à la localisation de la déformation plastique. En s'affranchissant des effets de l'environnement, il est observé que le phénomène de fermeture de fissure n'a quantitativement que peu d'incidence sur la fissuration du Ti 17. Cependant, en faisant l'hypothèse forte que la fermeture au sein du Ti 17 est majoritairement liée à la plasticité, l'analyse de l'évolution du ratio U permet de traduire en termes de mesure de fermeture de fissure la différence dans le comportement plastique observée préalablement via des techniques différentes (perte de ductilité pour les essais de traction, analyse de faciès, observations au microscope interférométrique). Ainsi, en complément des autres caractérisations menées, les mesures de fermetures constituent un indicateur supplémentaire permettant de matérialiser les différences induites dans comportement plastique par le vieillissement.

## Bibliographie de l'annexe F:

[1] Matteo Benedetti, Initiation and Propagation Behaviour of Fatigue Cracks in Titanium Alloys, PhD Thesis, Universita degli studi di trento, 2004.
[2] J.H. Song, Y.I. Chung, Fatigue 2010 2 (2010) 777–786.
[3] P.E. Irving, C.J. Beevers, Metall. Trans. 5 (1974) 391–398.
[4] J. Petit, G. Hénaff, C. Sarrazin-Baudoux, in: Compr. Struct. Integr. Environ. Assist. Fract., 2003, pp. 211–280.

**Résumé:**

La conception de moteurs aéronautiques plus performants soumet les alliages de titane constitutifs des mâts-réacteurs à des contraintes thermiques et mécaniques plus sévères. Ces matériaux doivent d'une part être qualifiés en termes de tolérance aux dommages. D'autre part, l'exposition prolongée de ces alliages de titane à des températures élevées en service pose la question de leur vieillissement métallurgique. Le dimensionnement et la maintenance de telles aérostructures doit ainsi prendre en compte l'ensemble de ces deux problématiques cruciales.

Dans ces travaux, le comportement cyclique ainsi que la résistance à la fissuration par fatigue d'alliages de titane de différentes nuances (TA6V, Ti 6242 et Ti 17) et de différentes microstructures, ont été étudiés en fonction du degré de vieillissement. L'effet du vieillissement se traduit essentiellement par une augmentation des vitesses de propagation à forte valeur du facteur d'intensité de contrainte, à température ambiante. Dans un second temps, une démarche de caractérisation poussée de ce phénomène mettant en œuvre des sollicitations variées, à différentes échelles et associées à des analyses fractographiques a été appliquée. Ceci a permis de proposer un scénario d'endommagement avant et après vieillissement pour l'alliage le plus affecté par l'exposition en température, le Ti 17. Ce scénario montre après vieillissement l'apparition d'un mode d'endommagement « statique » en lien avec un processus de rupture puis décohésion intralamellaire, sans modification notable du comportement cyclique. Enfin, une approche d'équivalence temps-température est proposée pour décrire la cinétique de dégradation des propriétés mécaniques consécutive au vieillissement.

Mots clés : Endommagement, Mécanique des milieux continus, Titane-Alliages, Fissuration, Métaux-Fatigue, Métaux-Effets des hautes températures, Détérioration, Microstructure (physique), Fractographie, Essais dynamiques, Effet Kmax, Traction in-situ, Equivalences temps-température.

**Abstract:**

The conception of more efficient aircraft engines induces increased stress and temperature levels on the titanium alloys constitutive of the engine pylon. On the one hand, these materials have to be qualified in terms of damage tolerance. On the other hand, the long term high temperature exposure of these titanium alloys gives also rise to the question of thermal aging and metallurgical stability. Hence, the dimensioning as well as the maintenance of such aerostructures need to be considered in the light of both these critical issues.

In the present work, the cyclic behavior as well as the fatigue crack resistance of different titanium alloys (TA6V, Ti 6242 et Ti 17), with various microstructures were studied after different aging conditions. Aging induces mainly an increase in crack growth rates at high values of the stress intensity factor, at room temperature. Subsequently, a thorough characterization procedure of this phenomenon was undertaken, including various types of loadings, at different scales and associated with fractographic analyses. The results allowed to suggest a damage scenario before and after aging, in the case of the alloy most affected by aging: the Ti 17 alloy. This scenario shows the occurrence of a « static » mode of failure, which is linked to a damage process associated with intralamellar fracture and decohesion, without noticeable changes in the cyclic behavior. Finally, a time-temperature equivalency approach was developed to describe the kinetics of degradation of the mechanical properties induced by aging.

Keywords: Continuum damage mechanics, Titanium alloys, Cracking, Metals-Fatigue, Metals-Effects of high temperatures, Deterioration, Microstructure, Fractography, Dynamic testing, Kmax effect, In-situ tensile tests, Time-temperature equivalencies.