

# 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 :  
Vincent RENON

\*\*\*\*\*

Identification des relations entre microstructure et propriétés de tolérance aux dommages d'alliage  
de titane de type  $\alpha\beta$

\*\*\*\*\*

Directeur(s) de thèse : Pr Gilbert HENAFF  
Co-encadrant : Dr Céline LARIGNON

\*\*\*\*\*

Soutenue le 05/04/2018

\*\*\*\*\*

## JURY

**Président :**

MABRU Catherine, Professeur, ISAE-SUPAERO

**Rapporteurs :**

DEHMAS Moukrane, Professeur, INP ENSIACET

RISBET Marion, Professeur, Université de Technologie de Compiègne

**Membres du jury :**

DOD Benjamin, Ingénieur de recherche, Airbus Operation

HENAFF Gilbert, Professeur, ISAE-ENSMA

MILLET Yvon, Ingénieur de recherche, Timet

PERUSIN Simon, Ingénieur de recherche, IRT Saint Exupéry

VILLECHAISE Patrick, Directeur de recherche, CNRS



## Remerciements

Je souhaite en premier lieu remercier Gilbert Henaff qui a permis la réalisation de ce travail. Son soutien à tous les stades de ces trois ans, ainsi que ses suggestions ont été une des principale sources d'apprentissage pour moi, tant scientifiquement que dans ma façon d'aborder les problématiques que j'ai pu rencontrer.

Je remercie aussi Céline Larignon, qui a su m'apporter une aide inestimable sur tous les aspects de mon travail et m'a permis de l'accomplir.

Mes remerciements s'adressent également à Patrick Villechaise et Simon Perusin, le suivi et les conseils qu'ils m'ont apportés ont été une aide précieuse dans la réalisation de ces travaux.

Je souhaite également exprimer ma gratitude aux différentes personnes que j'ai pu rencontrer et qui m'ont apporté leur aide et leurs visions sur mes travaux, notamment, Benoît Tranchand, Bertrand Max, Yvon Millet, Jerome Delfosse, Romain Forestier et Olivier Nodin.

Une part importante de cette thèse tient aussi dans le support de l'équipe technique et administrative de l'axe ENDO. Je pense particulièrement à Florence, sur qui j'ai pu compter à tout moment pour les démarches techniques de mes travaux, mais aussi Laurent pour m'avoir fourni toutes mes éprouvettes, Guillaume pour les essais, ainsi que Damien, Médéric, Denis, David, Anne-Laure et tout le reste de l'équipe technique pour leur accompagnement.

Ces remerciements ne pourraient être complets sans mentionner mes chers camarades doctorants. Mon passage au labo n'aurait jamais été aussi plaisant sans eux, je pense notamment à Aurélien « blondinet » avec qui j'ai partagé soirées jeux et pizza, Romain mon cher « bleu (la poussette !) » pour les journées bricole ou moto (voir bricole de moto..), Julien « petit poney » et Maxime « papy », avec qui j'ai partagé tant de bons moments. J'ai aussi une pensée pour Carolina, Antonio, Caroline, François, Nicolas, Emeline, Layla, Pierre, Marina, et tous les autres doctorants que j'ai pu rencontrer, Je suis sûr que la fin de ma thèse ne sera pas la fin des amitiés qui m'ont été offertes durant cette période. Je vous en remercie infiniment.

Enfin, je souhaite remercier Lucie qui a réussi la délicate tâche de me supporter et soutenir jusqu'à la fin de cette thèse, mes parents et ma famille. Leur soutien depuis le début de mes études m'a permis d'arriver jusqu'à la réalisation de cette thèse.



## Table des matières

Remerciements.....	3
1 Introduction .....	11
2 Analyse bibliographique.....	13
2.1 Introduction sur la fatigue .....	13
2.1.1 Comportement cyclique des matériaux .....	13
2.1.2 Courbe de Wölher.....	14
2.1.3 Prise en compte du cumul des dommages.....	15
2.1.4 Différents modes de sollicitations .....	16
2.1.5 Coefficient de concentration de contrainte .....	16
2.1.6 Courbes de propagation de fissures .....	17
2.1.7 Effets de fermeture de fissure .....	20
(a) Fermeture induite par plasticité.....	21
(b) Fermeture induite par la rugosité.....	21
(c) Fermeture induite par oxydation .....	21
2.2 Généralité sur le titane .....	21
2.2.1 Utilisation du titane .....	21
2.2.2 Type d’alliages de titane.....	21
(a) Les phases .....	21
(b) Les éléments d’alliage.....	22
(c) Les types d’alliages de titane .....	23
2.2.3 Type de microstructures.....	25
2.3 Lien entre microstructure et fissuration pour les alliages de titane.....	29
2.3.1 Forgeage et traitements thermiques.....	29
2.3.2 Influence de la taille des éléments microstructuraux caractéristiques.....	34
2.3.3 Propagation sensible et insensible à la microstructure.....	35
2.3.4 Influence du rapport de charge .....	37
2.3.5 Influence de la fréquence .....	38
2.3.6 Analyse des chemins de fissuration.....	39

3	Moyens expérimentaux .....	43
3.1	Matériaux de l'étude.....	43
3.1.1	Alliages d'étude .....	43
	(a) Alliage TA6V ELI .....	44
	(b) Ti54M.....	44
3.1.2	Compositions chimiques et historiques thermomécaniques des coulées utilisées .....	45
3.1.3	Analyse microstructurale des états bruts de réception ( $\alpha\beta$ et $\beta$ ) .....	46
	(a) Analyses macrographiques .....	46
	(b) Paramètres caractéristiques des microstructures.....	48
3.1.4	Prélèvement des échantillons dans les billettes.....	52
3.2	Moyens d'essais et d'analyses .....	54
3.2.1	Traitements thermiques .....	55
3.2.2	Caractérisation de microstructures .....	56
	(a) Préparation .....	56
	(b) Microscopie optique .....	56
	(c) Microscopie électronique à balayage .....	56
	(d) Analyse EBSD .....	57
	(e) Analyse topographique.....	57
3.2.3	Tomographe rayon X .....	58
3.2.4	Essais de traction .....	59
3.2.5	Essais de fissuration.....	59
4	Influence des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques .....	63
4.1	Traitement thermique .....	63
4.1.1	Mise en place et montée en température.....	63
4.1.2	Gestion du refroidissement .....	64
	(a) Refroidissement air.....	64
	(b) Refroidissement ralenti manuellement.....	66
	(c) Protocole de refroidissement .....	67
4.1.3	Description des traitements thermiques réalisés.....	69

(a)	TA6V ELI .....	69
(b)	Ti54M.....	71
4.2	Analyse des microstructures issues de traitements thermiques en laboratoire.....	72
4.2.1	Variation du temps de maintien .....	72
4.2.2	Variation de la température de traitement.....	76
4.2.3	Résumé des influences des traitements thermiques sur la microstructure.....	80
4.3	Comportement en traction des états bruts de réceptions $\alpha\beta$ et $\beta$ .....	81
5	Etude de la propagation avant et après le phénomène de transition et comparaison des microstructures lamellaire VS bimodale .....	87
5.1	Comportement en fissuration des états bruts de réceptions $\alpha\beta$ et $\beta$ de l'alliage TA6V ELI .....	87
5.1.1	Courbes de propagation .....	87
5.1.2	Analyse des chemins de fissuration et des surfaces de rupture .....	88
(a)	Etat bimodal $\alpha\beta$ .....	88
(b)	Etat lamellaire $\beta$ .....	90
5.2	Comportement en fissuration des états traités $\beta$ de l'alliage TA6V ELI.....	97
5.2.1	Courbes de propagation .....	97
5.2.2	Analyse des chemins de fissuration et des surfaces de rupture .....	98
5.3	Comportement en fissuration des états bimodal et traités $\beta$ de l'alliage Ti54M .....	100
5.4	Influence de la fermeture .....	105
5.4.1	Evolution de la fermeture.....	105
5.4.2	Prise en compte des effets de fermeture ( $\Delta K_{\text{effectif}}$ ) .....	106
5.5	Mesure de rugosité.....	108
5.6	Prise en compte de la propagation en mode mixte.....	114
5.7	Influence du rapport de charge .....	116
5.7.1	Essais à rapport de charge variable .....	116
5.7.2	Essais à $R = 0,7$ .....	118
5.8	Influence de l'environnement.....	120
5.9	Conclusion chapitre 5.....	125
6	Analyse de l'endommagement en pointe de fissure .....	129

6.1	Chemin de fissuration .....	129
6.1.1	$\Delta K$ constant avant et après transition à $R = 0,1$ .....	130
6.1.2	$\Delta K$ constant à $R = 0,7$ .....	134
6.2	Essais In-Situ.....	136
6.2.1	Présentation des essais.....	136
6.2.2	$\Delta K = 20$ MPa $\sqrt{m}$ .....	139
6.2.3	$\Delta K = 40$ MPa $\sqrt{m}$ .....	154
6.3	Conclusion chapitre 6.....	168
7	Conclusions .....	169
8	Perspectives .....	171
9	Table des figures .....	173
10	Table des tableaux.....	181
11	Bibliographie.....	181
12	Annexes .....	187
12.1	Certificats matières .....	187
12.2	Traitement thermique coulée 306266C.....	196
12.3	Traitement thermique coulée 307553C.....	197
12.4	Méthode d'analyse de microstructure.....	199
12.5	Méthode d'analyse de la fermeture.....	208







## 1 Introduction

L'industrie aéronautique est aujourd'hui soumise à des impératifs d'éco-efficience pour réduire l'impact écologique du transport aérien. Au premier rang des leviers possibles se trouvent les réductions de masse. Pour répondre à cette demande d'allègement, la tendance actuelle est à l'optimisation de la conception des pièces structurales, via une augmentation des critères de spécification que doit vérifier la pièce pour être mise en service et une diminution de la variabilité des propriétés des pièces produites. Ainsi les exigences en termes de propriétés en tolérance aux dommages et en fatigue des matériaux utilisés deviennent de plus en plus contraignantes.

Aujourd'hui, l'alliage de titane de référence pour la fabrication de structures aéronautiques est l'alliage Ti-6Al-4V (TA6V). Ses propriétés de résistance à la propagation de fissures par fatigue ont été améliorées ces dernières années par la mise en œuvre d'un traitement thermique appelé « recuit  $\beta$  ». L'optimisation de nouveaux alliages, proche chimiquement du TA6V, pourrait permettre d'obtenir de meilleures performances de tolérance aux dommages. Cependant, les connaissances relatives aux liens entre les traitements thermomécaniques, la microstructure obtenue et les propriétés en tolérance aux dommages sont encore limitées. De ce fait, une variabilité des propriétés des matériaux, et donc des pièces, existe et oblige à prendre en compte des marges de sécurité dans la réalisation des pièces de structures.

Dans le but d'améliorer la compréhension des interactions traitement thermomécanique / microstructure / résistance à la fissuration par fatigue, les travaux réalisés dans cette étude porteront sur l'influence des différents paramètres de traitement thermique sur les microstructures, et sur l'influence de ces dernières sur la résistance à la fissuration d'alliage de titane chimiquement proches du TA6V. Les compositions sélectionnées pour cette étude sont les alliages TA6V ELI et Ti54M.

La première étape consiste à appliquer différents traitements thermiques afin de générer différentes microstructures types. Une bonne représentativité des traitements à l'égard des traitements industriels sera recherchée, représentativité garante de la possibilité de transfert de ces gammes vers l'industrie.

L'analyse des propriétés de tolérance aux dommages des microstructures générées sera réalisée via des essais de fissuration sur éprouvette de mécanique de la rupture de type CT. Ces essais serviront de base aux analyses destinées à proposer une explication aux différences de comportement entre les microstructures et aux différents régimes de propagation au sein d'une même microstructure. L'étude de ces différences sera effectuée via l'analyse des microstructures générées, des vitesses de propagation, des faciès de rupture et des chemins de propagation. Ces analyses seront suivies d'analyses EBSD des chemins de fissuration et d'essais in-situ.

Ainsi, les travaux réalisés durant cette thèse ont pour objectif de proposer un scénario de propagation de fissure par fatigue dans les alliages lamellaires, et si possible de proposer des voies d'améliorations des propriétés de tolérance aux dommages.



## 2 Analyse bibliographique

### 2.1 Introduction sur la fatigue

Un matériau se fissure puis se rompt sous l'effet d'efforts mécaniques et/ou thermiques cycliques qui ne produiraient aucun dommage si ces efforts étaient appliqués une seule fois. Ce phénomène d'endommagement est appelé fatigue et peut entraîner la rupture du matériau [1]. Ce mode de rupture est à l'origine de nombreux accidents ferroviaires ou aéronautiques au cours des 150 dernières années [2], il est notamment possible de citer les accidents des De Havilland Comet.

Plusieurs types de fatigue existent selon la nature de la sollicitation cyclique et les conditions dans lesquelles ce cycle a lieu. Les différents types de fatigue pouvant être étudiés sont :

- La fatigue mécanique, lorsque les sollicitations proviennent d'efforts mécaniques extérieurs,
- La fatigue thermique, lorsque les chargements cycliques sont induits par des variations de température,
- La fatigue thermomécanique, qui combine les efforts d'origines thermiques et mécaniques,
- La fatigue-fluage, lorsque les sollicitations mécaniques se produisent à haute température,
- La fatigue-corrosion, lorsque la répétition des sollicitations a lieu en milieu corrosif,
- La fretting-fatigue, qui résulte de contraintes engendrées par le mouvement relatif de deux solides.

Dans tous ces cas, la rupture en fatigue d'un matériau peut se diviser en trois étapes. La première étape est l'étape d'amorçage. Durant cette étape, des microfissures se forment généralement à la surface de la pièce. Ces microfissures sont la conséquence de déformations plastiques localement concentrées qui se traduisent alors par la formation de bandes de glissement qui sont dites persistantes. Selon les applications, cette étape peut être la plus importante dans la durée de vie d'une pièce.

Vient ensuite la phase de propagation des fissures. Dans cette étape, plusieurs microfissures se rejoignent et certaines évoluent jusqu'à former des fissures macroscopiques. Dans le cas de structures, cette étape peut représenter la plus importante partie de la durée de vie.

La dernière étape intervient lorsque la section résiduelle, conséquence de la propagation d'une fissure, devient trop faible pour supporter les sollicitations appliquées à la pièce. Une rupture brutale du composant peut alors intervenir quasi-instantanément.

#### 2.1.1 Comportement cyclique des matériaux

Lorsqu'un matériau est soumis à un chargement cyclique en contraintes imposées, trois évolutions de comportement sont possibles et sont présentées sur la *Figure 1*. Lorsqu'il y a une stabilisation du comportement, deux cas sont alors possibles. Dans le premier cas, le cycle stabilisé est totalement élastique à l'échelle macroscopique, on parle alors d'adaptation (*Figure 1 A*). Dans ce cas, une plasticité locale peut malgré tout être observée dans certains grains qui n'apparaît pas dans le comportement macroscopique du matériau. Cette plasticité locale est à l'origine de l'endommagement observé dans le cas de l'adaptation. Dans le deuxième cas, une déformation plastique subsiste au cours du cycle et l'on parle d'accommodation (*Figure 1 B*). Enfin, lorsque l'on observe un accroissement de la déformation dans une direction à chaque cycle et qu'il n'y a pas de stabilisation (*Figure 1 C*), on parle de déformation progressive (ou Rochet), cependant généralement suivie d'une stabilisation.

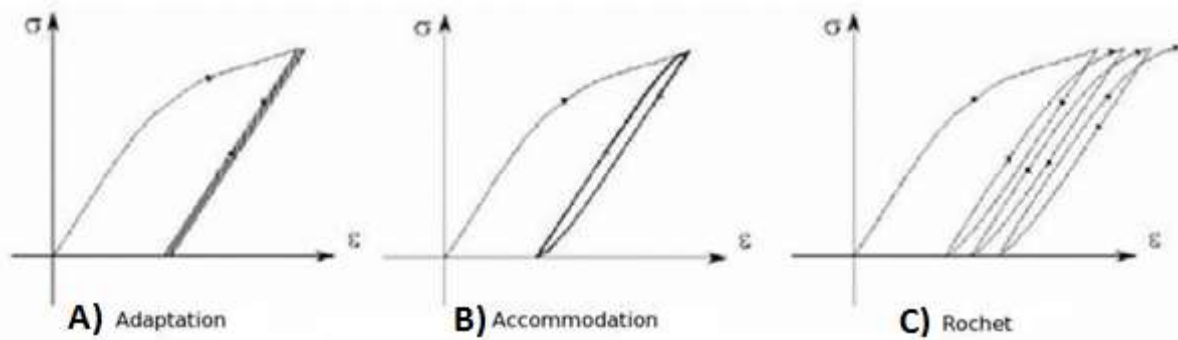


Figure 1 : Différentes réactions d'un matériau face à un chargement cyclique.

### 2.1.2 Courbe de Wöhler

Pour caractériser le comportement en fatigue à grand nombre de cycles d'un matériau, une courbe S-N, ou courbe de Wöhler, donnant le nombre de cycles à rupture (en échelle logarithmique) en fonction de l'amplitude de sollicitation maximale appliquée est généralement utilisée (Figure 2). Cette courbe est en général construite à partir d'essais sur éprouvettes normalisées soumises à des chargements périodiques simples (par exemple de la traction-compression) en contrainte imposée. Elle est dépendante de la température, du milieu, du mode de sollicitation et de la sollicitation moyenne.

On distingue sur la courbe de Wöhler de la Figure 2 trois principaux domaines de fatigue selon le niveau de sollicitation :

- La zone de fatigue oligocyclique pour les forts niveaux de sollicitations: les contraintes imposées sont généralement élevées et accompagnées d'une déformation plastique macroscopique à chaque cycle. La durée de vie est faible et la rupture se produit habituellement après quelques dizaines à quelques dizaines de milliers de cycles.
- La zone d'endurance limitée pour des niveaux de déformations plus faibles. Les contraintes sont moins élevées et la durée de vie varie entre  $10^5$  et  $10^7$  cycles. Dans cette zone, l'éprouvette tend en général vers un régime global d'adaptation élastique. Cette zone peut généralement être considérée comme linéaire en échelle semi-logarithmique.
- La zone d'endurance illimitée pour les niveaux de déformations et contraintes très faibles. Dans cette zone la rupture n'intervient pas avant environ  $10^7$  cycles. Pour un niveau de contrainte inférieur ou égal à  $\sigma_D$ , l'échantillon a peu de chance de se rompre même au-delà de  $10^8$  cycles. Cette amplitude de contrainte  $\sigma_D$  est appelée « limite de fatigue » ou « limite d'endurance ». Toutefois Bathias [1] précise qu'il n'existe pas réellement d'asymptote horizontale sur la courbe S - N et que la notion de « seuil de fatigue » serait préférable.

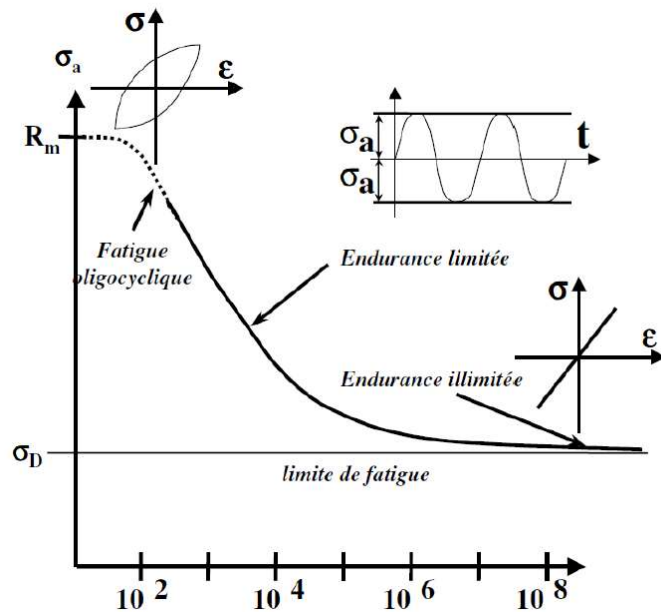


Figure 2 : Exemple de courbe de Wöhler.

### 2.1.3 Prise en compte du cumul des dommages

On définit la durée de vie par le nombre de cycles  $N_R$  avant rupture. La connaissance de cette limite est importante car elle permet de déterminer la nécessité de changement d'un composant pour éviter une rupture.

Dans le cas de chargement à amplitude variable, il est nécessaire d'évaluer la contribution de chaque régime de sollicitation à l'endommagement du composant. Une des approches les plus simples pour évaluer l'aspect cumulatif de ces dommages est la règle de cumul linéaire de Miner [3]. On peut ainsi, à partir de la connaissance du nombre de cycles à rupture  $N_{Ri}$  correspondant à un niveau de sollicitation, calculer la « proportion de durée de vie » consommée par  $n_i$  cycles à ce régime, notée  $D_i$ .

$$D_i = \frac{n_i}{N_{Ri}}$$

On peut alors cumuler les dommages causés par chaque régime de sollicitation en sommant les valeurs de chaque  $D_i$ .

$$D = \sum D_i = \sum \frac{n_i}{N_{Ri}}$$

On a alors rupture lorsque la variable de dommage  $D$  vaut 1.

Cependant, cette loi connaît des limitations remettant en cause l'utilisation de ce type d'approche.

La première limitation est la non-prise en compte des séquences de chargement. En effet, quelques cycles à forte contrainte suivis de cycles à une contrainte inférieure sont plus endommageant que ces mêmes nombres de cycles dans l'ordre inverse [4], alors que la règle de Miner prédit le même dommage quelle que soit la séquence.

La deuxième limitation tient au fait que les cycles réalisés à une amplitude de contrainte inférieure à la limite d'endurance sont ignorés dans le calcul des endommagements partiels, ce qui peut entraîner une surestimation de la durée de vie dans le cas de chargements variables.

### 2.1.4 Différents modes de sollicitations

En propagation, la mécanique de la rupture différencie 3 modes de rupture élémentaires correspondant à différents déplacements relatifs des lèvres de la fissure (*Figure 3*).

Le mode I, généralement le plus dangereux, correspond à une sollicitation de traction, normale au plan de fissure.

Le mode II, correspond à une sollicitation de cisaillement, parallèle au plan de fissure et perpendiculaire au front de fissure.

Le mode III correspond à une sollicitation de cisaillement, parallèle au plan de fissure et parallèle au front de fissure.

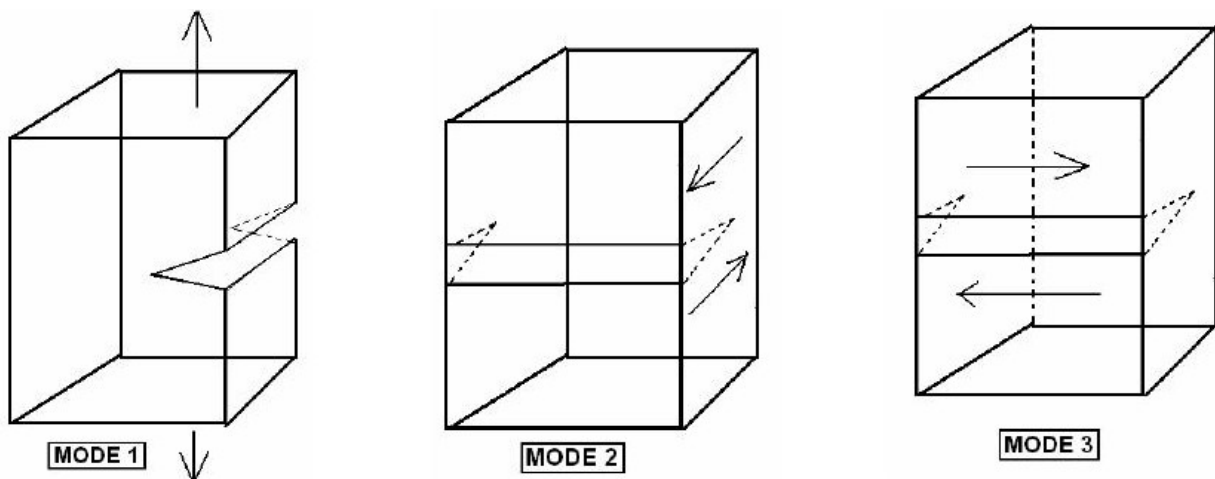


Figure 3 : Différents modes de sollicitations [5].

### 2.1.5 Coefficient de concentration de contrainte

Dans le cas des composants présentant des discontinuités géométriques (entailles, congés, trous,...) les fissures entraînant la rupture amorcent en général sur ces discontinuités. En effet, lorsque le composant est soumis à un chargement cyclique, ces discontinuités induisent des zones de concentration de contraintes, augmentant localement le niveau de contrainte par rapport aux contraintes loin des concentrateurs de contraintes.

Le coefficient de concentration de contrainte  $K_t$  est évalué en divisant la contrainte en fond d'entaille  $\sigma_{max}$  (estimée dans le domaine élastique) par la contrainte nominale  $\sigma_{nom}$  qui est la contrainte moyenne calculée dans la section résistante.

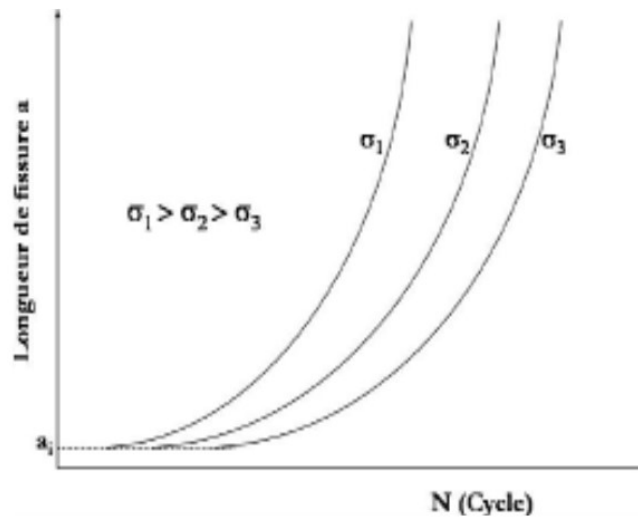
$$K_t = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{nom}}$$



La valeur du coefficient  $K_t$  peut être obtenue dans la littérature pour certaines géométries courantes, ou évaluée par des calculs éléments finis.

### 2.1.6 Courbes de propagation de fissures

La progression des fissures peut être étudiée en traçant la longueur de la fissure en fonction du nombre de cycles subis par l'éprouvette. Le nombre de cycles  $N$  sera généralement tracé sur une échelle logarithmique. La *Figure 4* représente un exemple de ce type de courbe pour trois niveaux de contraintes alternées. Cependant, les courbes d'avancée de la fissure en fonction du nombre de cycle restent dépendantes du type de chargement et de la géométrie de l'éprouvette. Ce type de courbe permet, à partir des valeurs de l'avancée de fissure  $a$ , d'obtenir les valeurs de la vitesse de propagation  $da/dN$  qui pourront être tracées en fonction de l'avancée de la fissure au cours de l'essai.

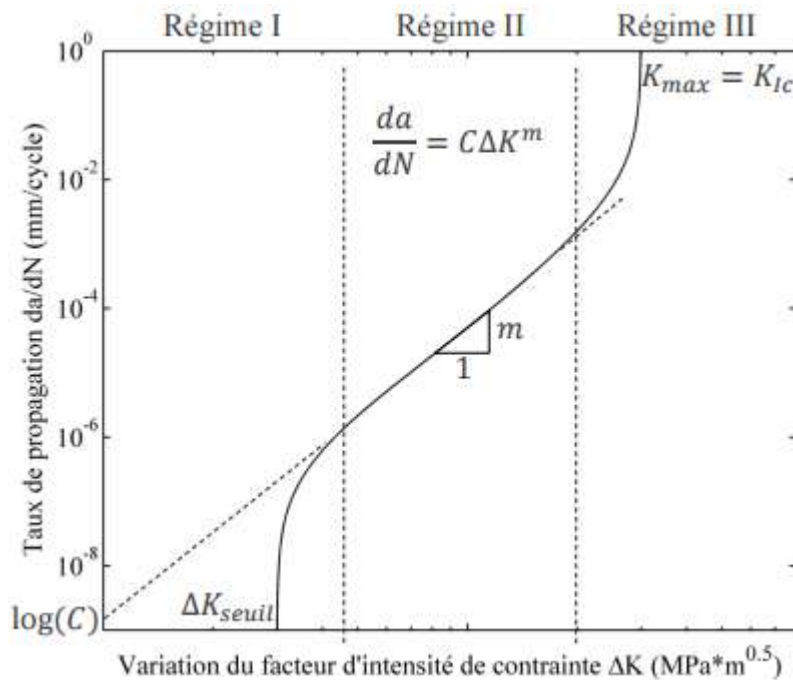


**Figure 4 : Exemple de courbe de propagation en fonction du nombre de cycle.**

Afin de s'affranchir de l'influence de la géométrie de l'éprouvette, Paris [6] a proposée l'utilisation du facteur d'intensité des contraintes (FIC)  $K$  pour tracer des courbes  $da/dN$  en fonction de l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$ . Le facteur  $K$  se définit par la relation suivante :

$$K = \beta S \sqrt{\pi a}$$

Avec  $\beta$  un facteur de correction géométrique,  $S$  la contrainte à l'infini et  $a$  la longueur de la fissure. Il est d'usage de tracer les vitesses de propagation de fissure exprimée comme l'incrément de longueur de fissure par cycle  $da/dN$  en fonction de  $\Delta K$  (différence  $K_{max}-K_{min}$ ). Un exemple est donné en *Figure 5* (en échelle bi-logarithmique). Cependant, l'utilisation de cette approche repose sur l'hypothèse que la zone plastifiée en pointe de fissure reste de dimension faible en comparaison avec les autres dimensions du problème, notamment de la longueur de fissure et de l'épaisseur.



**Figure 5 : Courbe de vitesse de propagation  $da/dn$   $\Delta K$  d'une fissure de fatigue [7].**

On distingue trois domaines différents dans la courbe de propagation des fissures longues de la [Figure 5](#):

- Régime I : domaine des vitesses de fissuration faibles. Dans ce domaine, les effets de l'environnement et de la microstructure sont prédominants. Pour décrire ce domaine, on réalise généralement des essais à  $\Delta K$  décroissant afin d'atteindre le domaine des faibles vitesses et pour déterminer la valeur de  $\Delta K_{seuil}$ .
- Régime II : domaine des vitesses moyennes aussi appelé domaine de Paris où la vitesse de propagation varie linéairement avec la valeur de  $\Delta K$  sur la représentation bi-logarithmique. La loi de Paris, qui sera présentée par la suite est valable dans ce domaine.
- Régime III : domaine des chargements élevés tels qu'une déchirure se produit en pointe de fissure. Les vitesses de propagation de la fissure augmentent alors très rapidement menant à la rupture très rapide du composant.

Comme introduit précédemment, le domaine II de la courbe peut être représenté par une relation empirique, la loi de Paris :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m$$

Pour cette loi,  $C$  et  $m$  sont des constantes dépendantes de plusieurs paramètres parmi lesquels le matériau, l'environnement ou le rapport de charge.

Cependant, la loi de Paris ne s'applique généralement pas dans les domaines I et III. D'autres auteurs ont proposé des lois, empiriques ou analytiques, pour décrire l'ensemble de la courbe de propagation. La loi de Forman par exemple permet de décrire les domaines II et III :

$$\frac{da}{dN} = \frac{C(\Delta K)^m}{(1-R)K_{IC} - \Delta K}$$

Les paramètres  $m$  et  $C$  sont ici des paramètres dépendant du matériau, mais différents des paramètres  $C$  et  $m$  de la loi de Paris. Cette loi présente de plus l'avantage de rendre compte de l'effet du rapport de charge.

Le domaine I peut quant à lui être décrit, par exemple par la relation proposée par Klesnil et Lukas [8], qui prend en compte le seuil de propagation :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K^m - \Delta K_{Seuil}^m)$$

Certains auteurs ont aussi proposé des lois permettant de couvrir intégralement la courbe de propagation. C'est notamment le cas de la loi de McEvily [9].

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K^2 - \Delta K_{Seuil}^2) \frac{(1 + \Delta K)}{K_c - K_{max}}$$

La loi NASGRO [10], développée à partir d'essais sur des éprouvettes en Ti-6Al-4V couvre elle aussi l'intégralité de la courbe :

$$\frac{da}{dN} = C \left[ \left( \frac{1-f}{1-R} \right) \Delta K \right]^n \frac{(1 - \frac{\Delta K_{Seuil}}{\Delta K})^p}{(1 - \frac{K_{max}}{K_{crit}})^q}$$

Cette formule nécessite la détermination de 4 constantes empiriques  $C$ ,  $n$ ,  $p$  et  $q$ . La constante  $n$  est identique à la constante  $m$  de la loi de Paris, contrairement à  $C$ . De plus, la fonction  $f$  présente dans l'équation traduit les effets d'ouverture. Cette fonction est dérivée des analyses de fermeture de fissures induite par plasticité développées par Newman [11].

A partir de ces différentes lois, il est ensuite possible de déterminer la durée de vie en fatigue par intégration. Ceci a par exemple été fait par Kaynak [12] pour la durée de vie en considérant uniquement les fissures longues (FL) :

$$N_{FL} = \int_{a_i}^{a_f} \frac{da}{C_{FL} \Delta K^{m_{FL}}}$$

Avec  $a_i$  la taille initiale de la fissure et  $a_f$  la taille critique de la fissure. De plus, Kaynak montre que pour une certaine taille de fissure initiale, (1mm pour l'acier EN7A de l'étude), la totalité de la durée de vie de l'échantillon peut être décrite par le comportement des fissures longues. Ainsi, la détermination des courbes  $da/dN$  par des essais de fissuration peut permettre de calculer la durée de vie d'un composant dans le cas où la phase de propagation est dominante. Ainsi cette détermination est souvent associée à une hypothèse de taille de défaut initial pour s'assurer que la durée de vie de la pièce se déroulera en propagation.

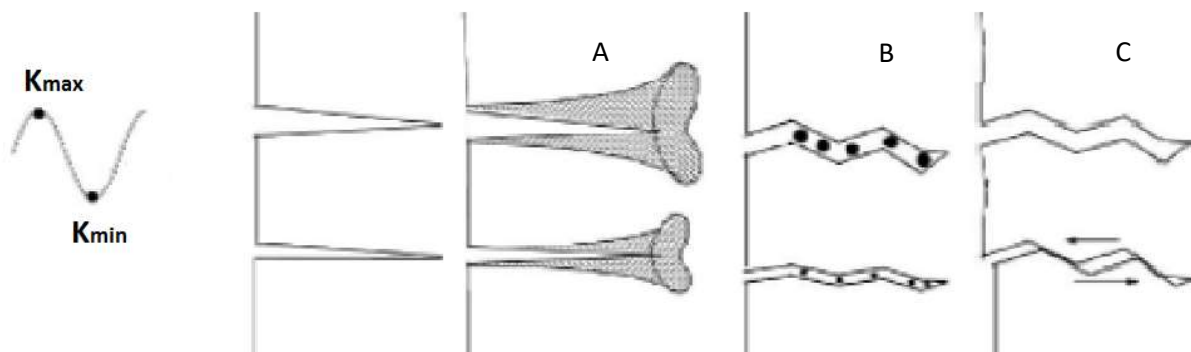
Les études de tolérance en dommage, menés dans le cadre de ce projet, seront réalisées sur des éprouvettes qui comportent une fissure initiale avant le début de l'essai. Ce type d'essai permet de déterminer la relation entre la variation du facteur d'intensité de contrainte et la vitesse de propagation de la fissure. Avec ces données, il est possible de déterminer la taille de défauts, détectables,  $a_{limite}$  dont on pourra garantir qu'ils n'entraîneront pas de rupture durant un intervalle de temps défini. En utilisant cet intervalle de temps pour espacer les inspections du composant, on peut garantir la survie du composant jusqu'à la prochaine inspection, si aucun défaut ne dépasse la valeur de  $a_{limite}$ .

### 2.1.7 Effets de fermeture de fissure

On parle d'effet de fermeture lorsque la fissure se referme, c'est-à-dire que les deux lèvres de la fissure rentrent en contact, avant que le chargement n'atteigne la charge minimale, et ce même à rapport de charge positif. Ce phénomène permet de rendre compte de l'influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation. Celui-ci a été proposé suite à la constatation de différence des vitesses de propagation des fissures dans un même matériau selon le rapport de charge de l'essai.

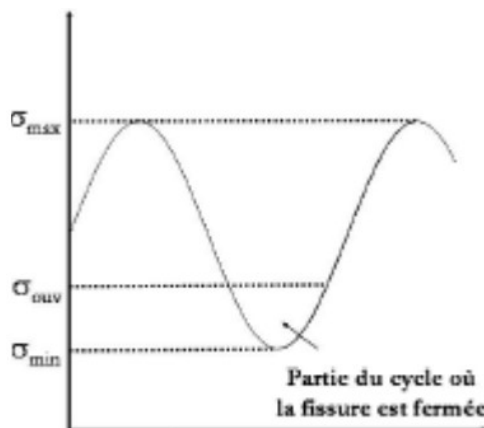
Elber [13], [14] met ce phénomène en évidence sur de l'aluminium 2024 en montrant que la fermeture apparait même dans le cas de cycles entièrement en traction sans charge nulle.

Sur la *Figure 6* on distingue les trois principaux mécanismes de fermeture : la fermeture induite par plasticité (A), la fermeture induite par oxydation des surfaces fissurées (B) et enfin la fermeture induite par la rugosité (C) [15]. Le type de chargement, la longueur de fissure, la microstructure et le comportement du matériau ou encore l'environnement sont autant de facteurs contrôlant le rôle respectif de chacun de ces mécanismes.



**Figure 6 : Principaux mécanismes de fermeture, par plasticité (A), par oxydation (B) et par rugosité (C) [15].**

Pour tous les mécanismes de fermeture, la fissure reste fermée sur une partie de sa longueur jusqu'à une certaine valeur de contrainte, appelée « charge d'ouverture » (*Figure 7*) et ce même lorsque l'éprouvette est globalement en traction. De ce fait, et en prenant en compte qu'il est généralement admis que la fissure ne peut se propager que lorsque son extrémité est ouverte, l'amplitude de chargement se trouve réduite de  $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$  à une valeur plus faible  $\Delta\sigma_{eff} = \sigma_{max} - \sigma_{ouv}$ .



**Figure 7 : Cycle de chargement tenant compte des effets de fermeture.**

L'amplitude du facteur d'intensité de contrainte efficace en pointe de fissure sera alors

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv}$$

Il est observé que lorsque les courbes de propagation de fissure sont exprimées en fonction de ce paramètre, l'effet du rapport de charge R s'estompe.

#### (a) Fermeture induite par plasticité

Lors de l'ouverture d'une fissure, une zone située en pointe de fissure subit une plastification. Ainsi durant la propagation, un sillage plastique se crée autour de la fissure. Au cours des cycles de chargement suivants, la décharge élastique génère des contraintes de compression sur ce sillage plastique. Ces contraintes de compression, lors de l'augmentation de la traction au cours d'un cycle, empêchent la fissure de s'ouvrir sous l'action du chargement extérieur.

#### (b) Fermeture induite par la rugosité

La fermeture induite par rugosité est un phénomène particulièrement lié à la microstructure du matériau étudié. Elle est causée par un chemin de fissuration très tortueux qui, associé à un micro déplacement des lèvres en mode II, fait perdre leur coïncidence aux surfaces de rupture. Cette perte de coïncidence entraîne une fermeture prématurée [16]. Ainsi comme cela sera vu par la suite ([2.3.2 Influence de la taille des éléments microstructuraux caractéristiques](#)), les microstructures présentant des surfaces fissurées à fortes rugosités seront plus sensibles à ce phénomène et donc présenteront des vitesses de propagation plus faibles.

#### (c) Fermeture induite par oxydation

Ce type de phénomène de fermeture trouve son origine dans la formation d'un film d'oxyde sur les surfaces fraîchement fissurées, film pouvant évoluer en débris. Cette couche pouvant atteindre une épaisseur du même ordre de grandeur que le déplacement des lèvres en pointes de fissure, elle empêche la refermeture complète des surfaces fissurées et donc modifie la cinétique de propagation.

## 2.2 Généralité sur le titane

### 2.2.1 Utilisation du titane

Le titane et ses alliages ont connu un essor important depuis la fin des années 40, dans un premier temps dans le domaine de l'aéronautique, avant de se généraliser dans des domaines plus variés tels que l'industrie chimique, l'industrie énergétique ou encore le secteur du biomédical pour sa forte biocompatibilité [17], [18].

L'emploi important du titane dans ces domaines s'explique par sa forte résistance spécifique (rapport résistance sur masse volumique [19]), alliée à une bonne résistance à la corrosion, une grande rigidité et, pour certains de ces alliages, les bonnes propriétés à très faibles températures (pour l'utilisation aérospatiale).

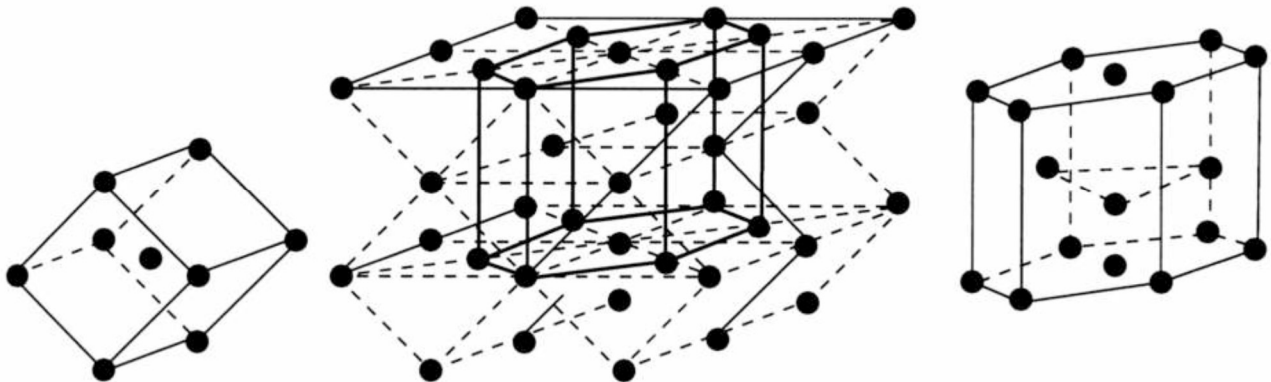
### 2.2.2 Type d'alliages de titane

#### (a) Les phases

Du fait d'une transformation allotropique, le titane peut se présenter sous deux phases cristallographiques différentes, à savoir la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$  :

- La phase  $\alpha$  possède une structure hexagonale compacte avec pour paramètre de maille  $a = 0.295 \text{ nm}$  et  $c = 0.468 \text{ nm}$ . Cette phase est stable à basse température.

- La phase  $\beta$  possède une structure cubique centrée, de paramètre de maille  $a = 0.332 \text{ nm}$  et est stable à haute température.



**Figure 8 : Schéma de Burgers (transformation  $\beta$  (c.c.) vers  $\alpha$  (h.c.) [20].**

La transition entre ces deux phases se fait à une température fixe, dépendante de la composition de l'alliage, appelée *transus beta* et notée  $T_\beta$ . Ainsi, pour  $T < T_\beta$  le titane sera composé de phase  $\alpha$  et pour  $T > T_\beta$  le titane sera composé de phase  $\beta$ . Dans le cas du titane pur, la température  $T_\beta$  est de  $882^\circ\text{C}$ .

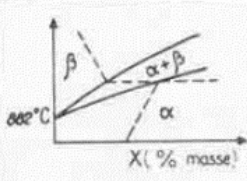
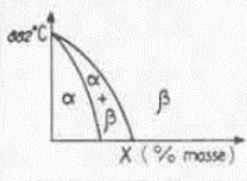
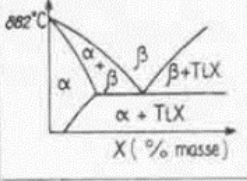
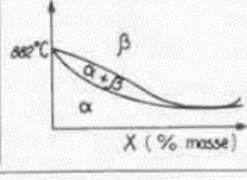
Lors de la transformation, les relations de Burger (*Figure 8*) sont vérifiées avec une correspondance entre le plan  $\{110\}$  de la phase  $\beta$  et le plan  $\{0001\}$  de la phase  $\alpha$  et entre le vecteur  $\langle 111 \rangle$  de la phase  $\beta$  et le vecteur  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  de la phase  $\alpha$  [21].

### **(b) Les éléments d'alliage**

Dans le cas des alliages de titane, les éléments d'alliage peuvent modifier la plage de stabilité relative des phases  $\alpha$  ou  $\beta$ . On peut donc classer les éléments d'alliage en 3 catégories :

- Les éléments alphas, qui favorisent la stabilité de la phase  $\alpha$  et augmentent donc la température  $T_\beta$ . On y trouve notamment Al, O, C et N
- Les éléments bêta, qui favorisent la stabilité de la phase  $\beta$  et donc diminuent la température  $T_\beta$ . On peut séparer les éléments bêta en deux catégories, les isomorphes (Mo, V, Nb, Ta) et les eutectoïdes (Cr, Fe, W, H, Cu, Si,..)
- Les éléments neutres, tels que Sn et Z qui provoquent un durcissement par solution solide, mais n'ont que peu d'influence sur  $T_\beta$ . Ces éléments sont solubles préférentiellement dans la phase  $\alpha$ .

Les catégories et effets des différents éléments d'alliages sont résumés dans le *Tableau 1*.

Éléments	Diagrammes d'équilibre (1)	Solutions solides d'insertion	Solutions solides de substitution
<b>Alphagènes</b>		O <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , B, C	Al
<b>Bêtagènes</b>	<b>isomorphes</b> 		Mo, V, Nb, Ta
	<b>eutectoïdes</b> 	H <sub>2</sub>	Mn, Fe, Cr, Co, W, Ni, Cu, Au, Ag, Si
<b>Neutres</b>			Sn, Zr,

(1) Les diagrammes complets des alliages Ti-Al, Ti-O, Ti-Mo, Ti-Nb et Ti-Zr, sont donnés dans l'article *Diagrammes d'équilibre: alliages binaires*.  
X = élément d'alliage du titane.

Tableau 1 Eléments d'alliages et leurs effets sur l'équilibre relatif des phases [22].

### (c) Les types d'alliages de titane

Selon les éléments d'additions présents dans l'alliage, on peut classer les alliages de titanes en 5 types. La classification des alliages dans ses différents types est fonction de la proportion d'éléments alphagènes et bêtagènes.

Cette classification se base sur le calcul de la teneur équivalente en Al pour les alphagènes et Mo pour les betagènes [23] selon les équations suivantes :

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{[Zr]}{6} + \frac{[Sn]}{3} + 10([O] + 2[N] + [C])$$

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + \frac{[V]}{1.5} + \frac{[Cr]}{0.6} + \frac{[Fe]}{0.35} + \frac{[Cu]}{1.3} + \frac{[Nb]}{3.6}$$

Ces quantités équivalentes permettent de calculer le rapport  $x = \frac{[Mo]_{eq}}{[Al]_{eq}}$  qui permettra d'effectuer le classement dans les différents types d'alliages de titane (Figure 9).

- Pour  $x \approx 0$  on parle d'alliages  $\alpha$ . Ces alliages ont une composition qui interdit la présence de phase  $\beta$  à l'ambiante. Ils présentent une bonne soudabilité ainsi qu'une très bonne résistance au fluage jusqu'à 550°C. Cependant ils sont peu forgeables et présentent une résistance à la traction moyenne. On trouve par exemple parmi ces alliages le TA5E.

- Pour  $0 < x < 0.3$  on parle d'alliages quasi  $\alpha$ . L'ajout d'une faible quantité d'éléments bêtagènes permet d'améliorer la résistance à la traction, sans détriment des caractéristiques à hautes températures. On peut citer le Ti 6242 ou l'IMI 685.
- Pour  $0.3 < x < 1.5$  il s'agit d'alliages  $\alpha/\beta$ . L'ajout d'une quantité de l'ordre de 5% d'éléments bêtagènes permet d'obtenir une phase  $\beta$  à température ambiante. Ces alliages répondent bien aux traitements thermiques, ont des propriétés en traction intéressantes et sont stables jusqu'à 450°C. Parmi ces alliages, on retrouve l'alliage TA6V, le titane le plus utilisé dans l'aéronautique, ou encore le Ti 6246.
- Pour  $1.5 < x < 3$ , il s'agit d'alliages quasi  $\beta$ . Ces alliages ont un taux suffisant d'éléments bêtagènes pour obtenir une phase  $\beta$  métastable à température ambiante. Le traitement thermique subit par ces alliages peut permettre de modifier la proportion de phase  $\beta$  à l'ambiante. Ces alliages présentent une excellente forgeabilité ainsi qu'une bonne résistance à température ambiante. Cependant leur résistance au fluage est plus faible que celle des alliages de type  $\alpha$ . Le Ti 17 ou le  $\beta$ CEZ sont des alliages quasi  $\beta$ .
- Pour  $x > 3$ , l'alliage est qualifié d'alliage  $\beta$ . Dans ces alliages, la phase  $\beta$  est thermodynamiquement stable, ce qui ne permet pas d'obtenir le durcissement permis par la présence de la phase  $\alpha$ , il en découle des propriétés mécaniques limitées en température et en fatigue. Cependant, leur résistance à la traction élevée peut être intéressante. On trouve dans ces alliages le Ti 10-2-3 par exemple.

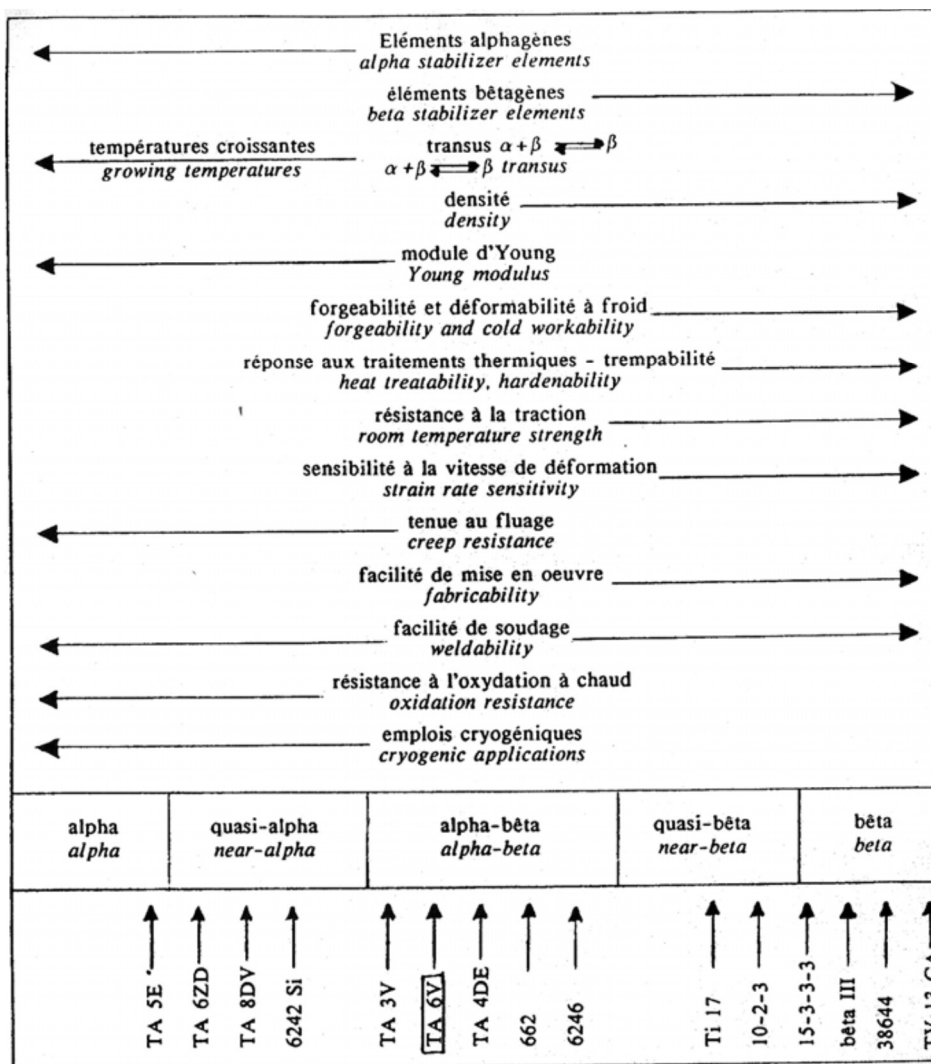


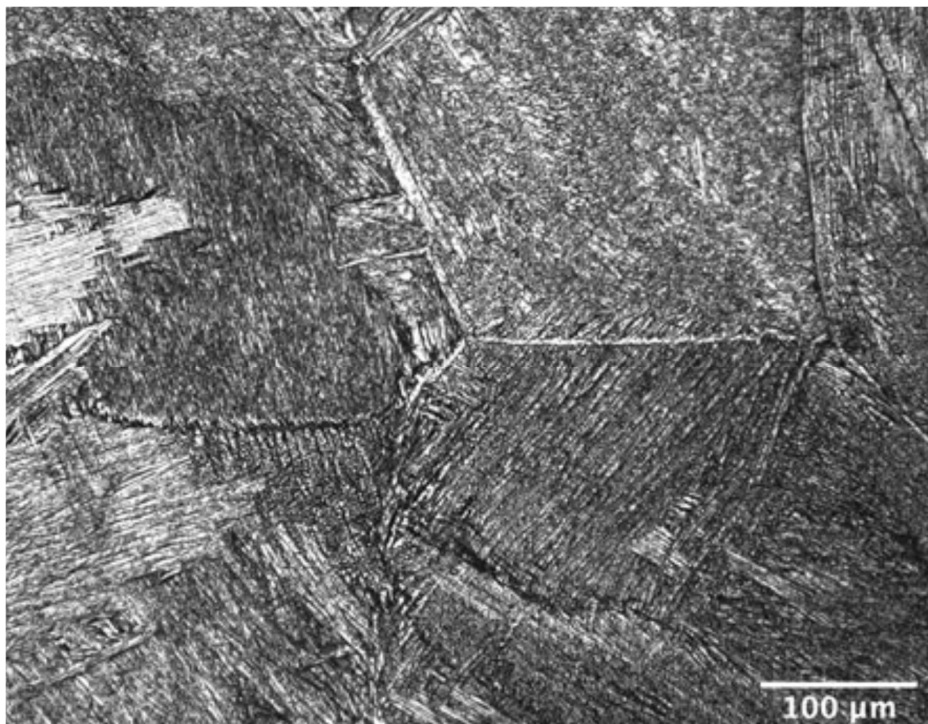
Figure 9 : Synthèse des types d'alliages [24].



### 2.2.3 Type de microstructures

On observe plusieurs typologies de microstructures en fonction de la composition chimique de l'alliage ainsi que des différents traitements thermomécaniques subis par le matériau. Ces microstructures sont décrites ci-dessous.

La microstructure aciculaire, aussi dite « de Widmanstätten », est entièrement composée d'aiguilles ou de lamelles  $\alpha$ , dans une matrice  $\beta$ . Cette structure peut s'obtenir par traitement thermique, à l'aide d'un refroidissement à partir de températures supérieures à  $T_{\beta}$ . La vitesse de refroidissement influe sur l'épaisseur des aiguilles qui peuvent prendre la forme de lamelles si le refroidissement est assez lent. On parle alors de structure lamellaire. Dans le cas de ces microstructures, les lamelles s'organisent en ensemble de lamelles parallèles, appelés colonies. Lors du refroidissement à partir de température supérieures à  $T_{\beta}$ , plusieurs colonies de lamelles peuvent apparaître dans un même ex-grain  $\beta$ .



**Figure 10 : Microstructure lamellaire de TA6V ELI [25].**

La microstructure équiaxe, est composée de grain  $\alpha$  avec la présence éventuelle de phase  $\beta$  résiduelle. Cette microstructure s'obtient à l'aide d'un traitement thermomécanique réalisé dans le domaine  $\alpha+\beta$ . Une structure initialement lamellaire peut, par exemple, subir le traitement décrit dans la [Figure 11](#), issue de la thèse de Dumanowski [26], afin d'obtenir une microstructure équiaxe, schématisée sur la [Figure 12](#).

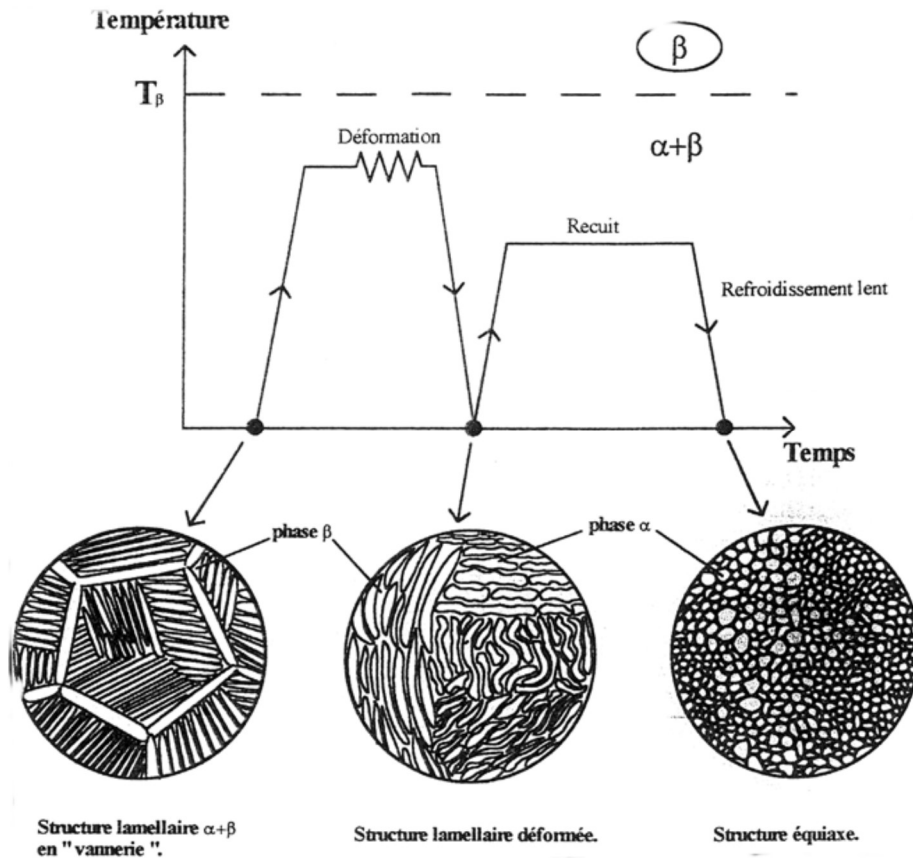


Figure 11 : Traitement thermomécanique afin d'obtenir une microstructure équiaxe [26].

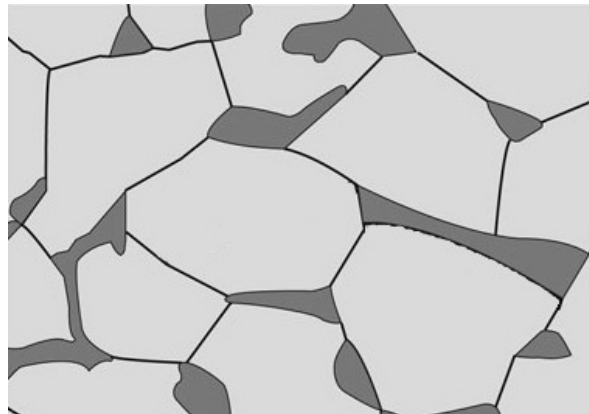


Figure 12 : Schéma d'une microstructure équiaxe (nodule  $\alpha$  en gris clair, phase  $\beta$  résiduelle en gris foncé).

Enfin, pour certains alliages, le traitement thermomécanique peut entraîner la présence des deux microstructures (Figure 13), équiaxe et lamellaire. On parle dans ce cas de microstructure duplex ou bimodale, composée de nodule  $\alpha$  et de lamelles  $\alpha$  dans une matrice  $\beta$ .

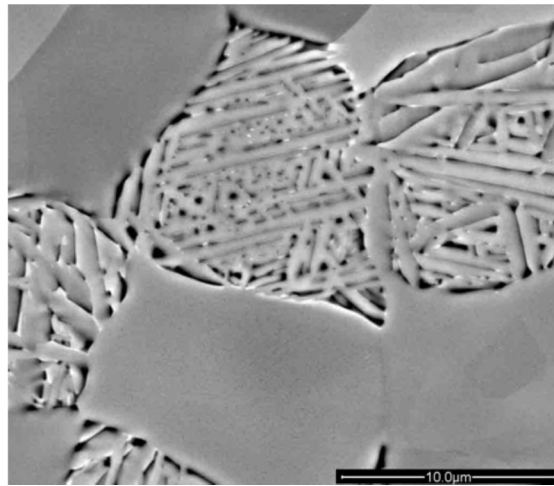


Figure 13 : Structure bimodale du TA6V [27].

La Figure 14 illustre le traitement thermique utilisé par Krüger [28] pour obtenir une microstructure bimodale dans le cas du Ti-6-22-22-S, tandis que la Figure 15 présente la microstructure obtenue.

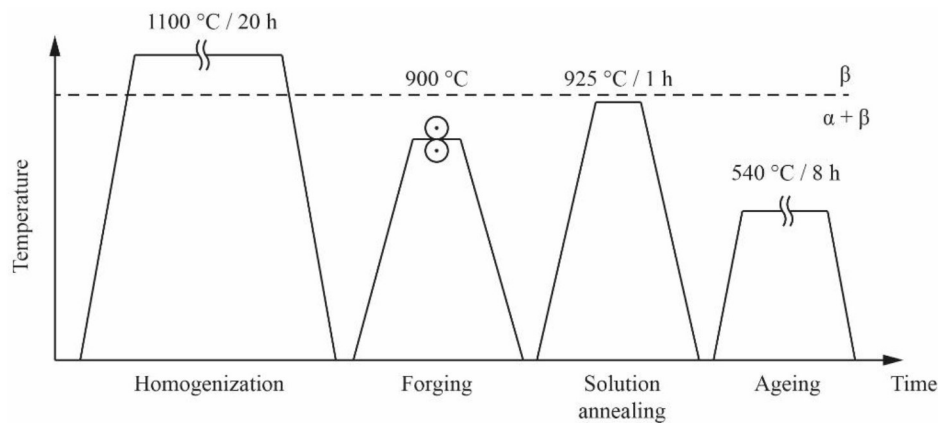


Figure 14 : Traitement thermique pour obtenir une microstructure bimodale [28].

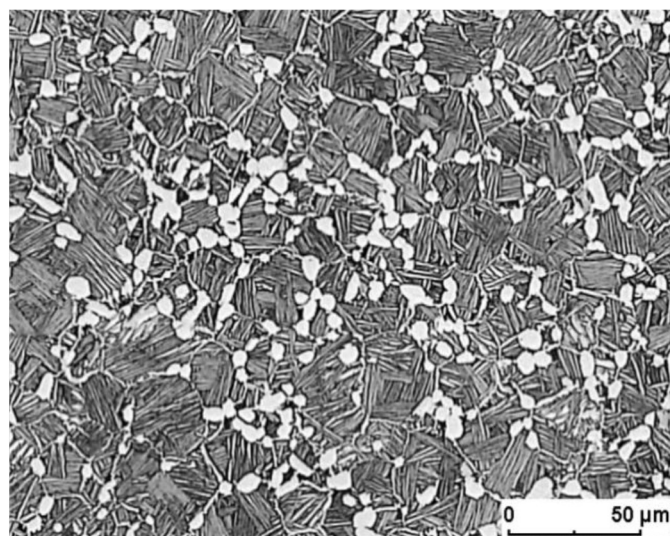
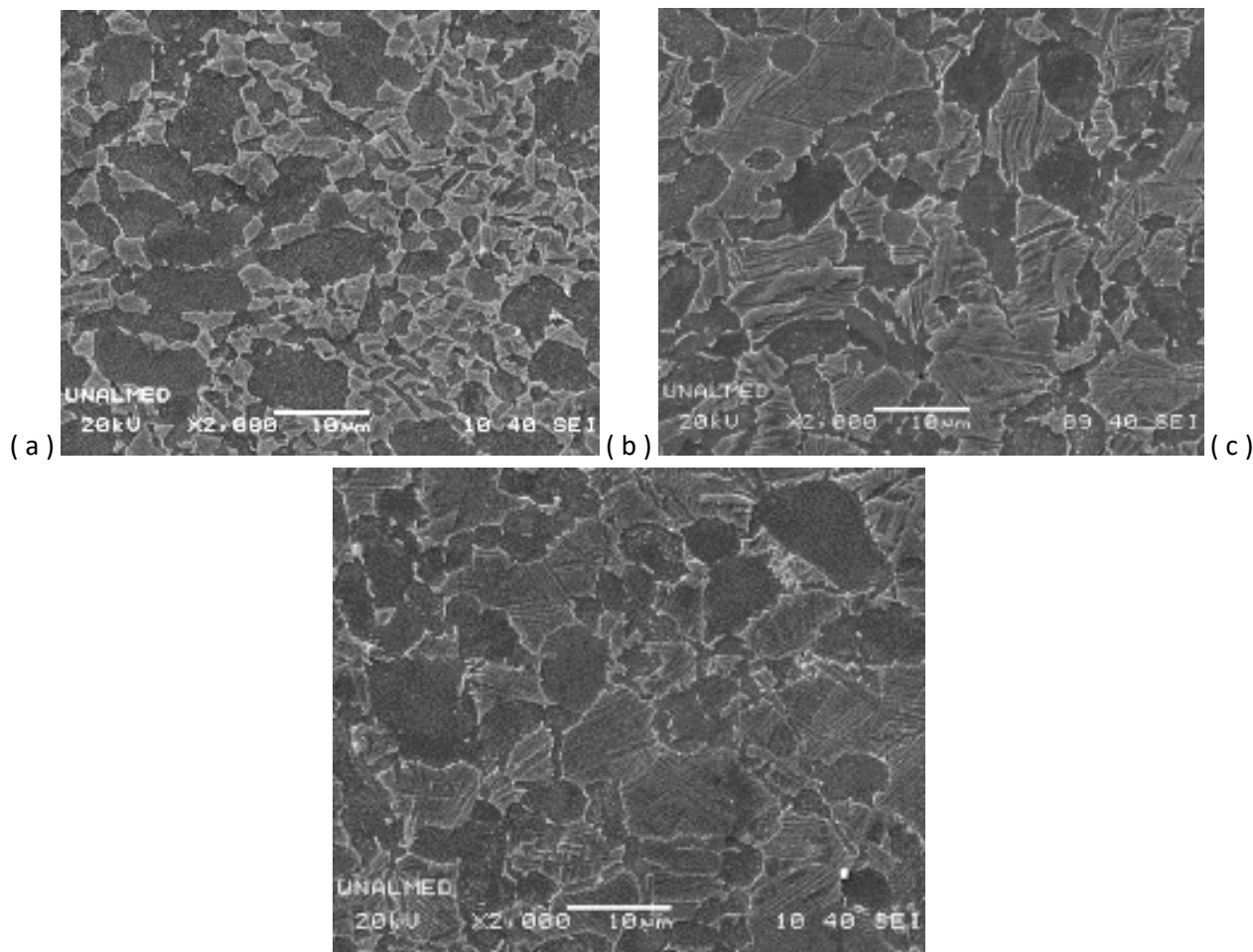


Figure 15 : Microstructure bimodale du Ti-6-22-22-S [28].

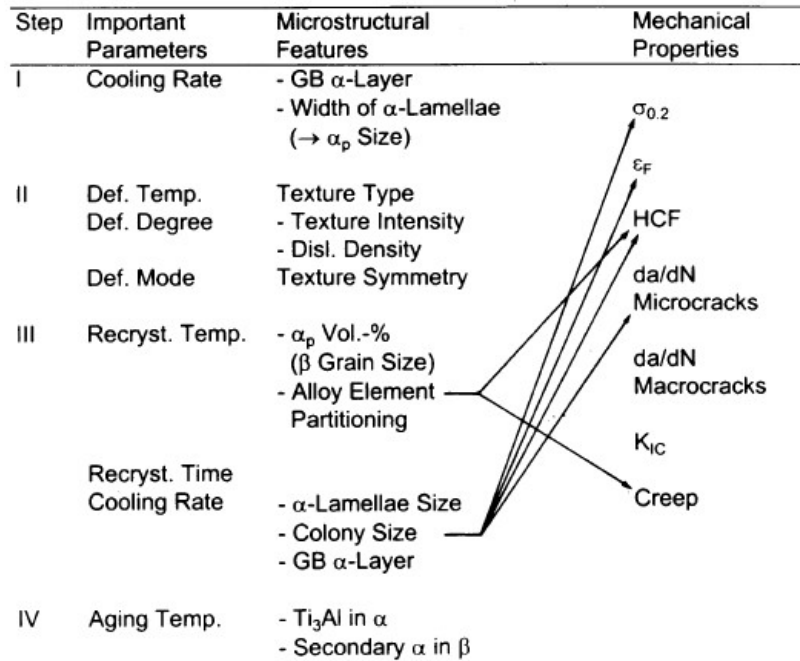
Maya-Johnson et Lopez [29] ont étudié l'influence de la vitesse de refroidissement sur la tenue à la corrosion. Bien que l'étude des propriétés de résistance à la corrosion ne soit pas au cœur de la présente étude, cet article présente les différences microstructurales induites par ces différentes vitesses de refroidissement.

Ces refroidissements ont été réalisés, depuis le domaine  $\alpha+\beta$ , dans de l'argile pour un refroidissement lent, de l'air et enfin de l'eau pour un refroidissement rapide. On constate sur la *Figure 16* que, dans tous les cas, compte tenu d'un traitement au-dessous de la  $T_\beta$ , la microstructure observée est bimodale, toute la phase  $\alpha$  n'ayant pas été transformée pendant le maintien en température. Pour les refroidissements rapides à l'eau (*Figure 16c*) et à l'air (*Figure 16b*), les différences sont faibles, avec une proportion d'environ 60% de microstructure lamellaire. A contrario, dans le cas du refroidissement lent (*Figure 16a*), la proportion de microstructure lamellaire est clairement plus faible, la vitesse de refroidissement plus faible permettant une croissance plus importante des grains  $\alpha$



**Figure 16 : Microstructures du TA6V ELI après forge  $\alpha+\beta$  et refroidissement lent (a), intermédiaire (b) et rapide (c)[29].**

L'influence des différents paramètres du traitement thermique utilisé pour obtenir une microstructure bimodale a notamment été étudiée par Lütjering [30]. Les résultats obtenus sont résumés dans la *Figure 17*. On note que l'étape de recristallisation semble être une des étapes les plus importantes dans l'obtention de la microstructure ciblée. De plus, aucune étape du traitement thermique n'est identifiée comme influant sur la vitesse de propagation macroscopique des fissures ou sur la ténacité.



**Figure 17 : Influence des paramètres de traitement thermique sur les paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques [30].**

### 2.3 Lien entre microstructure et fissuration pour les alliages de titane

L'influence de la microstructure sur la tenue en fatigue d'alliages de titane a été étudiée de façon importante dans la bibliographie, en particulier sur le très utilisé alliage Ti-6Al-4V.

#### 2.3.1 Forgeage et traitements thermiques

L'influence des conditions de forgeage et de traitement thermique a notamment été étudiée par Irving ou Hadj Sassi, [33], [34]. En comparant plusieurs microstructures, ces auteurs montrent que les microstructures lamellaires, obtenues par traitement thermique dans le domaine  $\beta$ , présentent, dans le domaine de Paris, une meilleure résistance à la propagation des fissures de fatigue que les microstructures équiaxes. De plus, ils mettent en évidence une valeur plus élevée du seuil de propagation des fissures pour les microstructures lamellaires (*Figure 18*).

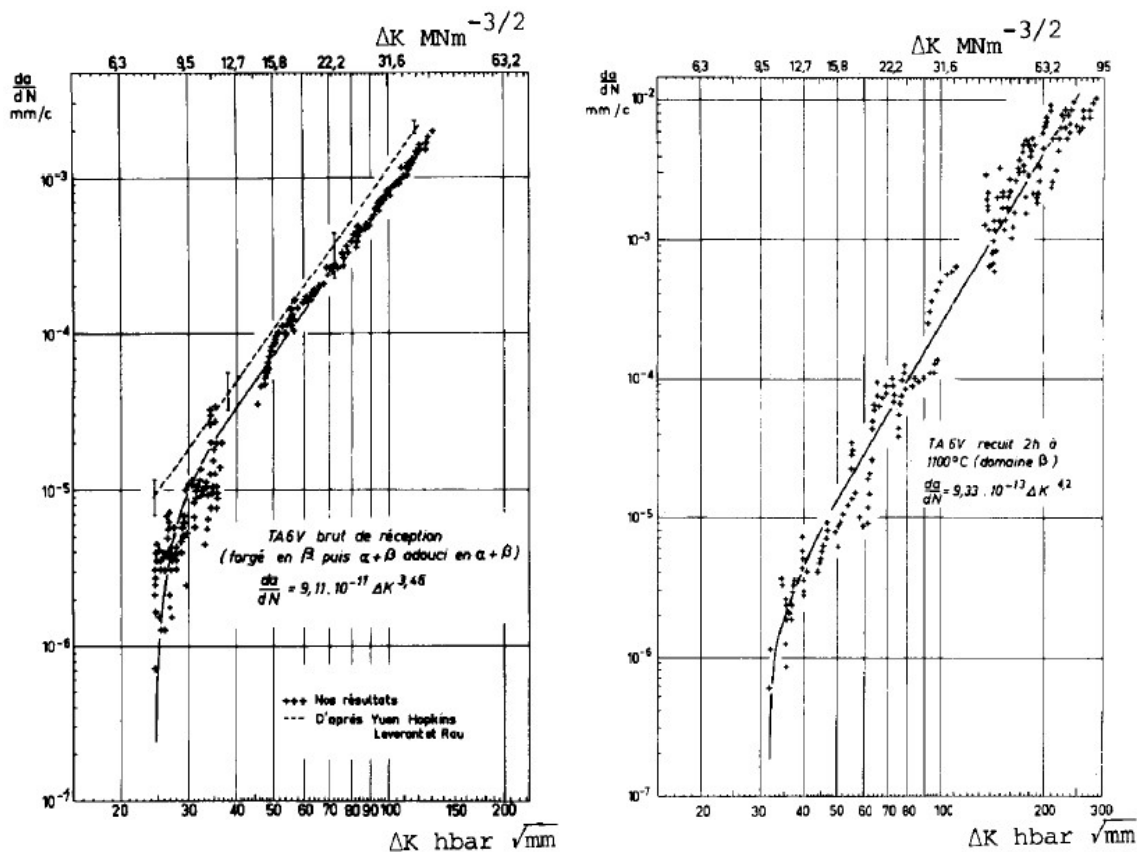


Figure 18 : Courbes de fissuration  $da/dN$   $\Delta K$  de l'alliage TA6V, traité  $\alpha + \beta$  et traité  $\beta$ , essais à 20°C [34].

Ces résultats sont confirmés par Nalla et al [35], qui comparent deux microstructures différentes : lamellaire et bimodale, issues de la même billette. Ces études confirment que la microstructure lamellaire présente une meilleure résistance à la propagation de fissure que la microstructure bimodale. Par exemple, la [Figure 19](#) montre que le seuil de propagation est plus faible et les vitesses de propagation plus fortes dans le cas de la microstructure bimodale et ce pour les trois rapports de charge étudiés. Ceci est expliqué par la plus grande rugosité des surfaces de ruptures dans le cas de la microstructure lamellaire, entraînant une augmentation des effets de fermeture, augmentation validée par la mesure.

Cependant, il peut être noté que même pour un rapport de charge  $R = 0,8$  une différence notable existe entre les deux microstructures, traduisant un effet intrinsèque de la microstructure, indépendant des effets de fermetures, limité, voire nuls, pour des rapports de charge aussi élevés

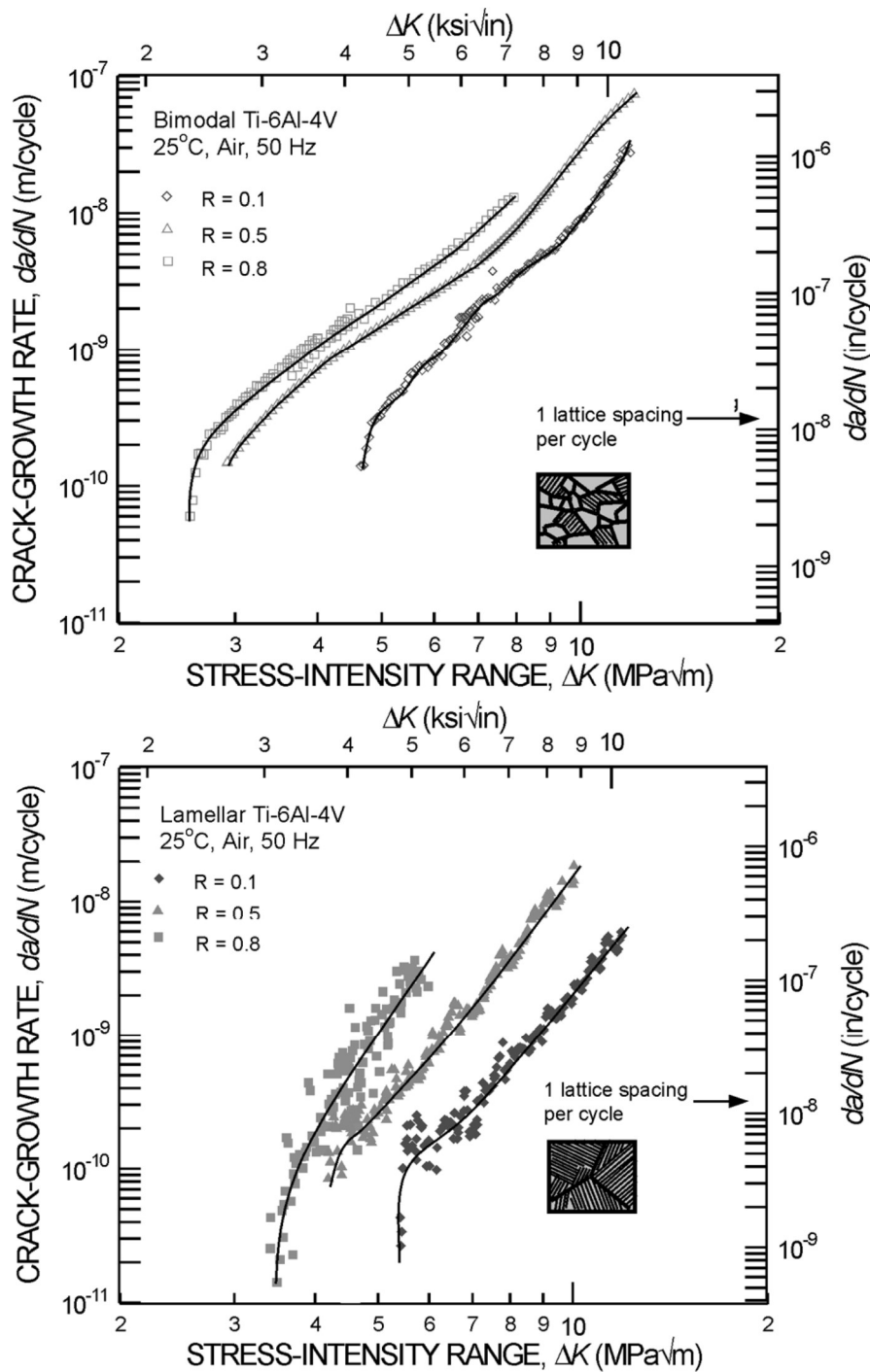


Figure 19 : Comparaison entre microstructure lamellaire et bimodale de l'alliage TA6V, essais à 25°C [35].

Cependant, ces résultats se limitent à la sollicitation de mode I. En effet, les études réalisées avec des sollicitations mixtes en mode I + mode II [36], [37] montrent que les différences de seuil de propagation entre la microstructure lamellaire et bimodale diminuent quand la part de mode II augmente. Dans certains cas (faible R et forte composante de mode II), le seuil de propagation peut même devenir plus faible pour la microstructure bimodale.

L'influence des domaines de forgeage et des traitements thermiques, sur les caractéristiques mécaniques monotones et en fatigue, a été étudiée par Laziou [38] sur du TA6V. Les différentes conditions de forgeage et traitements réalisés sont présentés sur le [Tableau 2](#).

On constate dans un premier temps que les matériaux forgés ou traités  $\beta$  (pancakes n°1, 2, 6, 7, coulée Messier et Titeck) présentent des caractéristiques mécaniques ( $R_m$ ,  $R_{0.2}$ , A% et  $\Sigma\%$ ) plus faibles que les forgés  $\alpha + \beta$  (pancakes n°3, 4 et 5). On peut aussi constater que le refroidissement rapide à l'eau génère de meilleures propriétés de résistance ( $R_m$ ,  $R_{0.2}$ ). De même, un corroyage plus important (taux de corroyage de 25% hors pancake 7 et 9 qui présentent un taux de corroyage de 50%) permet aussi d'améliorer les propriétés de résistance au détriment des propriétés de ductilité A% et  $\Sigma\%$ .

Repère	Histoire métallurgique	R MPa	R 0,002 MPa	A %	$\Sigma$ %
Pancake 1	Forgeage à 1050 °C - Ref. air + recuit à 730 °C	925	856	8,3	19,5
Pancake 2	Forgeage à 1050 °C - Ref. eau + recuit à 730 °C	975	900	9,5	19
Pancake 3	Forgeage à 980 °C - Ref. air + recuit à 730 °C	930	870	10,5	29,5
Pancake 4	Forgeage à 940 °C - Ref. air + recuit à 730 °C	930	890	10,5	39
Pancake 5	Forgeage à 940 °C - Ref. air + TE 960 °C + recuit à 730 °C	935	890	13	47
Pancake 6	Forgeage à 940 °C - Ref. air + TE 1025 °C + recuit à 730 °C ( $\beta$ STOA)	976	919	7,3	13,4
Pancake 7 (corroyage 50%)	Forgeage à 1050 °C - Ref. eau + recuit à 730 °C	992	939	7,5	16,2
8	Etat pancake 1 + trempe air 1025 °C + recuit à 730 °C	916	833	7,8	24,2
9	Etat pancake 7 + trempe eau 1025 °C	1093	965	3,3	10,5
Coulé Messier	Recuit à 730 °C	930	826	6,7	14
	Trempe eau 1025 °C + recuit à 730 °C ( $\beta$ STOA)	1045	982	3	10,3
Coulé Titeck	Recuit à 730 °C	1007	927	8,8	21,6
	Trempe eau 1025 °C + recuit à 730 °C ( $\beta$ STOA)	1107	1052	4,4	8,5

**Tableau 2 : Influence des conditions de forgeage et traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de l'alliage TA6V à 20°C [36].**

La ténacité et les paramètres de la loi de Paris ont aussi été évalués pour différents états métallurgiques. Les valeurs de ténacité et les exposants « m » de la loi de Paris sont présentés, lorsque disponibles, dans le [Tableau 3](#). On observe que les valeurs de ténacité sont plus faibles pour les traitements  $\alpha\beta$ , alors que les exposants  $m$  de la loi de Paris sont plus forts, traduisant une propagation des fissures plus rapide pour les états  $\alpha\beta$  que pour les  $\beta$ .

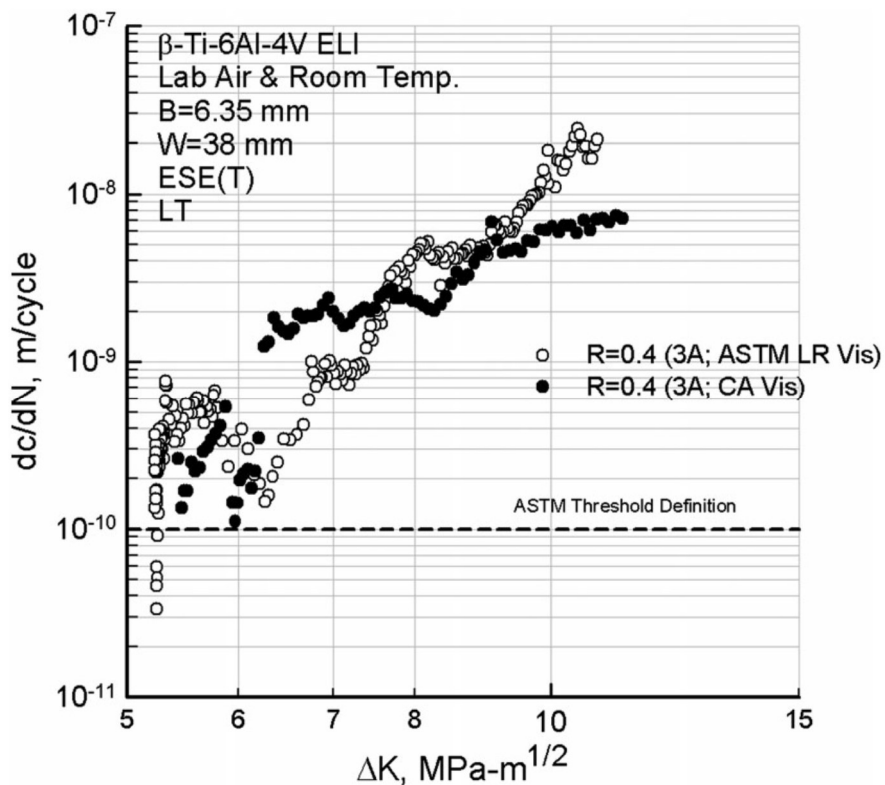


Matériau	Ténacité ( $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ )	Exposant m de la loi de Paris	Type de forgeage/traitement
Pancake 1	86	2.3	$\beta$
Pancake 2	79.1	3	$\beta$
Pancake 3	81.3	1.9	Transition $\alpha+\beta \rightarrow \beta$
Pancake 4	71.2	3.2	$\alpha+\beta$
Pancake 5	69.9	4.8	$\alpha+\beta$
Pancake 6	81.3	1.9	$\beta$
Pancake 7	70.2	1.4	$\beta$
Coulée Messier recuit	-	2.2	$\beta$
Coulée Messier traité $\beta$	-	1.7	$\beta$
Coulée Titeck recuit	-	3	$\beta$
Coulée Titeck traité $\beta$	-	2.1	$\beta$

**Tableau 3 : Valeurs de ténacité et exposant de la loi de Paris de l'alliage TA6V à 20°C [38].**

Walker et al [39] ont déterminé, sur un alliage TA6V ELI ayant subi un recuit dans le domaine  $\beta$ , une valeur du seuil de propagation comprise entre  $\Delta K=6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  et  $\Delta K=7\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour un rapport de charge  $R=0.1$  et entre  $\Delta K=4.38\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  et  $\Delta K=5.25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour  $R=0.4$ .

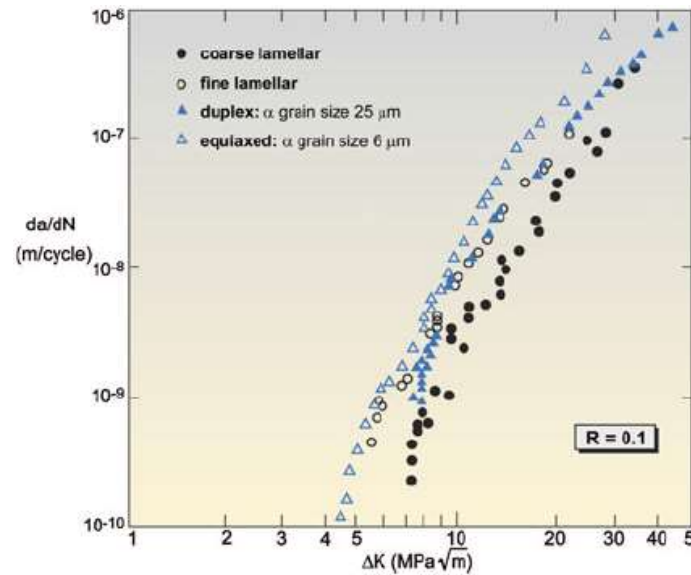
Ils observent aussi que la limite de vitesse de propagation fixée par l'ASTM E647 [40] pour la définition du seuil de propagation ne permet pas d'obtenir le plus bas seuil de propagation possible (Figure 20). En effet, en poursuivant la sollicitation après la limite définie par l'ASTM ( $10^{-10}$  m/cycle), la vitesse de propagation augmente légèrement avant de diminuer vers un nouveau seuil qui semble plus marqué que le précédent.



**Figure 20 : Courbe de propagation à  $R=0.4$  dans un alliage TA6V ELI traité  $\beta$  [39].**

### 2.3.2 Influence de la taille des éléments microstructuraux caractéristiques

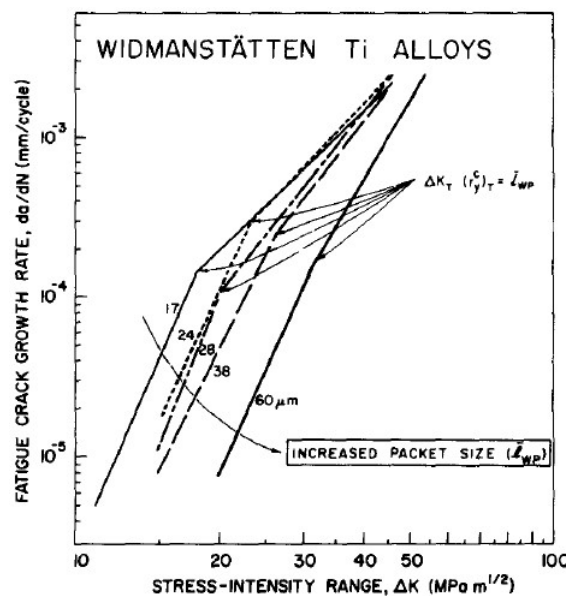
Les effets de la taille des grains de la microstructure sur la vitesse de propagation des fissures sont étudiés par Lütjering et al [41] qui comparent notamment deux tailles de colonies de lamelles dans le cas de microstructures lamellaires. La *Figure 21* permet de constater que les microstructures fines présentent une plus faible résistance à la propagation de fissures.



**Figure 21 : Influence de la microstructure et de la taille de la microstructure (taille de grain  $\alpha$  ou de colonie de lamelles) pour un alliage TA6V [41].**

Qiu [42] montre sur des alliages de type Ti624x (x=2, 4 ou 6) traités  $\beta$  que la résistance à la propagation de fissures augmente avec la taille des colonies de lamelles.

L'influence de la taille des colonies de lamelles est étudiée en fatigue par Yoder [43] sur des alliages TA6V et Ti-8Al-1Mo-1V. Ces études montrent que l'augmentation de la taille moyenne des colonies de lamelles (de 17 $\mu\text{m}$  à 38 $\mu\text{m}$  pour l'alliage TA6V et 60 $\mu\text{m}$  pour l'alliage Ti-8Al-1Mo-1V) permet une réduction importante des vitesses de propagation des fissures (*Figure 22*).



**Figure 22 : Influence de la taille des colonies sur les vitesses de propagations [43].**

Une explication à la meilleure résistance à la fissuration mis en avant par les études citées plus haut lorsque la taille des colonies augmente est donnée par Eylon [44]. Pour les titanes traités  $\beta$ , il montre que, dans un même ex-grain  $\beta$ , toutes les colonies de lamelles  $\alpha$  tendent à fissurer selon le même plan cristallographique. En effet, la transformation de l'ex grain  $\beta$  en colonies de lamelles  $\alpha$  suit les relations de Burgers précédemment citées dans ce document. Ainsi la probabilité que plusieurs colonies issues d'un même ex-grain  $\beta$  partagent des plans de fissuration préférentiels est forte, créant ainsi des facettes sur les surfaces de rupture. De ce fait, lorsque les ex-grains  $\beta$  sont de tailles plus importantes, la progression d'une fissure se trouve ralentie car ces facettes peuvent éloigner, à l'échelle microscopique, le chemin de propagation de la fissure du plan de propagation macroscopique. Le chemin de fissuration devient plus tortueux (*Figure 23*), ainsi la vitesse de propagation apparente, qui elle est estimée dans le plan de propagation est donc plus faible.

Une autre explication à la meilleure résistance à la fissuration des microstructures à forte rugosité est l'apparition de sollicitation en mode II du fait de la déviation par rapport au plan de propagation macroscopique, le mode II étant connu pour présenter de plus faibles vitesses de propagation que le mode I.



**Figure 23 : Surface de fissure de l'alliage TA6V ELI traité  $\beta$  [45].**

### 2.3.3 Propagation sensible et insensible à la microstructure

Il a été observé à plusieurs reprises dans la littérature [33], [43], [46] une transition entre deux régimes de propagation sur la courbe  $da/dN-\Delta K$ . Dans un premier temps, pour des faibles  $\Delta K$  et de faibles vitesses, la propagation est sensible à la microstructure. Puis au-delà d'une valeur de  $\Delta K$  de transition, notée  $\Delta K_T$ , la propagation devient insensible à la microstructure.

Cette transition se traduit par une inflexion de la courbe de vitesse de propagation de la fissure au-delà de  $\Delta K_T$ . Cet effet a été observé aussi bien en comparant différents types de microstructures [33] qu'en comparant différentes tailles de colonies dans une microstructure lamellaire [46]. Ainsi, pour différentes tailles de colonies, on observe sur la *Figure 24* que les courbes de vitesses de propagation tendent à se rejoindre lorsque  $\Delta K$  augmente au-delà de  $\Delta K_T$ , effet aussi visible sur la *Figure 22* et sur la *Figure 25*.

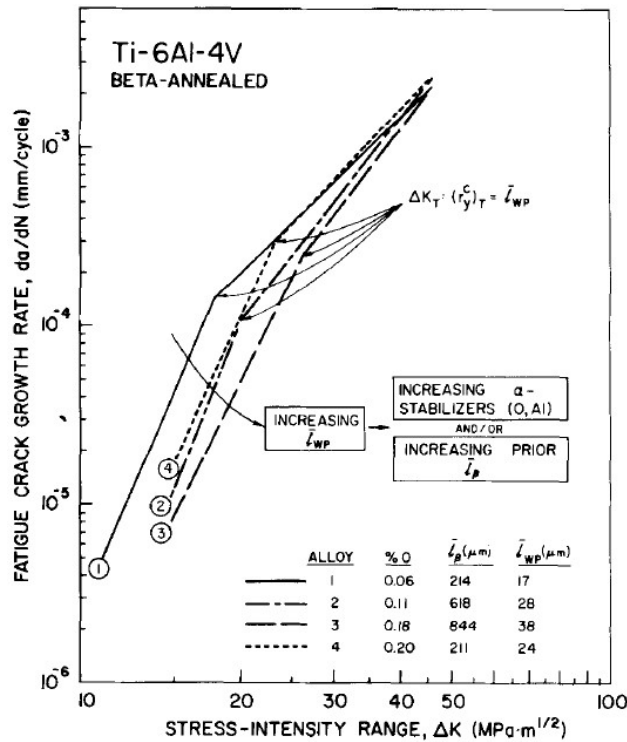


Figure 24 : Mise en évidence d'une transition entre régime de propagation sensible puis insensible à la microstructure pour différentes tailles de microstructure (variation du taux d'oxygène, de la taille des grains  $\beta$  et des colonies de lamelles) [46].

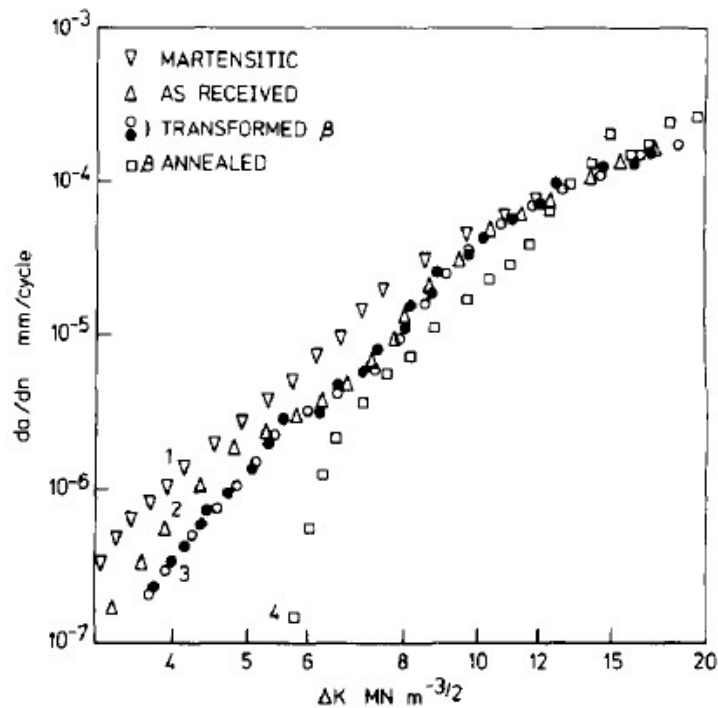


Figure 25 : Mise en évidence d'une transition entre régime de propagation sensible puis insensible à la microstructure pour différents types de microstructure [33].

Yoder [43], propose une explication à ce phénomène en constatant que la transition entre ces deux régimes se produit lorsque la taille de zone plastique cyclique atteint la taille des colonies. En effet, il explique que lorsque la zone plastique cyclique est plus grande que les colonies, plusieurs colonies doivent se déformer

ensembles. De ce fait, les bifurcations dans la propagation de la fissure sont réduites et donc ne permettent plus de réduire la vitesse macroscopique de propagation de fissures.

### 2.3.4 Influence du rapport de charge

Dans une étude sur l'alliage TA6V, Sinha [13], [14][47] montre que les effets de fermeture induisent des différences dans les vitesses de propagation pour des rapport de charge variant de 0.1 et 0.8. En effet, les vitesses de propagation obtenues pour  $R=0.8$  sont sensiblement plus élevées que pour  $R=0.1$ . Cependant, en considérant la valeur de  $\Delta K$  effectif ( $\Delta K$  entre la charge maximale et la détection de la fermeture), on constate que les vitesses de propagation se superposent (Figure 26).

Deux éléments doivent donc être pris en considération lors d'une étude sur la fissuration : premièrement l'effet de fermeture est plus important lorsque le rapport de charge est faible et deuxièmement le fait que la fermeture provoque une diminution des vitesses de propagation des fissures.

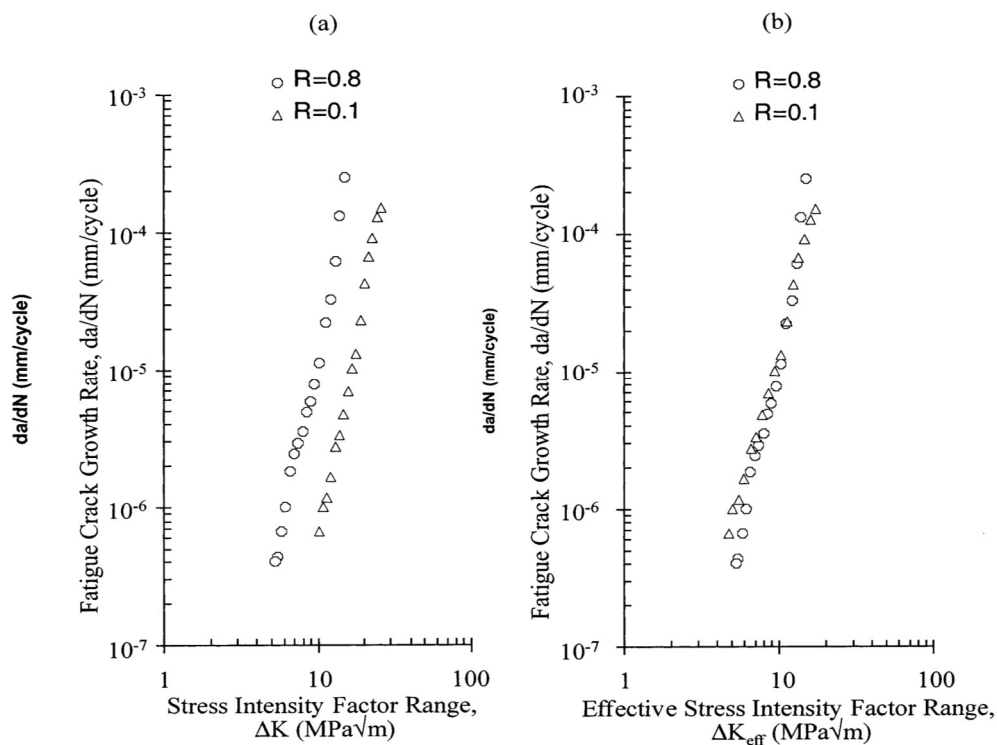


Figure 26 : Effet du rapport de charge sur les vitesses de propagation dans un alliage TA6V [47].

L'influence du rapport de charge a aussi été vérifiée par Kruger [28] sur 2 microstructures différentes de l'alliage Ti-6-22-22-S. La Figure 27 montre notamment des valeurs de seuil de propagation plus faibles et des vitesses de propagation qui augmentent lorsque le rapport de charge augmente. Ainsi, dans le cas de la microstructure lamellaire, les vitesses de propagation sont d'un ordre de grandeur supérieures pour  $R=0.5$  que pour  $R=0.1$ .

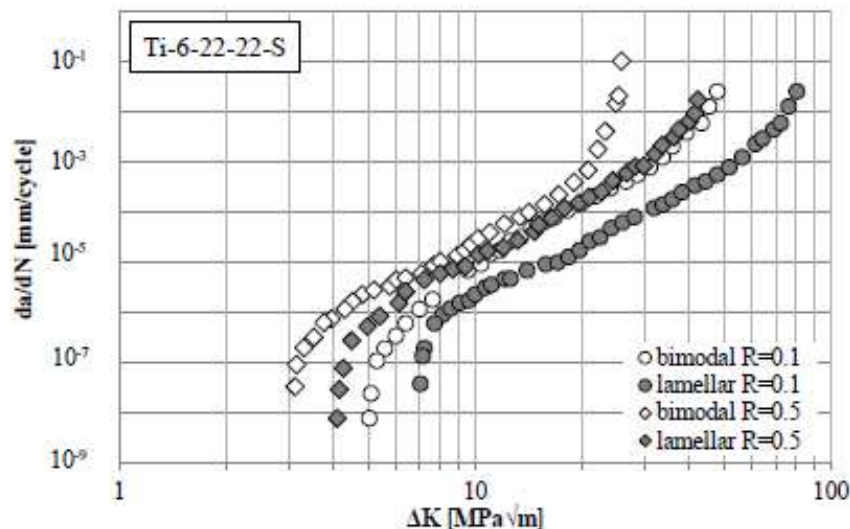


Figure 27 : Influence du rapport de charge sur le Ti-6-22-22-S [28].

Ono et al [48] ont quant à eux étudié l'effet du rapport de charge sur la durée de vie dans un alliage TA6V ELI équiaxe forgé dans le domaine  $\alpha + \beta$ . Ils ont montré que, à 20 et  $-196^\circ\text{C}$ , pour une même amplitude de charge, la résistance en fatigue diminue quand le rapport de charge augmente, à  $20^\circ\text{C}$  (Figure 28) comme à  $-196^\circ\text{C}$ .

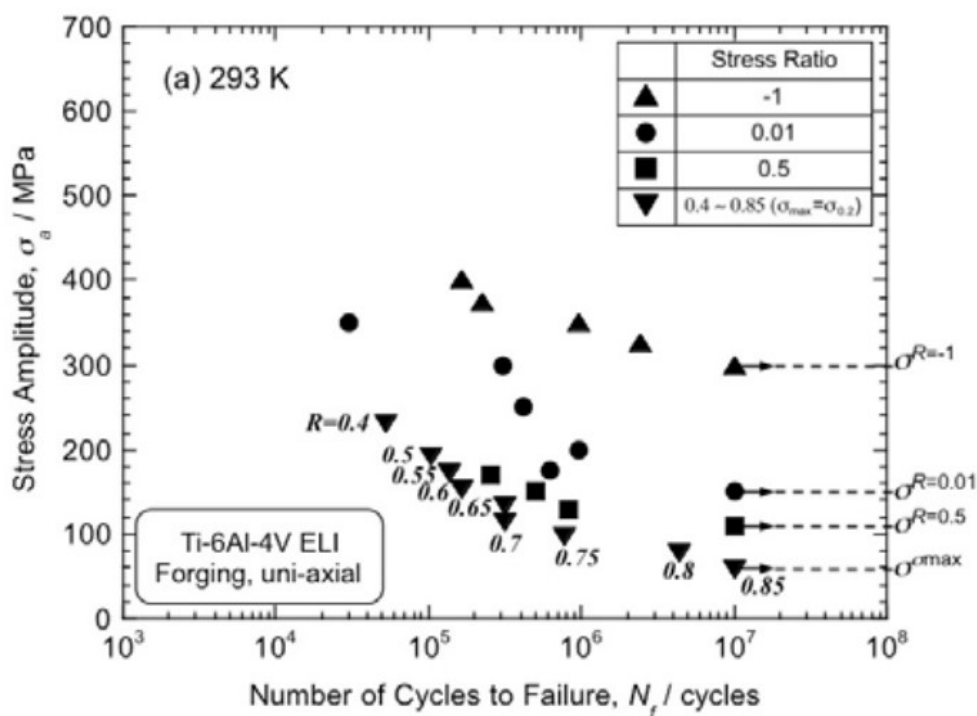


Figure 28 : Courbe  $\sigma$ -N du TA6V ELI  $\alpha + \beta$  équiaxe à  $20^\circ\text{C}$  [48].

### 2.3.5 Influence de la fréquence

Boyce et al [49] ont montré sur un alliage TA6V présentant une structure bimodale, et pour deux rapport de charge différents, que la fréquence de sollicitation n'a qu'un effet limité sur la fissuration à  $25^\circ\text{C}$ . Le seuil de propagation des fissures est indépendant de la fréquence pour les deux rapports de charge testés, et la propagation n'est pas affectée sur la plage de 30 à 1000Hz, Figure 29. Seule une fréquence de 20 000 Hz semble avoir une influence sur la propagation.

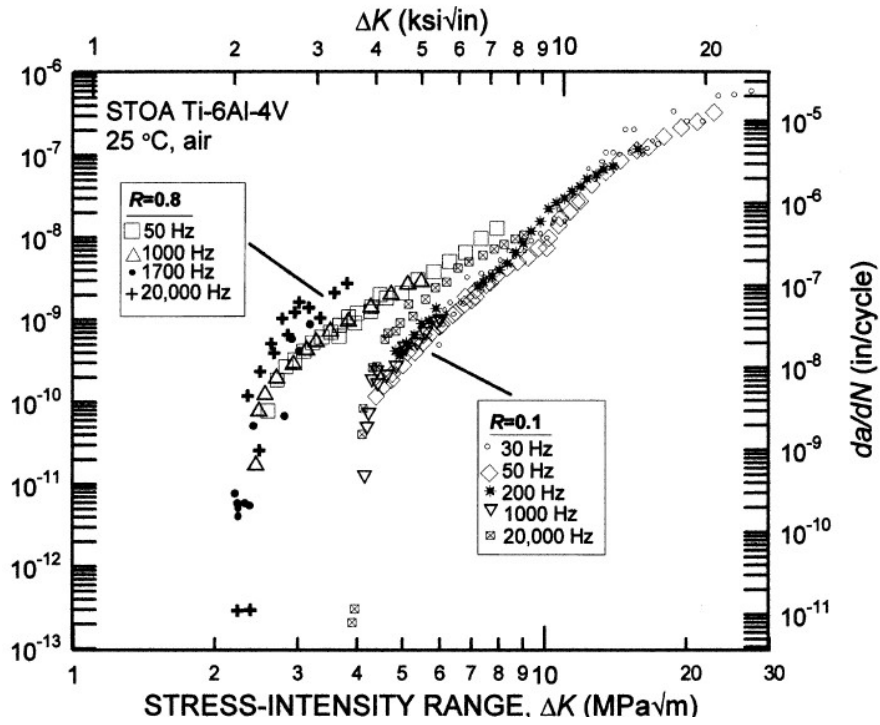
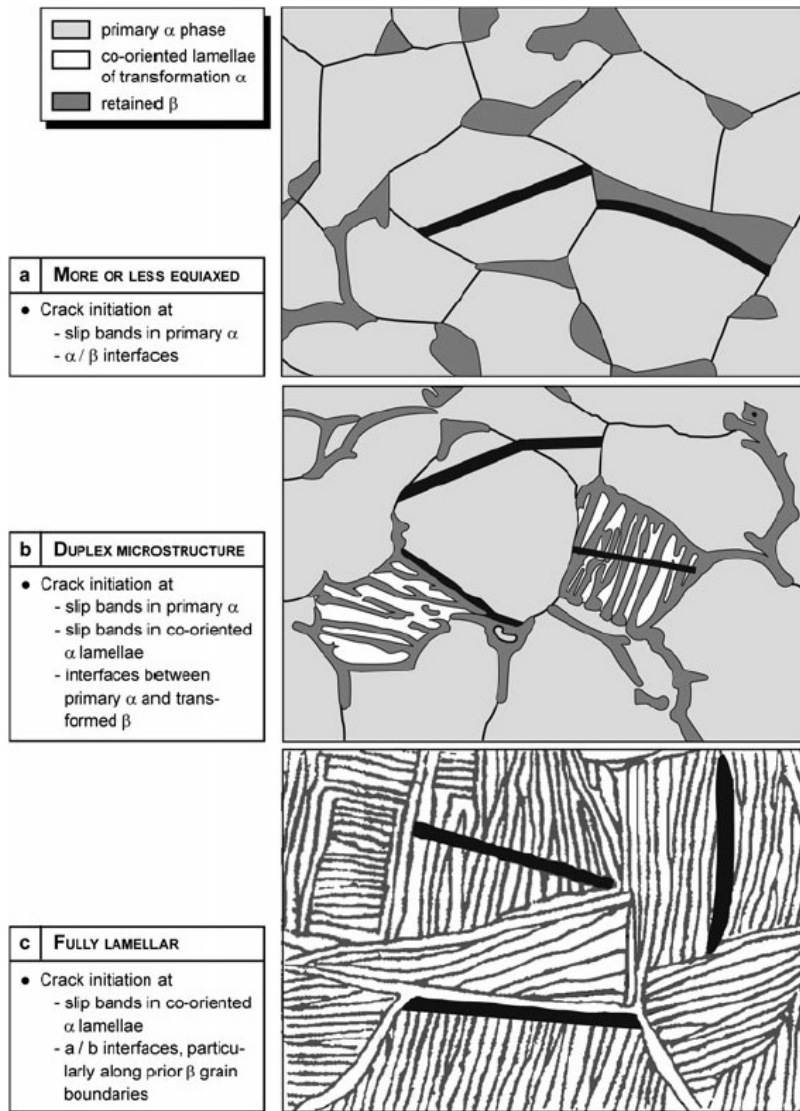


Figure 29 : influence de la fréquence sur le seuil de propagation et sur la propagation.[49].

### 2.3.6 Analyse des chemins de fissuration

Un autre aspect important dans la compréhension des mécanismes de fissuration est l'analyse des chemins de fissuration.

La zone d'amorçage des fissures de fatigue est une des premières indications. Wanhill [25] résume les différentes zones d'amorçage des fissures de fatigue en fonction de la microstructure considérée, visibles sur la [Figure 30](#).

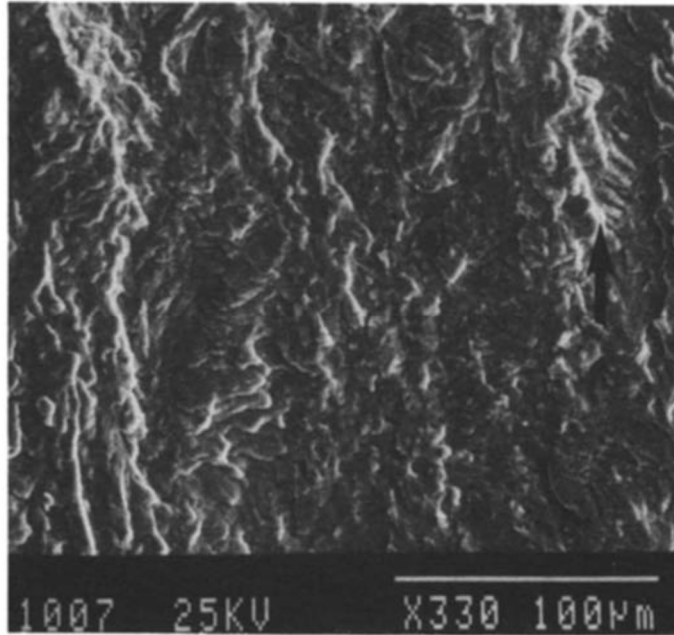


**Figure 30 : Zone d'amorçage des fissures de fatigue [25].**

De plus, il est précisé que dans le cas d'une étude en fatigue oligocyclique sur du TA6V ELI, la majorité des amorçages de fissures ont eu lieu à travers les colonies de lamelles  $\alpha$ , puis dans un second temps aux interfaces entre les lamelles  $\alpha$  et la matrice  $\beta$  de ces colonies.

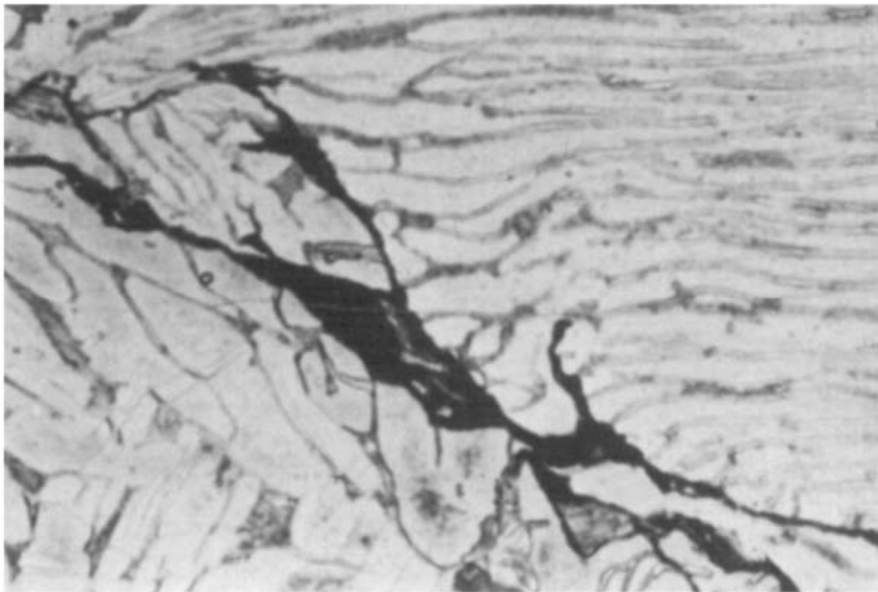
L'étude des chemins de propagations dans l'alliage TA6V possédant une microstructure bimodale par Petit et al. [50] montre une propagation trans-granulaire à  $R=0.4$  et  $\Delta K=12 \text{ MPa}\sqrt{m}$  (Figure 31)





**Figure 31 : Propagation trans-granulaire dans un alliage de TA6V bimodal à  $\Delta K=12 \text{ MPa}\sqrt{m}$  [50].**

Irving et al [33] ont montré, sur ce même alliage traité dans le domaine  $\beta$  afin de présenter une microstructure lamellaire, que la propagation avait lieu à l'interface entre les phases  $\alpha$  et  $\beta$  en frontière de colonie.



**Figure 32 : Propagation inter-colonies dans un alliage TA6V lamellaire à  $\Delta K=6.5 \text{ MPa}\sqrt{m}$  [33].**



### 3 Moyens expérimentaux

#### 3.1 Matériaux de l'étude

##### 3.1.1 Alliages d'étude

L'alliage de titane principalement utilisé dans le domaine aéronautique est l'alliage Ti-6Al-4V. Le développement de traitements thermomécaniques optimisés a permis à cet alliage d'atteindre les limites de ses performances, notamment en termes de résistance à la propagation des fissures de fatigue. Il est donc envisagé d'utiliser un autre alliage qui pourrait, avec un traitement thermomécanique adapté, permettre d'obtenir un ensemble de performances supérieures à celles du TA6V sans pour autant se pénaliser sur la tolérance aux dommages. Pour cela, deux alliages de titane chimiquement proches du TA6V ont été sélectionnés : le TA6V ELI et le Ti54M.

La *Figure 33* présente les compositions chimiques nominales de ces alliages, comparés à la composition chimique du TA6V avec les représentations des quantités équivalentes en Aluminium et en Molybdène. On peut constater sur cette figure que ces 3 alliages ont une composition chimique proche, à l'exception de la présence de molybdène dans le Ti54M. Le TA6V ELI, du fait de la plus faible présence d'éléments interstitiels alphas (O, N, C) présente une valeur  $[Al]_{eq}$  plus faible que le TA6V, pour une valeur  $[Mo]_{eq}$  équivalente. Enfin on peut aussi constater que du fait de la diminution de la teneur en aluminium et de la présence du molybdène, le Ti54M a une valeur  $[Al]_{eq}$  équivalente au TA6V ELI, mais une valeur  $[Mo]_{eq}$  supérieure aux TA6V et TA6V ELI.

Ainsi, bien que ces trois alliages appartiennent à la famille des alliages  $\alpha/\beta$ , l'alliage TA6V est l'alliage le plus  $\alpha$  de ces trois alliages, alors que le Ti54M est le plus  $\beta$ .

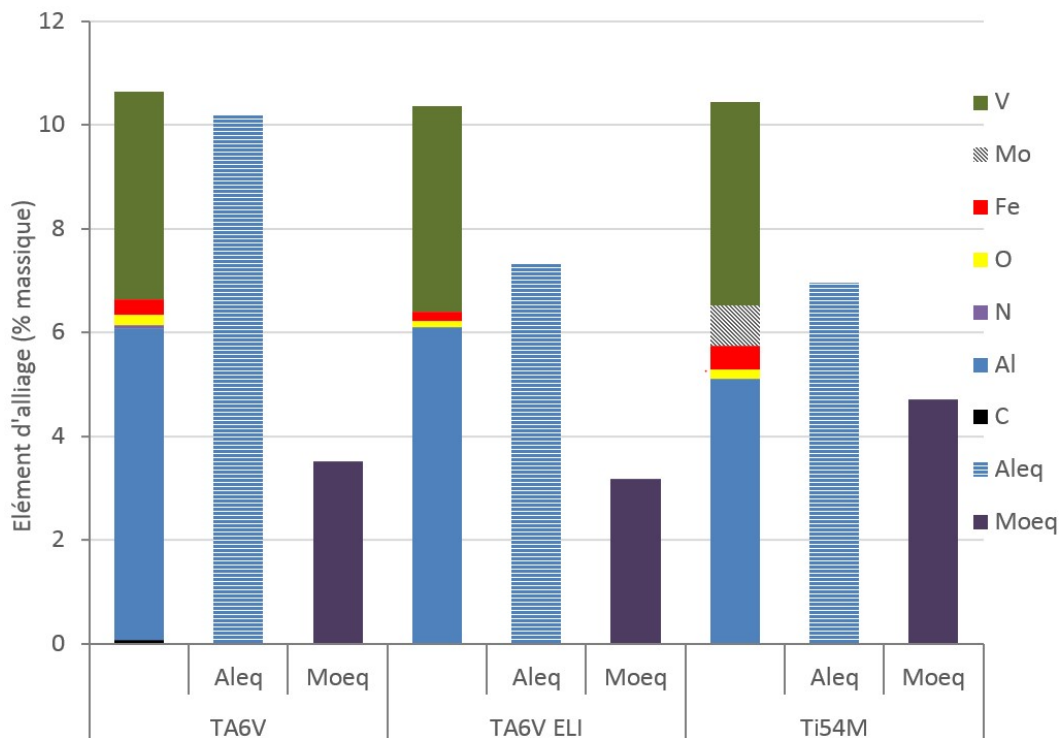


Figure 33 : Comparaison des compositions chimiques nominales des alliages TA6V, TA6V ELI et Ti54M.

### (a) Alliage TA6V ELI

L'alliage TA6V ELI (pour « Extra Low Interstitials ») possède une composition très proche du TA6V, mais avec une plus faible proportion d'éléments interstitiels. Les éléments interstitiels en question sont l'oxygène, l'hydrogène et l'azote. Cet alliage présente de plus une plus faible teneur en fer que le TA6V. Cette plus faible teneur en éléments interstitiels et en fer peut être constatée dans le [Tableau 4](#) en comparant la composition nominale de cet alliage en regard de celle du TA6V.

	Aluminium	Vanadium	Carbone	Fer	Oxygène	Azote	Hydrogène	Titane
TA6V	5.5%-6.75%	3.5%-4.5%	<0.08%	<0.4%	<0.2%	<0.05%	<0.015%	Base
TA6V ELI	5.5%-6.5%	3.5%-4.5%	<0.08%	<0.25%	<0.13%	<0.03%	<0.012%	Base

**Tableau 4 : Comparaison des compositions des TA6V et TA6V ELI selon ASTM B348 (grade 5 et 23) [51].**

Cet alliage est aujourd'hui principalement utilisé à des températures cryogéniques du fait de ses bonnes propriétés à basses températures, pour des utilisations offshore de par sa bonne résistance à la corrosion sous contrainte, ou encore pour des implants biomédicaux du fait de son excellente biocompatibilité [48], [52]–[55].

Les propriétés de cet alliage à température ambiante, dans un état bimodal  $\alpha\beta$  sont données dans le [Tableau 5](#) d'après la fiche du matériau fournie par A&D[56] :

$R_{e0.2\%}$ (MPa)	790
$R_m$ (MPa)	860
A%	10
$T_\beta$ (°C)	980

**Tableau 5 : Propriétés mécaniques et physiques à température ambiante de l'alliage TA6V ELI bimodal [56].**

### (b) Ti54M

Le développement du TIMETAL® 54M (Ti54M) a été effectuée avec comme objectif de réduire les coûts d'usinage des pièces de titane utilisées en aéronautique. En effet, le Ti54M présenterait une meilleure usinabilité que le TA6V [57], [58], bien que ce point soit encore discuté [59], et ceci afin de permettre un gain de temps et donc de coûts sur l'usinage des pièces réalisées dans cet alliage.

Le [Tableau 6](#) compare les compositions chimiques du Ti54M avec celles du TA6V. On peut principalement constater une diminution de 6 % à 5,1% de la proportion massique d'aluminium et l'introduction de molybdène, entraînant une modification de quantités équivalentes d'aluminium et de molybdène.

	Aluminium	Vanadium	Molybdène	Fer	Oxygène	Azote	Hydrogène	Titane
TA6V	6%	4%	-	<0.4%	<0.2%	<0.05%	<0.015%	Base
Ti54M	5.1%	4%	0.7%	0.5%	0.16%	0.05%	<0.006%	Base

**Tableau 6 : Comparaison de la composition du TA6V et du Ti54M [57].**

Le [Tableau 7](#) présente les principales propriétés mécaniques de l'alliage Ti54M sous forme bimodale.

$R_{e0.2\%}$ (MPa)	860
$R_m$ (MPa)	950
A%	15
$T_\beta$ (°C)	950/960

**Tableau 7 : Propriétés mécaniques et physiques à température ambiante de l'alliage Ti54M bimodal [60].**

Les propriétés statiques de l'alliage Ti54M sous sa forme bimodale sont légèrement supérieures à celle de l'alliage TA6V ELI. On note aussi une température de transus  $\beta$  inférieure, explicable par la valeur  $[Mo]_{eq}$  supérieure. Une température de transus  $\beta$  plus faible peut présenter un avantage financier d'un point de vue industriel dans la mesure où celle-ci permet de réduire les températures de forge et/ou traitement thermique et limiterait de fait les coûts de mise en œuvre au regard de ceux du TA6V.

### 3.1.2 Compositions chimiques et historiques thermomécaniques des coulées utilisées

Dans cette étude, trois coulées de l'alliage TA6V ELI et une coulée de l'alliage Ti54M ont été utilisées. Leurs compositions chimiques respectives sont précisées dans le [Tableau 8](#), les certificats matières correspondant sont présentés dans l'[annexe 12.1](#).

	Aluminium	Molybdène	Vanadium	Carbone	Fer	Oxygène	Azote	Hydrogène	Titane
TA6V ELI: 305735C Top/Bot	6,14/ 6,25	-	3,95/ 3,85	0,0108/ 0,009	0,1703/ 0,1272	0,106/ 0,104	0,0057/ 0,0048	<0,006	Base
TA6V ELI: 306266C Top/Bot	6,06/ 6,16	-	3,88/ 3,89	0,01/ 0,01	0,16/ 0,15	0,1105/ 0,1107	0,0052/ 0,0042	<0,003	Base
TA6V ELI: 901650C Top/Bot	6,24	-	3,97	0,015	0,16	0,1241	0,0023	<0,003	Base
Ti54M: 307553C Top/Bot	5,04/ 5,18	0,75/ 0,78	3,86/ 3,99	0,007/ 0,006	0,48/ 0,45	0,18/ 0,16	0,006/ 0,003	<0,006	Base

**Tableau 8: Comparaison des compositions chimiques mesurées des alliages TA6V ELI et Ti54M utilisés.**

Toutes les coulées utilisées sont initialement sous forme de billettes à l'état  $\alpha\beta$  brut de forge.

Les approvisionnements de TA6V ELI sont composés de billettes de diamètre 180mm et de hauteur comprise entre 280 et 1000mm, celui de Ti54M d'une billette de diamètre 250mm et de hauteur 590mm.

La coulée 305735C sera utilisée pour la mise en place des protocoles de prélèvement, d'analyses et d'essais et ne sera donc pas présenté dans la suite de ce manuscrit.

Afin de comparer les traitements réalisés industriellement et en laboratoire, l'approvisionnement de la coulée 306266C a été divisé en deux parties. La première partie a été livrée à l'état  $\alpha\beta$ , alors que la seconde partie a subi un traitement dans le domaine  $\beta$  avec 1h30 de maintien à  $T_\beta + 25^\circ\text{C}$  suivi d'un recuit de 1h à  $730^\circ\text{C}$  avec des refroidissements à l'air (voir [annexe 12.2 Traitement thermique coulée 306266C](#)).

Pour la coulée 901650C, qui sera utilisée pour la génération de microstructures et les essais mécaniques, le forgeage a été réalisé dans le domaine  $\alpha+\beta$  à  $930^\circ\text{C}$ , avec un taux de corroyage de 6, suivi d'un recuit à  $750^\circ\text{C}$ .

L'approvisionnement de Ti54M a aussi été divisé en deux, une première partie livrée à l'état  $\alpha\beta$ . La deuxième partie de l'approvisionnement a aussi subi un traitement dans le domaine  $\beta$ , réalisé en conditions industrielles et présenté en [annexe 12.3 Traitement thermique coulée 307553C](#).

Ces traitements thermiques industriels ont servi de référence pour la mise au point des traitements thermiques en laboratoire.

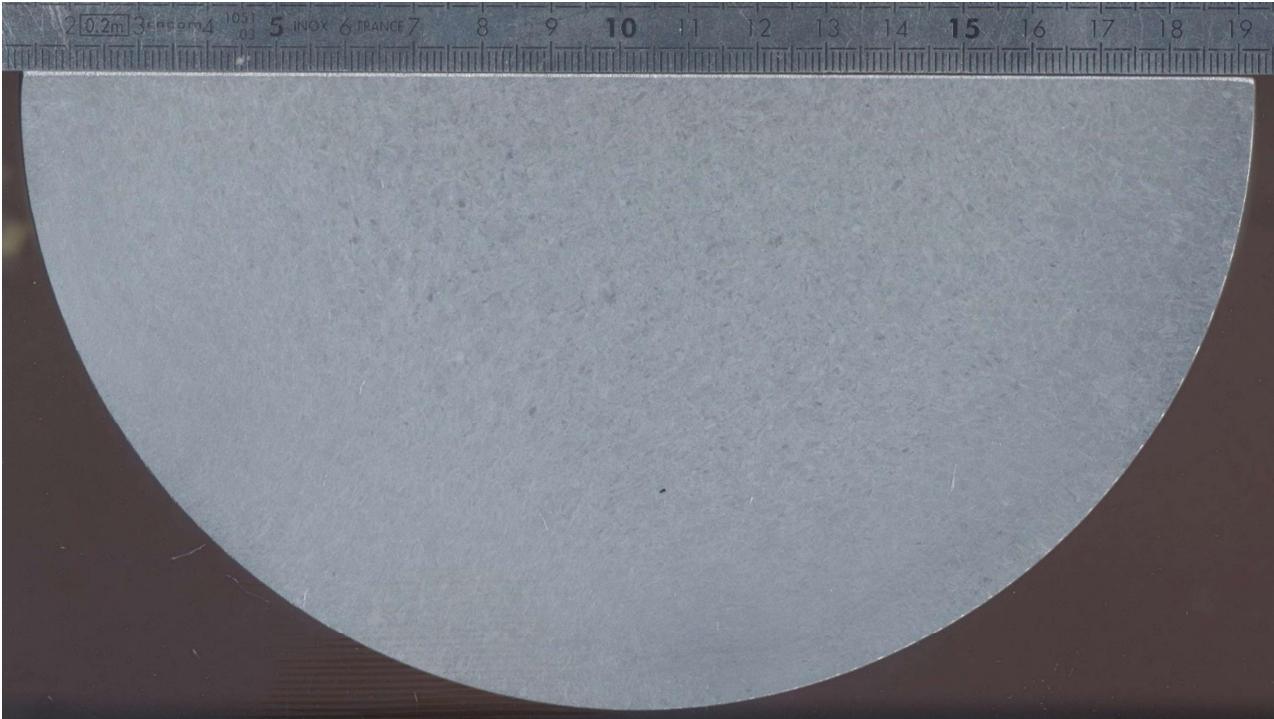
### 3.1.3 Analyse microstructurale des états bruts de réception ( $\alpha\beta$ et $\beta$ )

#### (a) Analyses macrographiques

Des analyses macrographiques ont été réalisées, en sens long (coupe selon un plan contenant l'axe de la billette) et en sens travers (coupe selon un plan normal à l'axe de la billette) sur les coulées TA6V ELI 901650C et Ti54M 307553C. Ces analyses sont présentées en [Figure 34](#), [Figure 35](#), [Figure 36](#) et [Figure 37](#) ci-après. On constate sur les deux macrographies sens travers qu'aucun fibrage n'est visible. Dans le sens long, les deux coulées étudiées ici présentent un fibrage visible.



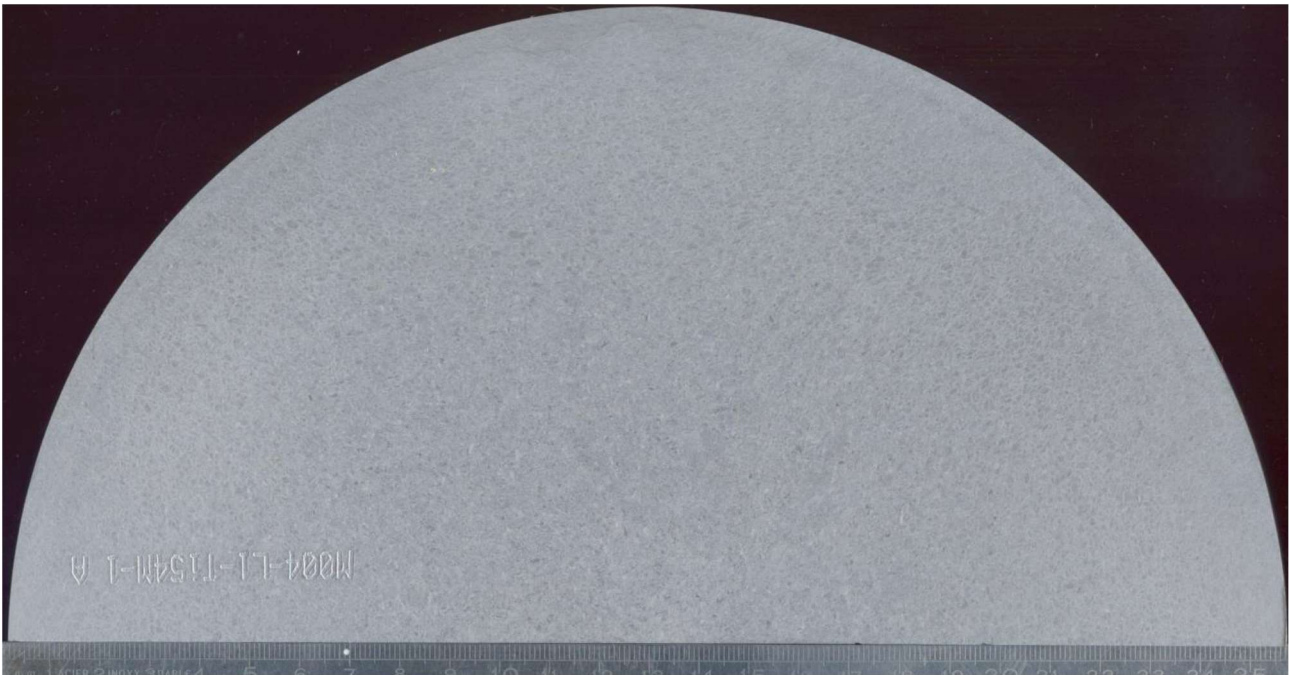
**Figure 34 : Macrographie sens long de l'alliage TA6V ELI coulée 901650C.**



**Figure 35 : Macrographie sens travers de l'alliage TA6V ELI coulée 901650C.**



**Figure 36 : Macrographie sens long de l'alliage Ti54M coulée 307553C.**



**Figure 37 : Macrographie sens travers de l'alliage Ti54M coulée 307553C.**

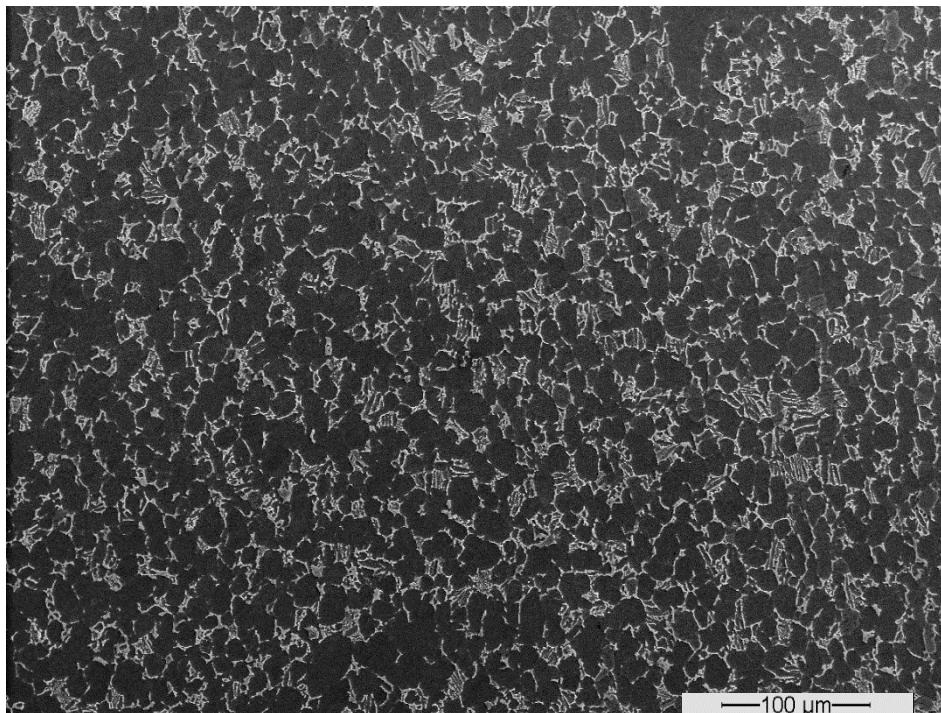
#### **(b) Paramètres caractéristiques des microstructures**

Pour les coulées d'alliage TA6V ELI, les microstructures des produits réceptionnés ont été analysées au microscope optique et au microscope électronique à balayage. Le détail des méthodes pour obtenir les mesures des différents paramètres microstructuraux est présenté en [annexe 12.4 Méthode d'analyse de microstructure](#).

#### **Microstructure bimodale $\alpha\beta$ TA6V ELI**

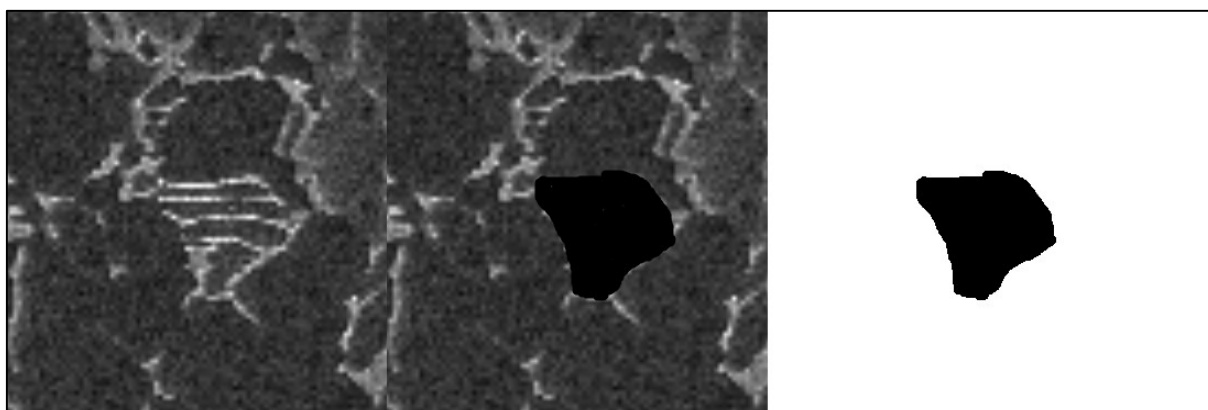
La microstructure bimodale ici étudiée est issue de la coulée 901650C et est présentée sur la [Figure 38](#). Cette microstructure a été obtenue après un traitement thermique décrit dans le [paragraphe 3.1.2](#).





**Figure 38 : Microstructure bimodale du TA6V ELI coulée 901650C sur le plan C-R de la billette observée au MEB.**

La proportion de phase lamellaire est identifiée en sélectionnant manuellement les zones de phase lamellaire, puis en différenciant ces zones par une augmentation de la luminosité et du contraste. Enfin cette image est analysée pour connaître la proportion de zone sombre. Cette méthode est illustrée avec un exemple sur la [Figure 39](#), qui représente les différentes étapes du traitement d'image.



**Figure 39 : Méthode d'analyse d'image pour déterminer la proportion de phase lamellaire.**

Les tailles de nodule et épaisseurs de lamelles sont mesurées avec des méthodes identiques à celles utilisées, respectivement, pour les tailles d'ex-grains  $\beta$  et épaisseur de lamelles dans les microstructures lamellaires, comme présenté en [annexe 12.4](#).

Les dimensions caractéristiques de cette microstructure sont présentées dans le [Tableau 9](#).

Proportion de phase lamellaire		3.5%
Taille nodule ( $\mu\text{m}$ )	moyenne	15,9
nb de mesures (intersections): 164	écart type	0,8
	maximum	17,3
	minimum	12,6
Epaisseur lamelles ( $\mu\text{m}$ )	moyenne	1,9
nb de mesures: 191	écart type	0,6
	maximum	3,3
	minimum	1

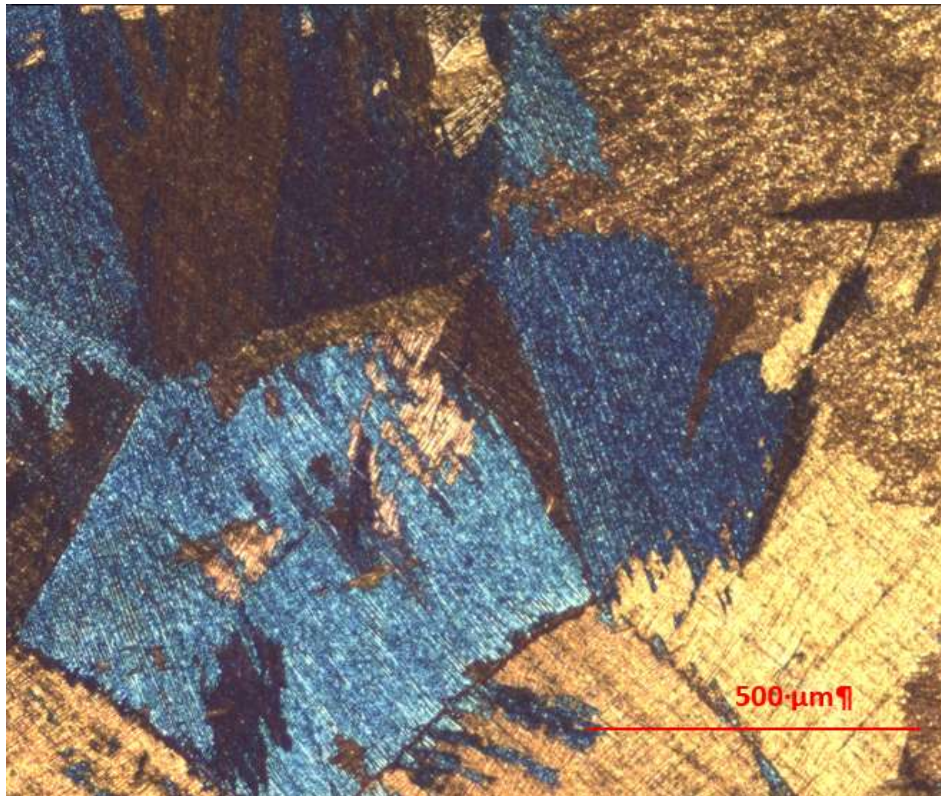
**Tableau 9: Paramètres microstructuraux de la coulée 901650C sous forme bimodale après forge.**

### Microstructure lamellaire $\beta$ TA6V ELI

La microstructure lamellaire ici étudiée est issue de la coulée 306266C ayant suivi le traitement thermique présenté en [annexe 12.2](#) et est présenté sur les [Figure 40](#) et [Figure 41](#) .



**Figure 40 : Microstructure lamellaire du TA6V ELI coulée 306266C sur le plan C-R de la billette observée au MEB.**



**Figure 41 : Microstructure lamellaire du TA6V ELI coulée 306266C sur le plan C-R de la billette observée au microscope optique en lumière polarisée.**

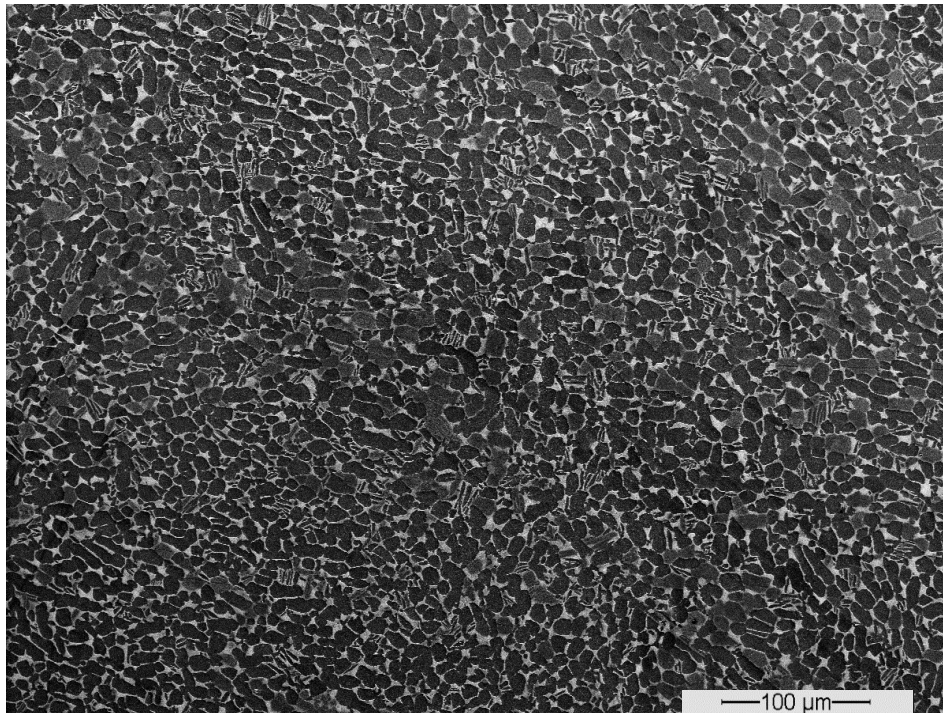
Les dimensions caractéristiques de cette microstructure sont présentées dans le [Tableau 10](#).

Taille des ex grains $\beta$ ( $\mu\text{m}$ )	moy	1286
nb de mesures (intersections): 136	écart type	105
	max	1384
	min	1120
Epaisseur colonie ( $\mu\text{m}$ )	moy	229
nb de mesures: 26	écart type	86
	max	608
	min	108
Epaisseur lamelles ( $\mu\text{m}$ )	moy	1,5
nb de mesures: 60	écart type	0,37
	max	3.2
	min	0,6

**Tableau 10: Paramètres microstructuraux de la coulée 306266C sous forme lamellaire.**

### Microstructure bimodale $\alpha\beta$ Ti54M

La microstructure bimodale ici étudiée est issue de la coulée 307553C et est présentée sur la [Figure 42](#). Cette microstructure a été obtenue après un traitement thermique décrit dans le [paragraphe 3.1.2](#).



**Figure 42 : Microstructure bimodale du TA6V ELI coulée 307553C sur le plan C-R de la billette observée au MEB.**

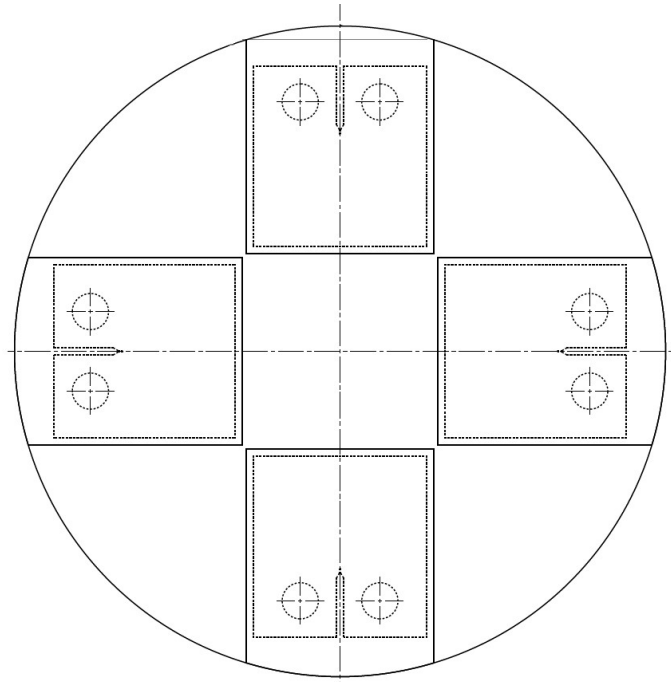
Les dimensions caractéristiques de cette microstructure sont présentées dans le [Tableau 11](#).

Proportion de phase lamellaire		4.5%
Taille nodule (μm)	moy	12,1
nb de mesures (intersections):	écart-type	0,3
	max	13,3
	min	10,6
Epaisseur lamelles (μm)	moy	1,7
	écart-type	0,5
	max	1,9
nb de mesures:	min	1
	176	

**Tableau 11: Paramètres microstructuraux de la coulée 307553C sous forme bimodale après forge.**

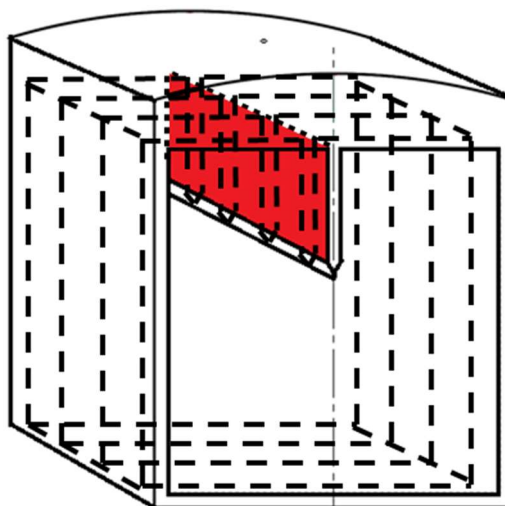
### 3.1.4 Prélèvement des échantillons dans les billettes

Les essais de fissuration sont réalisés sur des éprouvettes de mécanique de la rupture de type CT. Des ébauches de 40mm d'épaisseur sont tout d'abord prélevées dans la billette. 3 éprouvettes sont ensuite usinées au sein de chaque ébauche après traitements thermiques. Tous les prélèvements sont en outre réalisés de façon à obtenir uniquement des éprouvettes CT orientées dans le sens C-R, selon le plan de la [Figure 43](#). Ainsi, le sens de prélèvement étant identique pour toutes les éprouvettes, il ne sera pas la cause d'une éventuelle différence de comportement mécanique lors des essais.



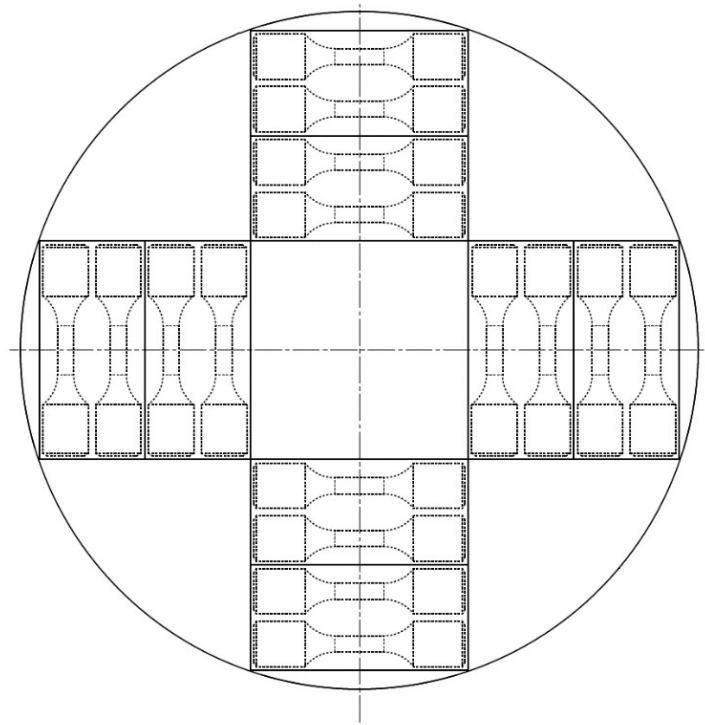
**Figure 43 : Plan de prélèvement des ébauches et éprouvettes CT.**

Les chutes de matière provenant des ébauches CT sont conservées afin de pouvoir analyser la microstructure des éprouvettes issue d'ébauches traitées. Afin de ne pas être influencé par la proximité d'un bord libre pouvant localement affecter la microstructure via un refroidissement plus rapide, les chutes conservées pour l'analyse de microstructure sont celles correspondant à l'entaille des éprouvettes CT. Cette zone, en rouge sur la [Figure 44](#), est au plus proche de la zone de propagation de la fissure et la microstructure ainsi analysée présente un historique thermomécanique identique à celui de la partie utile des éprouvettes. De plus, cette partie de l'ébauche présente l'avantage de permettre une analyse de microstructure dans le même plan que la propagation macroscopique de la fissure.



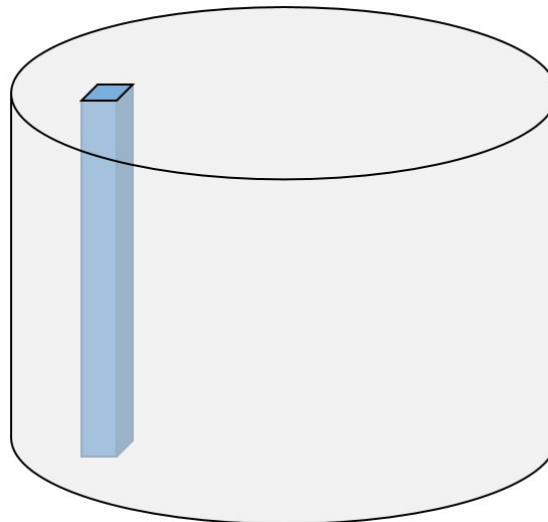
**Figure 44 : Lamelle utilisée pour l'analyse de microstructure.**

Enfin, les prélèvements des ébauches d'éprouvettes de traction sont réalisés selon le plan de la [Figure 45](#). Deux éprouvettes sont extraites de chaque ébauche après traitements thermiques.



**Figure 45 : Plan de prélèvement des ébauches et éprouvettes de traction.**

Enfin un dernier type d'élément est prélevé dans les billettes, les coupons. Ces éléments sont issus d'un barreau de 22mm\*22mm, prélevé à mi-rayon sur la hauteur des billettes 305735C et 306366C (*Figure 46*), ensuite tranché en coupons de 8mm d'épaisseur. Ces coupons ont été dédiés à des analyses de microstructure lors de la mise au point des traitements thermiques.



**Figure 46 : Position du barreau prélevé pour les coupons de microstructures.**

### **3.2 Moyens d'essais et d'analyses**

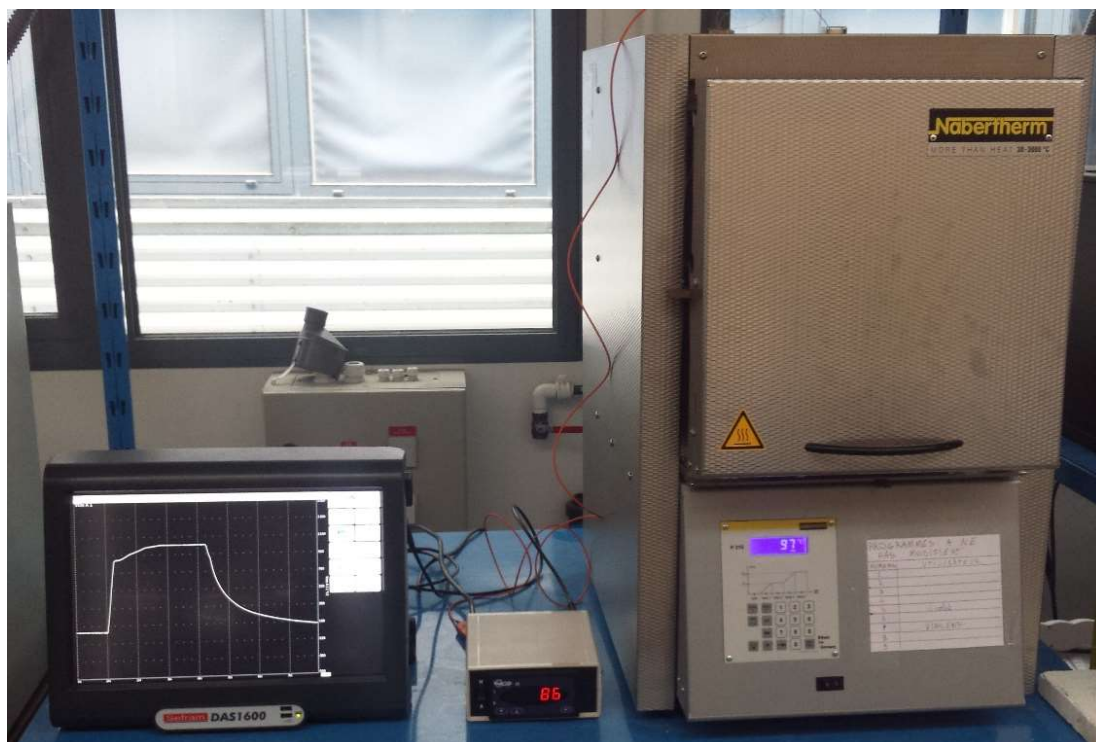
Afin de mener à bien les travaux de cette thèse, plusieurs moyens d'essais et de caractérisation sont mis en œuvre. La liste des moyens utilisés est ici présentée. Chacun sera par la suite présenté dans un paragraphe détaillé précisant leurs caractéristiques.

- Four Nabertherm LHT 04/17
- Polisseuse plateau
- microscope optique Zeiss Imager Vario Z2
- Microscope électronique Jeol 6400
- Microscope électronique Jeol 6100 équipé d'une micro machine de traction in-situ
- Tomographe rayon X
- Machine de traction Instron 1362
- Machine de fissuration Instron 8501 et Creusot-Loire

### 3.2.1 Traitements thermiques

Un four Nabertherm LHT 04/17 (*Figure 47*), doté d'une chambre de 4l et permettant l'atteinte d'une température maximale de 1750°C est utilisé pour tous les traitements thermiques sur coupons ou sur ébauches d'éprouvettes.

Le suivi de température au cours du traitement est effectué par un thermocouple qui pourra être placé en surface de l'échantillon (coupon), ou plus à cœur via un perçage dans l'élément traité (ébauche d'éprouvettes CT ou de traction). Afin de sauvegarder l'historique du traitement thermique subi par chaque coupon/ébauche, une tablette d'acquisition Sefram est couplée au thermocouple (*Figure 47*) et enregistre la température de l'élément au point d'acquisition toutes les 10 secondes.



**Figure 47 : Four Nabertherm LHT 04/17 avec la tablette d'acquisition.**

Ce document est la propriété de l'IRT Saint Exupéry. Il ne peut être utilisé, reproduit ou communiqué sans son autorisation écrite.

### 3.2.2 Caractérisation de microstructures

#### (a) Préparation

Afin de pouvoir réaliser la caractérisation des matériaux et l'analyse des résultats d'essais, les échantillons devront subir différentes préparations.

La première étape de préparation consiste en un polissage des surfaces utiles des échantillons. Cela consiste pour les éprouvettes de fissuration à un polissage des deux faces principales jusqu'au papier SIC de granulométrie 4000. Ce polissage permet le suivi optique lors de la préfissuration, nécessaire pour s'assurer de la symétrie de la propagation. De plus, en réalisant la dernière phase de polissage est effectuée afin d'obtenir des rayures de polissage perpendiculaire à la direction de propagation, assurant ainsi que l'état de surface n'influence pas la propagation des fissures en surface.

Le fut des éprouvettes de traction est aussi poli jusqu'au papier SIC 4000.

Pour les observations de microstructure, deux étapes de polissages supplémentaire sont réalisées : un polissage avec une suspension diamantée de 9 $\mu$ m, puis avec une solution d'OP-S et d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (10% en volume). Ces deux étapes sont suivies d'une attaque chimique réalisée au réactif de Kroll.

Pour tout type de préparation et d'échantillons, un nettoyage dans l'éthanol aux ultrasons est réalisé entre deux étapes de polissage.

#### (b) Microscopie optique

Les images obtenues en microscopie optique l'ont été à l'aide d'un microscope optique ZEISS Imager Vario Z2 (Figure 48) équipé d'optiques d'un grandissement allant de 2,5x à 100x, et d'une lentille d'un grandissement 10x. De plus ce microscope est équipé d'un filtre polarisant amovible. La microscopie optique est utilisée pour déterminer la taille moyenne des ex-grain beta selon la norme ASTM E112 [61].



Figure 48 : Microscope optique ZEISS Imager vario Z2.

#### (c) Microscopie électronique à balayage

En complément de la microscopie optique, une partie des analyses est réalisée à l'aide d'un microscope électronique JEOL 6400. Seul le détecteur d'électrons secondaires est utilisé pour les observations et



l'analyse des microstructures, notamment pour déterminer les tailles de lamelles alpha, ainsi que des surfaces de rupture et des chemins de fissuration.

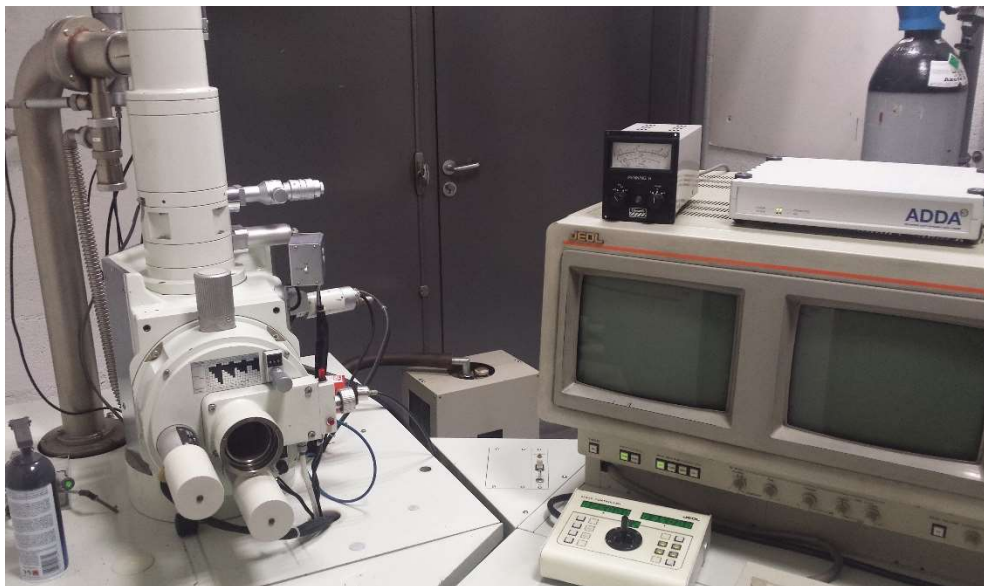


Figure 49 : MEB JEOL 6400 utilisé pour cette étude.

#### (d) Analyse EBSD

Certaines analyses sont réalisées à l'aide d'un capteur EBSD, installé sur un microscope électronique à balayage JEOL 6100. Les analyses réalisées à l'aide de ce matériel concernent notamment l'identification des plans cristallographiques dans le sillage de la fissure.



Figure 50 : MEB JEOL 6100 équipé d'un capteur EBSD.

#### (e) Analyse topographique

Des analyses topographiques sont réalisées à l'aide d'un système de mesure 3D optique Alicona InfiniteFocus Z. Cet outil permet à l'aide d'analyse de la focalisation d'images de reconstruire une cartographie 3D d'une

surface, avec une résolution verticale pouvant atteindre les 20nm. Equipé d'un éclairage coaxial et d'un éclairage annulaire, il permettra de reconstruire les faciès de rupture et de mesurer leur rugosité.



**Figure 51 : Alicona InfiniteFocus Z5**

### 3.2.3 Tomographe rayon X

Les analyses en tomographie à rayon X sont utilisées pour déterminer la forme du front de fissure de façon non destructive. Pour cela, un tomographe RX solution UltraTom est mis en œuvre (Figure 52). Les acquisitions seront réalisées avec une résolution de 1.5 $\mu$ m.



**Figure 52 : RX solution UltraTom.**

### 3.2.4 Essais de traction

Les essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes de section cylindrique ayant une partie utile de 13mm de long pour 4,3mm de diamètre (Figure 53), avec une machine électromécanique Instron 1362 équipée d'une cellule de charge Instron de 100kN. Ils permettront de déterminer les paramètres statiques du matériau après traitement thermique. La partie utile de ces éprouvettes est polie jusqu'au papier SIC 4000 avant essai. Les essais sont réalisés sous air à température ambiante et à une vitesse de  $0,0001 \text{ s}^{-1}$ . Le suivi est réalisé via un extensomètre à couteaux placé sur la partie utile de l'éprouvette.

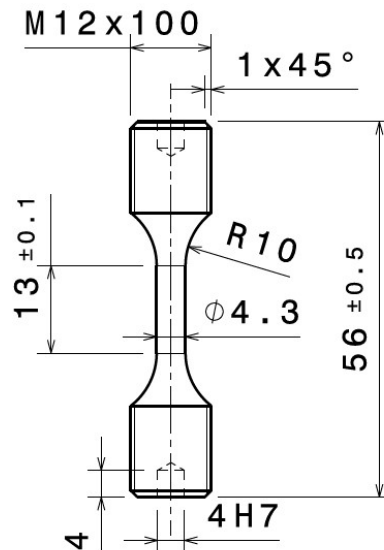
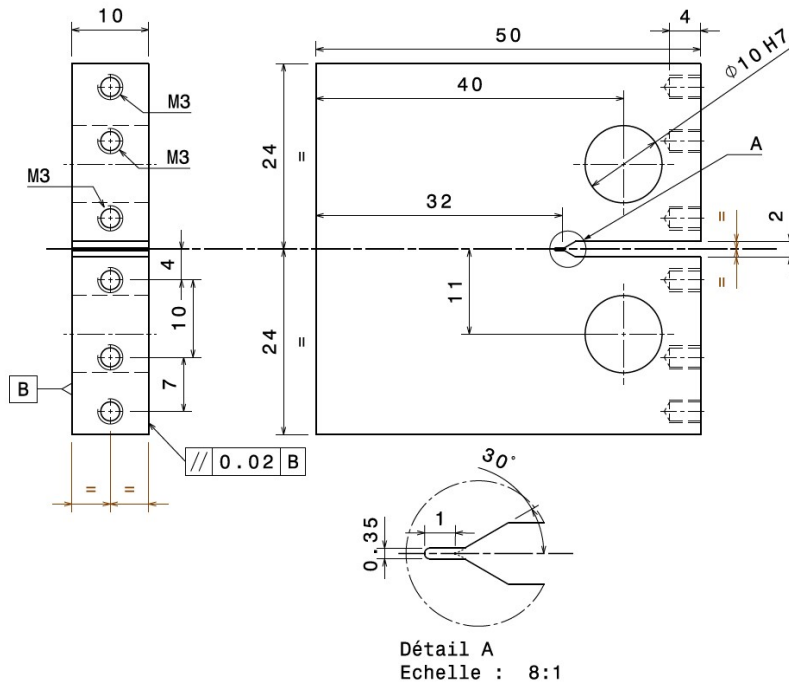


Figure 53 : Eprouvette M12 L56 pour essais de traction.

### 3.2.5 Essais de fissuration

La majorité des essais de propagation de fissures sont effectués sur une machine d'essais hydraulique Instron 8501, équipée d'une cellule de force de  $\pm 25 \text{ kN}$ . Une partie des essais ont été réalisés sur une machine hydraulique Creusot-Loire, équipé d'une cellule de charge  $\pm 20 \text{ kN}$ . Cette dernière est de plus équipée d'une enceinte de vide permettant de réaliser des essais sous vide à  $10^{-5} \text{ MPa}$ . Le suivi de la propagation de fissures sur ces deux machines est assuré par mesure de différence de potentiel électrique. Ce type de suivi permet, via l'introduction d'un courant électrique traversant l'éprouvette, de mesurer la différence de potentiel entre les deux bords de la fissure. A l'aide une calibration initiale, cette différence de potentiel est reliée à l'avancée de la fissure.

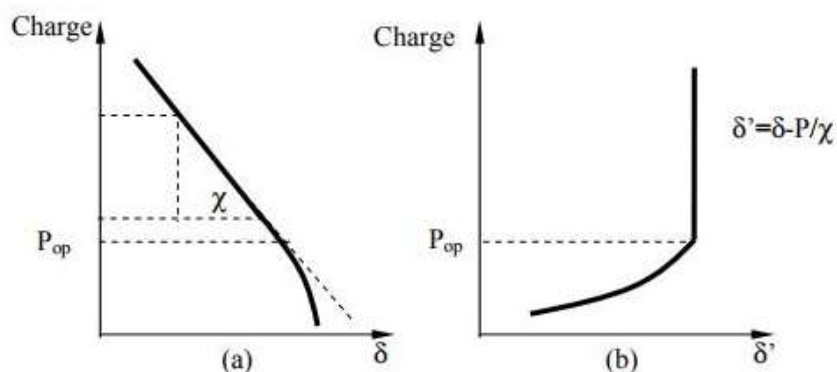
Des éprouvettes de type CT40B10 sont utilisées pour ces essais (Figure 54). Des perçages sur la face avant sont réalisés afin de permettre la fixation des câbles pour le suivi de potentiel. La calibration du suivi de potentiel est effectuée à l'aide d'un suivi optique sur deux éprouvette spécialement préparées (polies miroir). Par la suite, seul le suivi de potentiel est utilisé et le polissage des deux faces principales est réalisé, comme mentionné précédemment jusqu'au papier SIC 4000.



**Figure 54 : Epreuve CT40B10 pour essais de fissuration avec suivi de potentiel.**

Avant chaque essai, les éprouvettes sont pré-fissurées jusqu'à une longueur de fissure comprise entre 1.5 et 2mm. Cette pré-fissuration est réalisée à une valeur de  $\Delta K$  constante de 12MPa $\sqrt{m}$ . Durant la pré-fissuration, un suivi optique de l'avancée de la fissure est effectué sur les deux faces de l'éprouvette, afin de s'assurer d'un amorçage symétrique de la fissure. Une différence de 0.1mm d'avancée de la fissure entre les deux côtés de l'éprouvette est la limite maximum acceptée.

En complément du suivi de potentiel, une jauge de déformation est installée en face arrière des éprouvettes (voir méthode dans le [paragraphe 12.5.2](#)). Reliée à un pont de jauge, elle permet d'obtenir un signal proportionnel à l'ouverture permettant une mesure de complaisance. De cette mesure de complaisance est déterminée une mesure de la fermeture de la fissure, ceci afin de pouvoir connaître le  $\Delta K$  effectif lors des essais. La mesure de fermeture se base sur la technique proposée initialement par Elber [13] qui consiste à déterminer la charge d'ouverture de la fissure. Cette détermination est effectuée par la mesure de la variation de complaisance au cours du cycle. La charge à l'ouverture correspond au point de perte de la linéarité de la courbe de la charge en fonction de la complaisance. Kikukawa et al. [62] propose une technique de détermination plus précise de la charge à l'ouverture en soustrayant la partie linéaire de la courbe, redressant ainsi le signal. Ces deux méthodes sont résumées par Vor [63] sur la [Figure 55](#).



**Figure 55 : Méthodes de détection de la charge à l'ouverture de Elber (a) et Kikukawa (b) [63]**

Dans le cadre de cette étude, la méthode décrite dans la norme ASTM E647 [40] qui découle de la méthode de Kikukawa est utilisée, comme présentée dans *l'annexe 12.5*.



## 4 Influence des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques

### 4.1 Traitement thermique

Les traitements thermiques sont utilisés dans le cadre de ces travaux afin de générer différentes microstructures. Une attention particulière est portée à l'homogénéité des traitements dans les éléments massifs, à leur reproductibilité et à leur possible transfert vers des moyens industriels.

Deux phases critiques nécessitent un protocole particulier, à savoir la montée en température et le refroidissement.

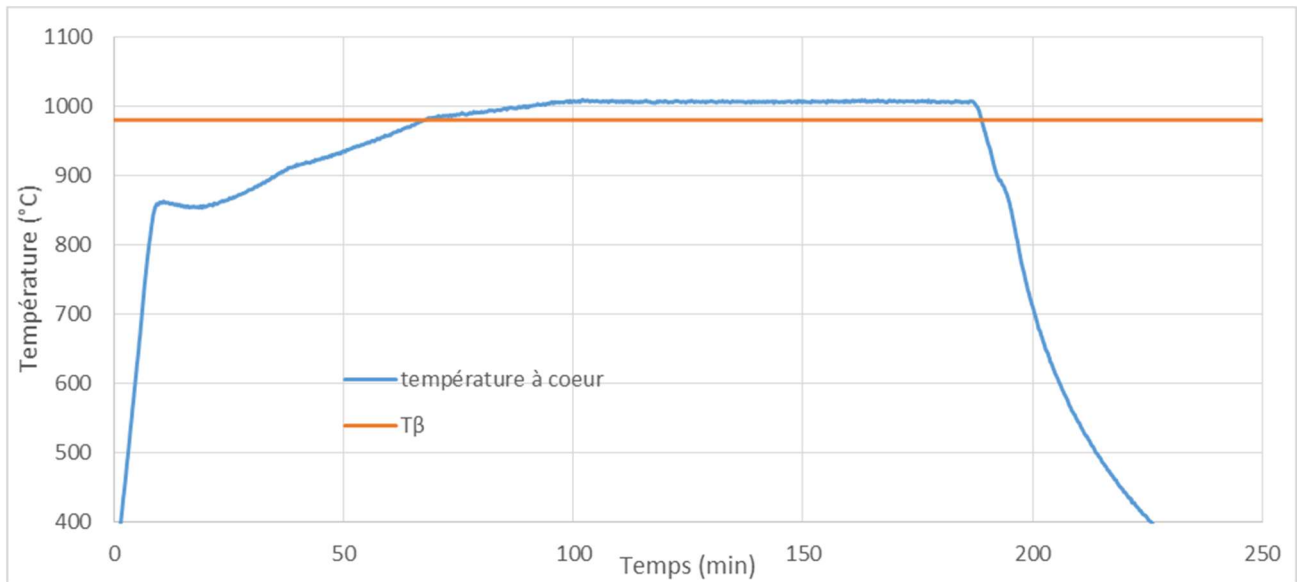
#### 4.1.1 Mise en place et montée en température

Afin d'homogénéiser au mieux les traitements sur le volume des ébauches, et particulièrement les phases de refroidissement, les éléments sont positionnés sur des supports céramiques (*Figure 56*). Ces supports, issus d'un tube creux en céramique, isolent les éléments traités des plaques de céramiques du four et les placent au centre du four, tout en permettant la circulation d'air autour des éléments, toujours dans le but d'obtenir un champ thermique homogène.



**Figure 56 : Supports de traitements thermiques pour coupons de microstructure, ébauches d'éprouvettes de traction et ébauches d'éprouvettes CT.**

Du fait des paramètres de régulation du four, une montée en température à vitesse maximale provoquerait un dépassement important de la consigne sur la fin de la phase de chauffe. Ainsi, pour limiter ce dépassement, une montée progressive en température est réalisée. Cette montée en température, de plus en plus lente à mesure que la température se rapproche de la température de maintien est présentée sur le graphique de la *Figure 57*, mise en relation avec la température de transus  $\beta$  de l'alliage TA6V ELI.



**Figure 57 : Exemple de traitement à  $T\beta + 25^\circ\text{C}$  avec 1h30 de maintien sur une ébauche d'éprouvettes CT.**

Il est important de noter que, du fait de cette montée en température relativement lente, la température de transus  $\beta$  est franchie à cœur environ 28 minutes avant d'atteindre la température de maintien. Ce délai entre le passage du transus  $\beta$  et la stabilisation à la température de traitement peut avoir une influence potentielle sur les microstructures générées, cependant, la température plus faible que durant le maintien induit des cinétiques de transformation plus lentes, limitant de fait l'influence de ce délai sur la microstructure générée. De plus, ce délai est identique pour tous les différents éléments traités (ébauches d'éprouvettes de traction ou CT), il n'est donc par la suite pas considéré dans les temps de traitement annoncés.

#### 4.1.2 Gestion du refroidissement

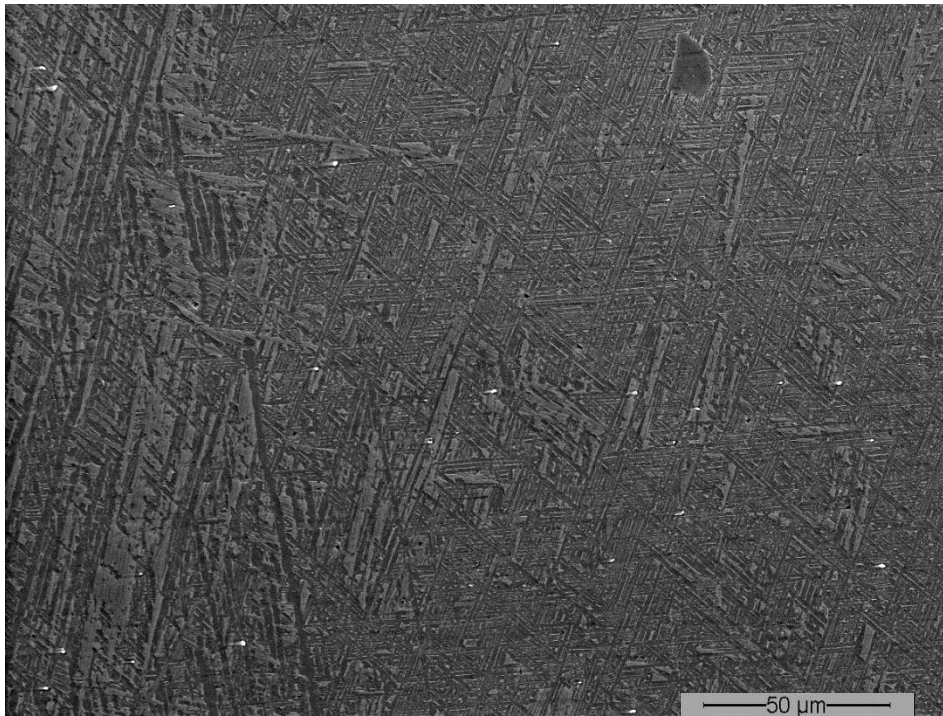
A la fin de la phase de maintien en température, le contrôle de la vitesse de refroidissement est un élément clef dans la génération de microstructures.

##### (a) Refroidissement air

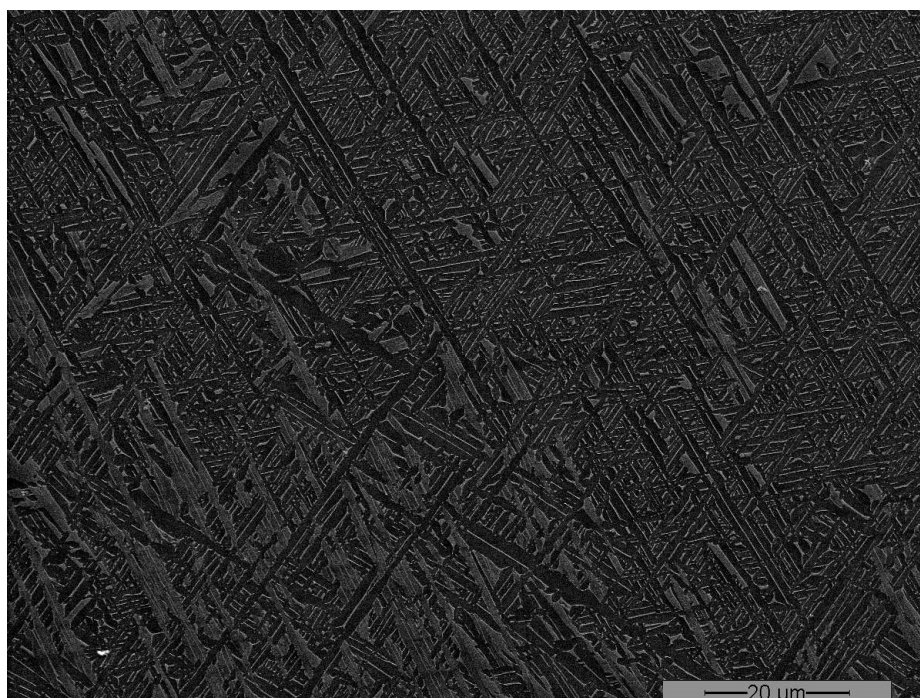
Le premier type de refroidissement utilisé est un refroidissement à l'air après chaque étape du traitement thermique, comme réalisé dans le cadre industriel lors du refroidissement des billettes (Les microstructure issue de ces traitements thermiques industriels sont présentées dans le chapitre précédent [3.1.3\(b\)](#)).

Les microstructures obtenues avec ce type de refroidissement sur des coupons sont présentées sur les [Figure 58](#) et [Figure 59](#). On constate sur ces images qu'elles sont de type aciculaire, composés d'aiguilles de phase  $\alpha$  dans une matrice de phase  $\beta$ . Ces microstructures sont caractéristiques des refroidissements rapides depuis une température supérieure à celle du transus  $\beta$ . Elles sont obtenues ici du fait du très faible volume des éléments traités en comparaison avec celui d'une billette, rendant le refroidissement à l'air beaucoup plus rapide sur ces éléments que sur une billette.





**Figure 58 : Microstructure du TA6V ELI après traitement thermique (3h  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$  + 1h  $730^{\circ}\text{C}$ ) et refroidissement air sur coupon.**



**Figure 59 : Microstructure du TA6V ELI après traitement thermique (1h30  $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$  + 1h  $730^{\circ}\text{C}$ ) et refroidissement air sur coupon.**

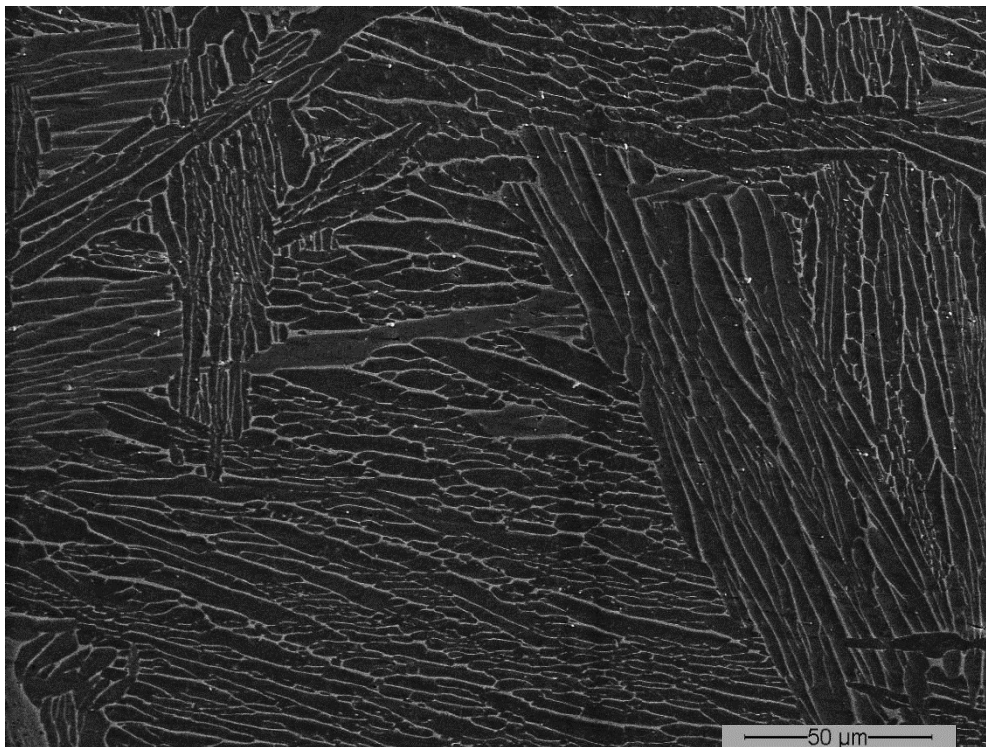
Ce type de microstructure ne correspondant pas à celui recherché, il est donc nécessaire de reproduire la vitesse de refroidissement d'une billette, afin de s'assurer l'obtention d'une microstructure lamellaire.

## (b) Refroidissement ralenti manuellement

Comme mentionné dans le paragraphe précédent, le contrôle de la vitesse de refroidissement est ici recherché afin d'obtenir des microstructures lamellaires similaires à celle obtenues par traitement thermique sur billette (*paragraphe 3.1.3(b)*).

Pour atteindre cet objectif, un premier test de refroidissement a été réalisé sur un coupon afin de confirmer qu'un refroidissement plus lent permettrait d'obtenir les microstructures lamellaires. Pour réaliser ce test, le refroidissement a été réalisé dans le four en ouvrant manuellement la porte pour suivre le profil de refroidissement d'une billette en conditions industrielles. Ce type de refroidissement ne présente ni la précision ni la reproductibilité recherchées, cependant, il permet de vérifier, dans un premier temps et sans longue procédure de calibration, qu'un refroidissement du coupon plus lent que le refroidissement à l'air permet de générer des microstructures lamellaires recherchées.

La microstructure résultant de cet essai est présentée sur la *Figure 60*. Il est possible de constater que la microstructure obtenue est, conformément aux attentes, de type lamellaire, composée de lamelles de phase  $\alpha$  organisées en colonies.



**Figure 60 : Microstructure du TA6V ELI avec refroidissement ralenti.**

Cet essai permet donc de s'assurer qu'un refroidissement plus lent permet d'obtenir des microstructures lamellaires, nécessitant donc de reproduire, sur coupon ou ébauche, le profil de refroidissement d'une billette traitée en condition industrielle.

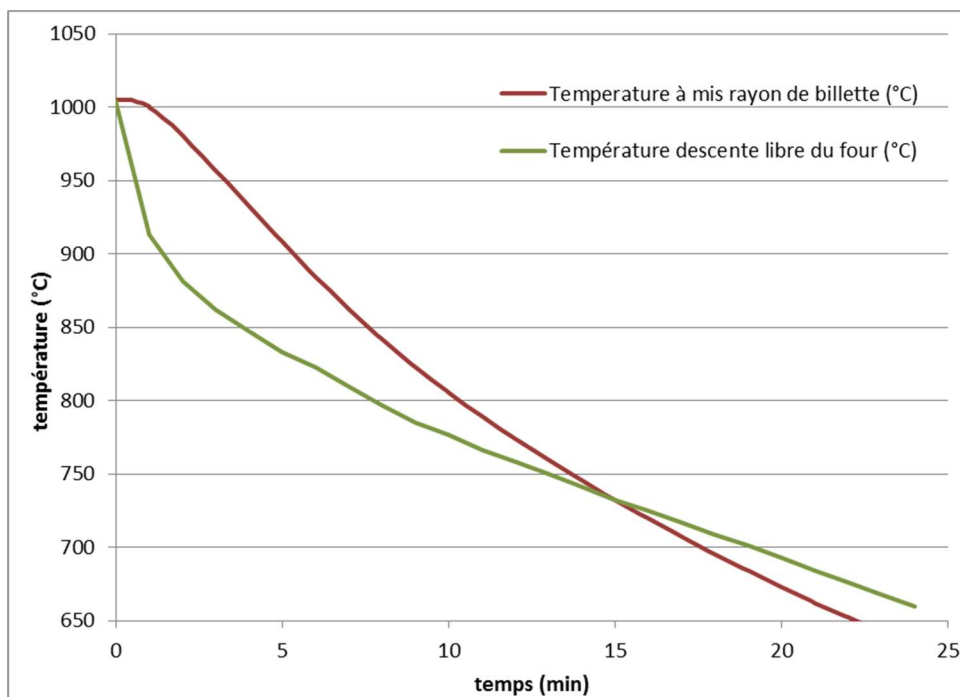
A la suite de cet essai, la procédure décrite par la suite est mise en place, afin d'obtenir une méthode de refroidissement donnant un profil de refroidissement plus proche des conditions industrielles et reproductible.

### (c) Protocole de refroidissement

Afin de s'approcher au plus près des conditions industrielles (refroidissement de billettes à l'air) sur des éléments beaucoup moins massifs, le contrôle fin des vitesses de refroidissement est nécessaire, de façon à reproduire le profil de refroidissement à mi rayon d'une billette traitée en conditions industrielles. La condition à mi-rayon est privilégiée par rapport à un refroidissement à cœur ou en surface car c'est dans cette zone que la partie utile des éprouvettes est située (cf [Figure 43](#)).

Ne disposant pas de moyens permettant ce contrôle de façon directe, des moyens détournés sont utilisés. Pour chaque type d'élément à traiter (coupon de microstructure, ébauche d'éprouvette de traction et ébauche d'éprouvette CT) un volume élémentaire de matière est utilisé afin de calibrer cette procédure de refroidissement par rapport au refroidissement industriel.

Dans un premier temps, le profil de refroidissement « libre » de chaque type d'élément dans le four, c'est-à-dire porte fermée et éléments chauffant désactivés, est déterminé. Pour tous les types d'éléments, deux phases caractéristiques sont identifiées et visibles sur la [Figure 61](#). Dans la première phase à haute température, le refroidissement dans le four est trop rapide par rapport au refroidissement souhaité alors qu'il apparaît trop lent dans la deuxième phase de fin de refroidissement.



**Figure 61 : Comparaison entre les refroidissements à mi-rayon de billette et l'ébauche dans le four.**

Les durées de refroidissement et les températures auxquelles intervient la transition entre les deux phases varient légèrement selon le type d'élément considéré, mais la méthodologie de calibration décrite par la suite reste identique et est réalisée sur chaque type d'éléments.

Pour éviter un refroidissement trop rapide, le maintien d'une chauffe lors de la première phase est utilisé tandis que l'ouverture partielle du four est utilisée dans la deuxième phase afin d'augmenter la ventilation du four et donc la vitesse de refroidissement.

A partir du profil de refroidissement « libre », la première étape de mise au point est de déterminer les paramètres de chauffe (température de consigne et délais entre deux consignes différentes) permettant

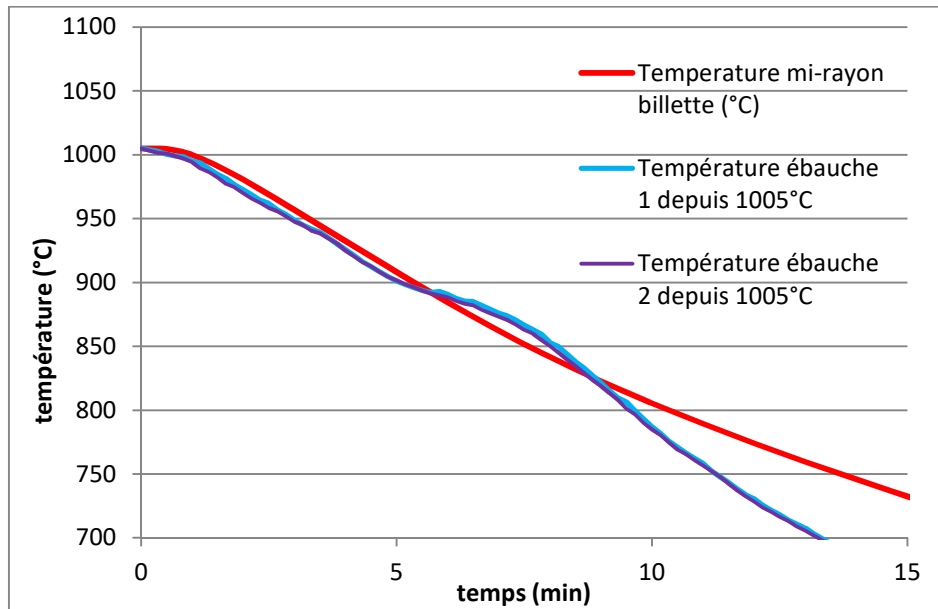
d'obtenir un refroidissement conforme à celui recherché. Ces paramètres sont déterminés minute par minute, à partir de la fin de la phase de maintien en température, par une démarche d'essais-erreurs.

Lorsque les paramètres de chauffe pour rendre le refroidissement conforme lors de la première phase sont déterminés, la deuxième étape consiste à déterminer l'ouverture requise afin d'accélérer le refroidissement dans la deuxième phase du refroidissement, toujours par une méthode essais-erreurs. Cette ouverture est réalisée avec des cales pour conserver la reproductibilité de la méthode entre deux traitements [Figure 62](#).



**Figure 62 : Cales d'ouverture du four.**

La comparaison entre deux refroidissements réalisés avec cette méthode, visible sur la [Figure 63](#) permet de constater que cette dernière présente une bonne reproductibilité (courbes bleu et violette).



**Figure 63 : Comparaison entre deux refroidissements réalisés dans les mêmes conditions que le refroidissement mi-rayon de billette.**

La comparaison avec le refroidissement en condition industrielle à mi-rayon de billette (courbe rouge) est aussi possible sur cette figure. On constate que sur le début du refroidissement, le refroidissement en four est très proche du refroidissement sur billette. A partir d'environ 825°C, il devient légèrement plus rapide.

Des résultats obtenus dans le cadre du projet Metaltechnics [64] montrent que, sur l'alliage Ti54M, de type  $\alpha\beta$  chimiquement proche du TA6V ELI, la vitesse de refroidissement en dessous de 800°C n'a pas d'influence significative sur la microstructure ou les propriétés mécaniques. Dans cette étude, deux traitements thermiques identiques à l'exception de leurs protocoles de refroidissement ont été comparés. Pour chacun des deux traitements le refroidissement est lent (1°C/min) depuis la température de traitement à  $T_{\beta}+90^{\circ}\text{C}$  jusqu'à 800°C. La différence entre les deux traitements réside dans la vitesse de refroidissement en dessous de 800°C qui dans un premier cas est maintenue lente et dans le second est rapide. Les microstructures issues de ces deux traitements, ainsi que les propriétés mécaniques de traction, ténacité et fatigue déterminées sont identiques, confirmant le fait que la vitesse de refroidissement en dessous de 800°C n'a pas d'influence sur la microstructure ou les propriétés mécaniques de l'alliage Ti54M.

Ainsi le décalage entre refroidissement industriel et en laboratoire n'apparaissant pas au début du refroidissement, phase la plus critique, et en considérant les résultats mentionnés sur le Ti54M dont le transus  $\beta$  est 20°C en dessous de celui du TA6V ELI, la calibration obtenue est jugée satisfaisante et utilisée par la suite.

#### 4.1.3 Description des traitements thermiques réalisés

##### (a) TA6V ELI

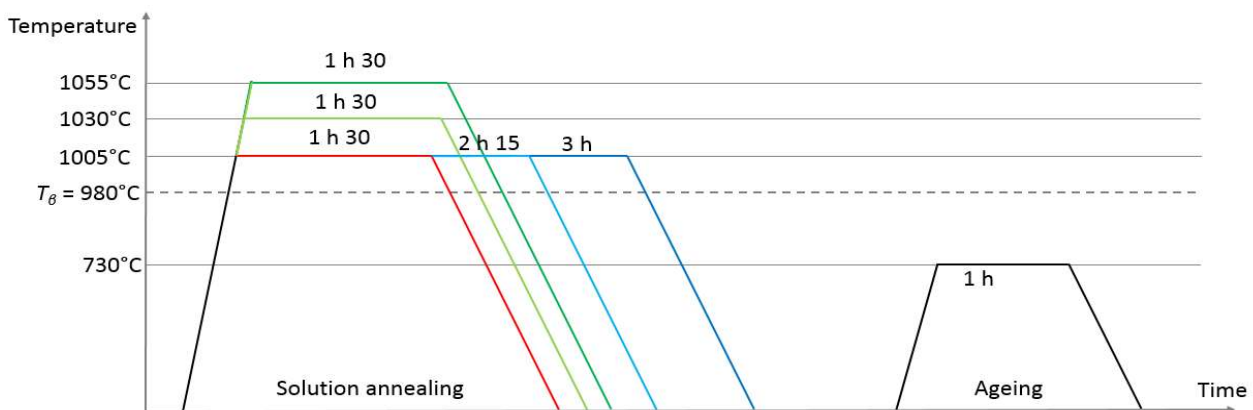
Plusieurs traitements thermiques différents en termes de température de maintien et de durée de maintien sont réalisés.

Le traitement thermique de référence est ici l'adaptation aux moyens du laboratoire du traitement industriel, décrit dans le [paragraphe 3.1.2](#), à savoir 1h30 de maintien à  $T_{\beta}+25^{\circ}$  avec un refroidissement à l'air, suivi d'un recuit de 1h à  $730^{\circ}\text{C}$  avec refroidissement à l'air.

A partir de cette référence, deux traitements thermiques sont réalisés avec des températures de maintien différentes,  $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$  et  $T_{\beta}+75^{\circ}\text{C}$ , en conservant une durée de maintien de 1h30.

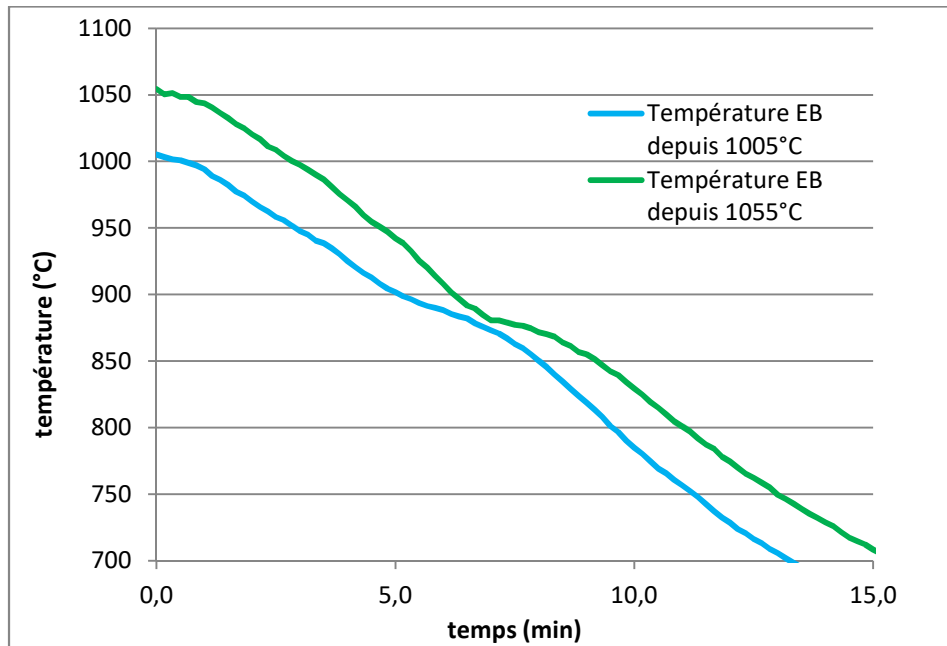
Deux autres traitements sont réalisés en conservant la température de maintien à  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$ , mais en modifiant la durée de maintien, 2h15 et 3h.

Ces quatre traitements ont en commun la montée progressive et le refroidissement contrôlé décrits dans le paragraphe précédent, ainsi que le recuit identique pour tous les traitements. Ces différents traitements sont résumés dans la [Figure 64](#).



**Figure 64 : Traitements thermiques réalisées sur le TA6V ELI.**

Pour les traitements à des températures supérieures à celle du traitement de référence, il est choisi de conserver les mêmes vitesses de refroidissement tout au long du refroidissement, résultant en une translation verticale du profil de refroidissement, visible sur le graphique de la [Figure 65](#). Toutefois, en fin de première phase du refroidissement, i.e. vers  $900^{\circ}\text{C}$ , le refroidissement depuis  $1055^{\circ}\text{C}$  présente une vitesse de refroidissement plus élevée, amenant à un rapprochement des deux courbes visibles sur la [Figure 65](#) lors de la transition entre les deux phases de refroidissement. Cette légère différence est considérée comme négligeable dans la suite des travaux.



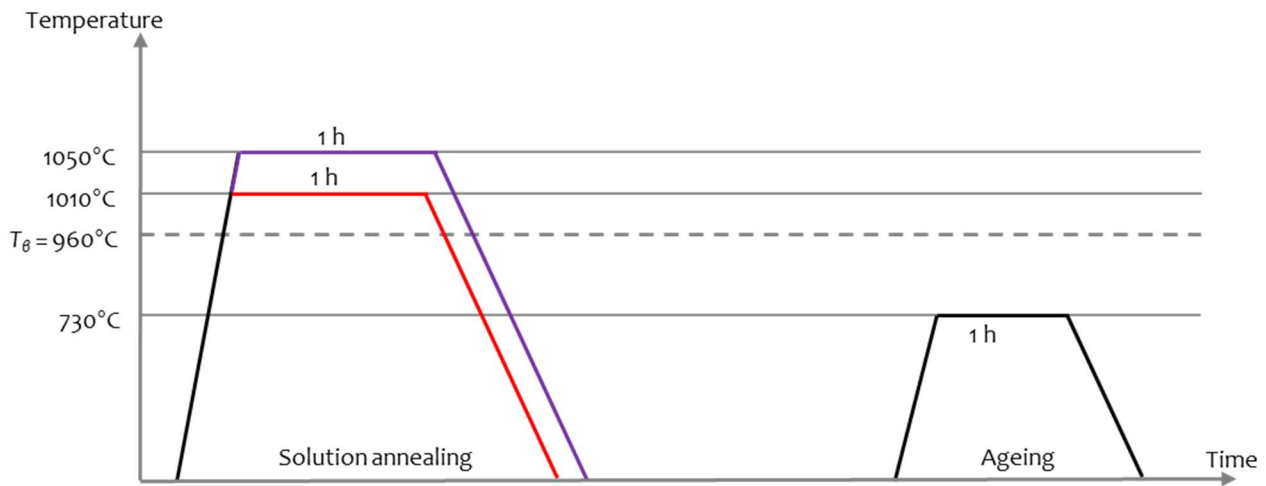
**Figure 65 : Comparaison des profils de refroidissement depuis 1005°C et 1055°C.**

Du fait de la taille réduite des ébauches par rapport à une billette, un autre point d'attention a été de s'assurer que les éléments traités thermiquement n'ont pas subi de contamination chimique lors du maintien en température notamment du fait de la grande affinité de l'oxygène dans le titane. En effet, il est connu qu'au-delà de la couche d'alpha-case (oxyde de titane) se formant en surface du titane lors de traitement en température l'oxygène peut pénétrer bien plus en profondeur dans le matériau et affecter de façon significative ses propriétés. Lors de traitements industriels sur des billettes ou des ébauches de pièces cette épaisseur affectée par l'oxygène est systématiquement supprimée par les étapes d'usinage.

Dans le cas présent, des calculs et simulations ont été réalisés par Aubert et Duval & afin d'estimer la profondeur de diffusion de l'oxygène lors des traitements thermiques et ainsi s'assurer que les essais mécaniques sont réalisés dans une zone non affectée chimiquement. Dans le cas du traitement à plus haute température ( $T_{\beta}+75^{\circ}\text{C}$ ) et le plus long (3h), donc le cas pour lequel la couche affectée serait la plus importante, l'épaisseur de la couche potentiellement affectée par l'oxygène est de l'ordre de 700  $\mu\text{m}$ . Les tailles des ébauches traitées ont donc été définies afin d'assurer un minimum de 2 mm entre la surface libre de l'ébauche et la surface usinée/polie des éprouvettes et donc s'affranchir de toute potentielle contamination chimique

## (b) Ti54M

L'alliage Ti54M est soumis à deux traitements thermiques (*Figure 66*) en variant uniquement la température de maintien, en conservant la même durée de traitement. Le premier traitement consiste en une mise en solution de 1h à  $T_{\beta}+90^{\circ}\text{C}$ , qui afin d'obtenir une taille d'ex-grain  $\beta$  similaire avec celle du traitement à  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$  durant 1h30 sur l'alliage TA6V ELI. Le deuxième traitement est une mise en solution de 1h à  $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$ . Pour chacune de ces mises en solution, un revenu similaire à celui effectué sur l'alliage TA6V ELI est effectué, de 1h à  $730^{\circ}\text{C}$ .



**Figure 66 : Traitements thermiques réalisées sur le Ti54M.**

De plus, la vitesse de refroidissement lors des traitements sur l'alliage Ti54M est modifiée par rapport au TA6V ELI pour tenir compte de la différence de taille des billettes (diamètre 250mm pour l'alliage Ti54M contre 180mm pour l'alliage TA6V ELI)

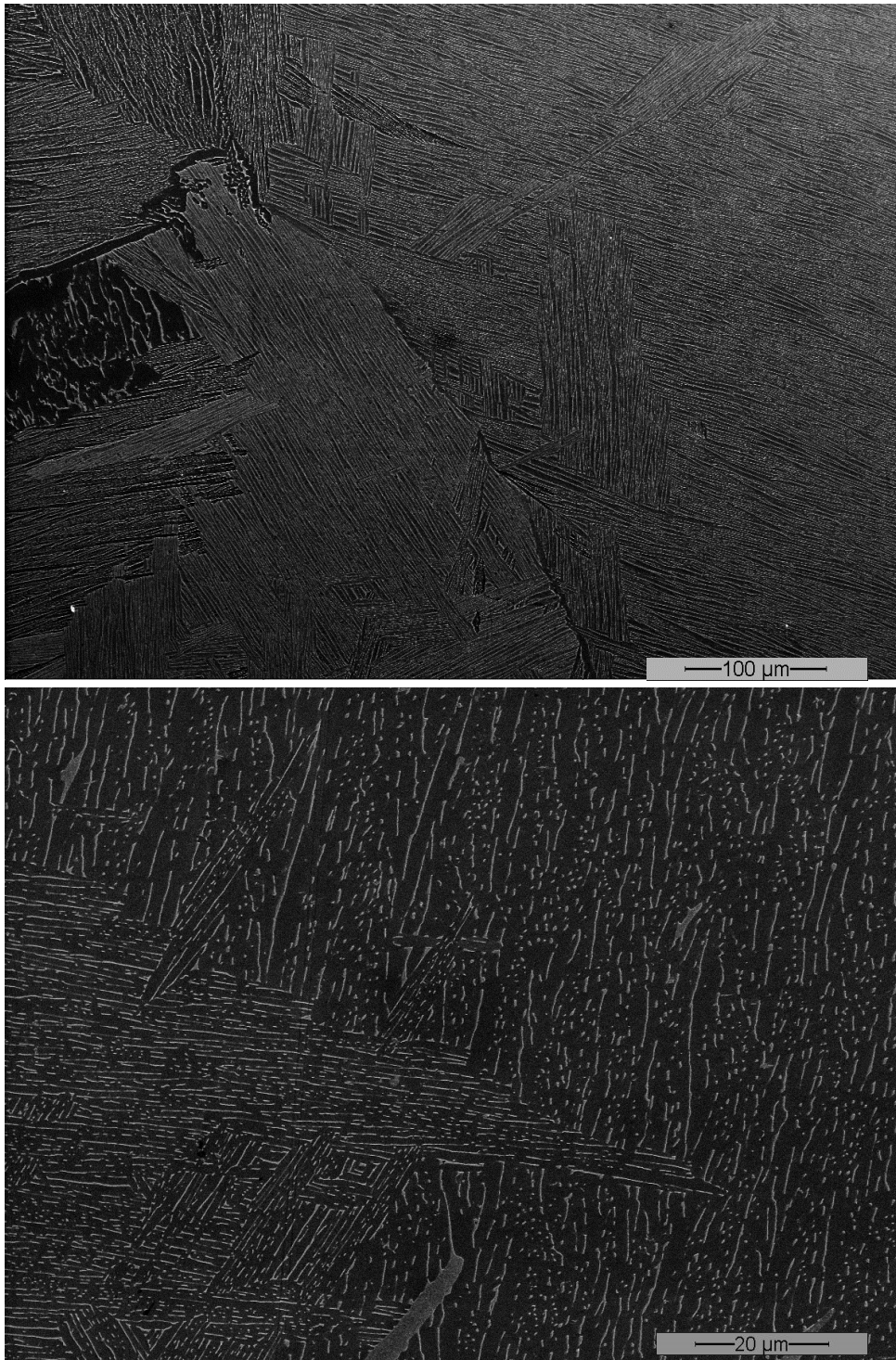
#### 4.2 Analyse des microstructures issues de traitements thermiques en laboratoire

Les résultats présentés dans ce chapitre sont issus de traitements thermiques réalisés sur des ébauches d'éprouvette CT. Comme mentionné dans le [paragraphe 3.1.4](#), la partie correspondant à l'entaille des ébauches a été prélevée afin de réaliser les analyses microstructurales et assurer une vision au plus juste des microstructures testées. Les tailles de paramètres microstructuraux ici présentés sont obtenus avec les méthodes décrites dans [l'annexe 12.4 Méthode d'analyse de microstructure](#).

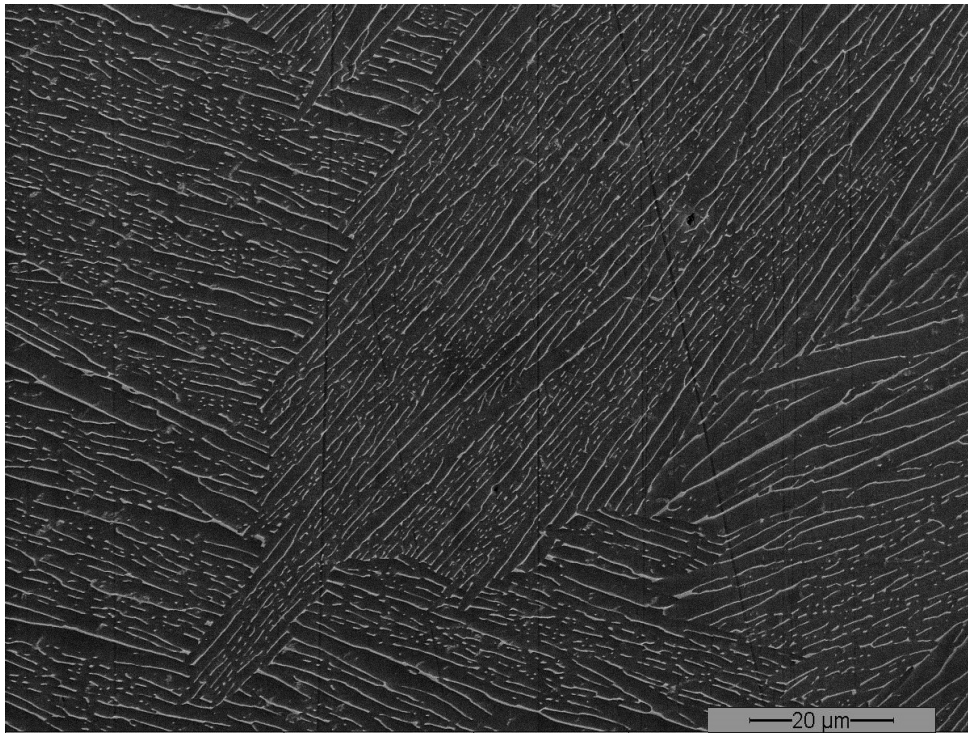
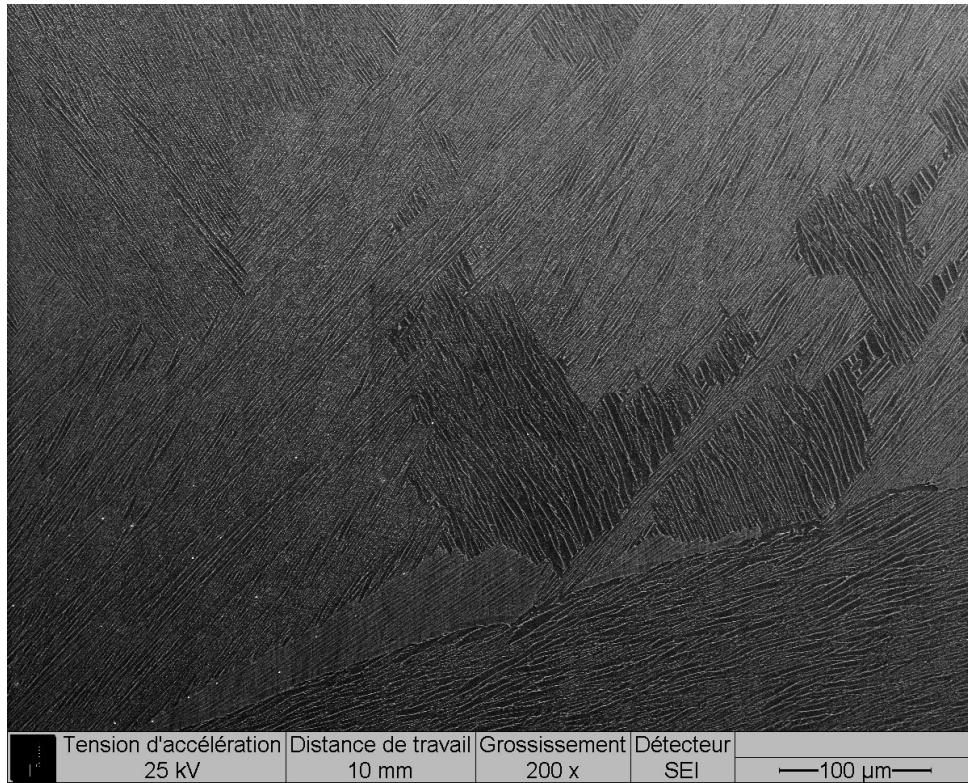
##### 4.2.1 Variation du temps de maintien

L'impact du temps de maintien est analysé via la comparaison de trois temps de maintien, 1h30, 2h15 et 3h, dans les deux cas à une température  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$  sur des ébauches de l'alliage TA6V ELI. Les microstructures lamellaires issues des traitements minimum et maximum sont présentées dans la [Figure 67](#) et la [Figure 68](#). En première approximation, les deux microstructures obtenues ne semblent pas présenter de différences majeures.





**Figure 67 : Microstructure TA6V ELI avec maintien de 1h30 à  $T\beta+25^{\circ}\text{C}$ .**



**Figure 68 : Microstructure TA6V ELI avec maintien de 3h à  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$ .**

Cependant, une analyse plus statistique des paramètres microstructuraux permet de mettre en évidence d'une part une modification de la tailles des ex-grains beta et d'autres part l'absence d'impact significatif de la durée de traitement sur l'épaisseur des colonies ou des lamelles, [Tableau 12](#).

Élément	Paramètre	Maintien 1h30	Maintien 2h15	Maintien 3h
Taille des ex grains $\beta$ ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures (intersections):	124	102	76
	moy	1283	1614	1686
	max	1451	1685	1857
	min	1173	1544	1597
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	108	59	101
Épaisseur colonie ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures	99	98	128
	moy	461	466	425
	max	1156	1164	1287
	min	79	95	63
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	292	294	225
Épaisseur lamelles ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures	840	950	930
	moy	1,26	1,24	1,39
	max	2,18	2,03	2,23
	min	0,70	0,63	0,84
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	0,29	0,32	0,34

**Tableau 12: Comparaison des paramètres microstructuraux en fonction de la durée de maintien.**

Ainsi l'augmentation de la durée du maintien en température à  $T+25^{\circ}\text{C}$  de 1h30 à 2h15 se traduit par une augmentation de la taille des ex-grains beta de l'ordre de 26% et cette augmentation atteint 31% lorsque la durée de maintien est allongée jusqu'à 3h. Cette augmentation s'explique par l'augmentation de la durée de croissance des grains  $\beta$  lorsque la durée de mise en solution au-dessus du transus  $\beta$  est augmentée.

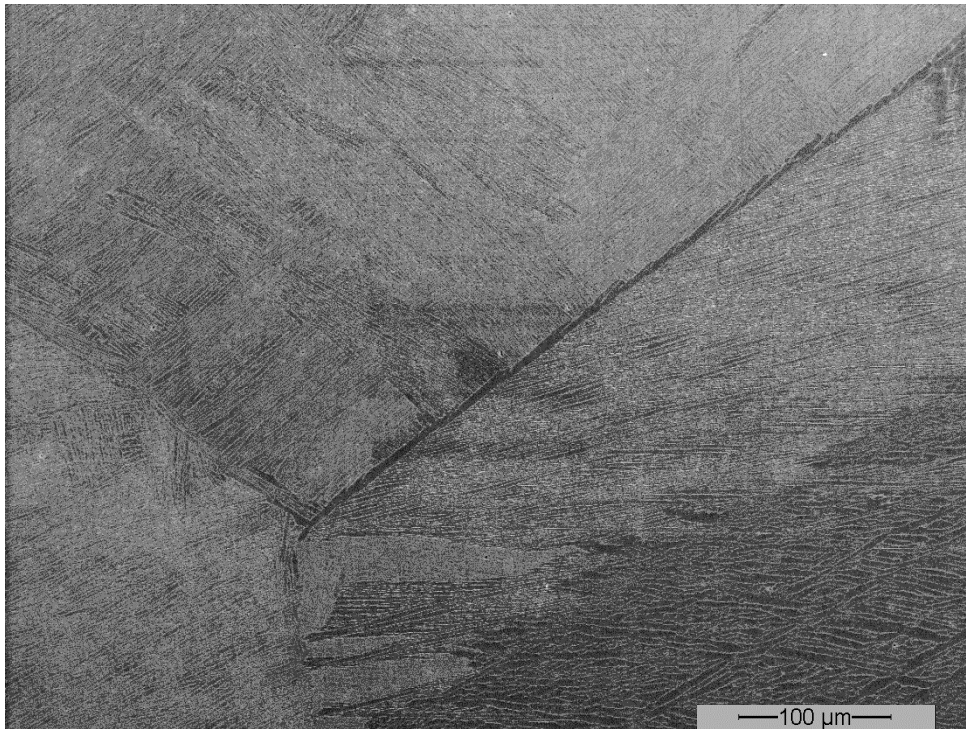
Pour ce qui concerne l'évolution de l'épaisseur des colonies, malgré des mesures sur une centaine de colonies différentes, il paraît très difficile de déterminer une influence claire du temps de maintien sur le paramètre microstructural. En effet, les valeurs moyennes sont relativement proches, pas de variation entre 1h30 et 2h15 de traitement et une baisse de 8% entre 1h30 et 3h de maintien, mais aussi et surtout la variabilité des mesures effectuées est très importante (entre 225 et 294  $\mu\text{m}$  pour des valeurs moyennes de 425 à 466  $\mu\text{m}$ ) ce qui ne permet en aucun cas de tirer des conclusions claires.

Le dernier paramètre microstructural caractérisé ici est l'épaisseur des lamelles. Aucune variation de ce paramètre n'a pu être mise en évidence lorsque le maintien est augmenté de 1h30 à 2h15 et seule une légère augmentation (10%) est notée lorsque la durée est allongée jusqu'à 3h. Néanmoins, tout comme pour le cas des tailles de colonies, les écarts-types sur les mesures restent importants au regard des valeurs elles-mêmes ; l'« augmentation » mesurée ne saurait donc être considérée comme significative.

Cette absence de variation significative peut s'expliquer par un refroidissement strictement identique à la suite des trois temps de maintien, le refroidissement étant connu pour être l'étape pilotant la croissance de lamelles.

#### 4.2.2 Variation de la température de traitement

Dans cette partie, l'impact de la température de traitement est étudié. Les variations de températures de maintien lors de la mise en solution sont réalisées sur des ébauches des deux alliages TA6V ELI et Ti54M. Pour rappel, 3 températures de maintien ont été testées pour le TA6V ELI avec un temps de maintien de 1h30 et 2 pour le Ti54M, avec un temps de maintien fixé à 1h. Dans tous les cas, les traitements thermiques génèrent des microstructures lamellaires. Pour ce qui concerne le TA6V ELI, les microstructures générées par les traitements à  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$  et  $T_{\beta}+75^{\circ}\text{C}$  sont présentées dans la [Figure 67](#) et dans la [Figure 69](#) respectivement. Celles obtenues pour l'alliage Ti54M avec des températures de maintien à  $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$  et  $T_{\beta}+90^{\circ}\text{C}$  sont présentées sur les [Figure 70](#) et [Figure 71](#) respectivement.



**Figure 69 : Microstructure TA6V ELI avec maintien de 1h30 à  $T_{\beta}+75^{\circ}\text{C}$ .**



**Figure 70 : Microstructure Ti54M avec maintien de 1h à Tβ+50°C.**



**Figure 71 : Microstructure Ti54M avec maintien de 1h à Tβ+90°C.**

Tout comme lors de l'analyse de l'impact de la durée de traitement, l'effet de la température de traitement a été évalué par une analyse statistique des paramètres microstructuraux du premier ordre des différentes microstructures générées. En effet, ici encore les observations des micrographies ne permettent pas de mettre en évidence de tendance claire quant à l'impact du temps de traitement sur la taille des ex-grains  $\beta$ , de colonies ou des lamelles. Les différentes tailles des différents éléments constitutifs de la microstructure sont présentées dans le [Tableau 13](#) pour l'alliage TA6V ELI et dans le [Tableau 14](#) pour l'alliage Ti54M.

Élément	Paramètre	Traitement à $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$	Traitement à $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$	Traitement à $T_{\beta}+75^{\circ}\text{C}$
Taille des ex grains $\beta$ ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures (intersections):	124	104	88
	moy	1283	1615	1764
	max	1451	1766	2020
	min	1173	1522	1511
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	108	100	215
Épaisseur colonie ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures	99	87	72
	moy	461	501	436
	max	1156	1386	1158
	min	79	72	81
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	292	359	283
Épaisseur lamelles ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures	840	890	1010
	moy	1,26	1,29	1,35
	max	2,18	2,46	2,42
	min	0,70	0,78	0,79
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	0,29	0,36	0,43

**Tableau 13: Comparaison des paramètres microstructuraux en fonction de la température de maintien pour l'alliage TA6V ELI.**

Dans le cas des traitements sur le TA6V ELI, les évolutions de microstructure observées sont similaires à celles observées pour les variations de temps de mise en solution. En effet une augmentation de la taille des ex-grains  $\beta$  est observée ; d'environ 26% lorsque le traitement est effectué à  $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$  au lieu de  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$  et de 37% lorsqu'il est effectué à  $T_{\beta}+75^{\circ}\text{C}$ . En revanche aucune variation significative des épaisseurs de colonies et des lamelles ne peut être mise en évidence et ici encore la variabilité des mesures empêche toute conclusion quant à une potentielle influence de la température de traitement dans le domaine beta sur la taille des colonies ou des lamelles. L'augmentation de la taille des ex-grains  $\beta$  s'explique par une cinétique de croissance des grains  $\beta$  accélérée par la température plus importante au-dessus de  $T_{\beta}$ .

Dans le cas du Ti54M, les résultats de l'analyse statistique sont en adéquation avec ceux obtenus sur le TA6V ELI : ni la taille des colonies, ni celle des lamelles n'est impactée. Ici encore, la variabilité des mesures des tailles de colonies et de lamelles reste très importante. L'augmentation de la température de traitement se répercute sur la taille des ex-grains  $\beta$  avec une augmentation de près de 17% entre le traitement à  $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$  et celui à  $T_{\beta}+90^{\circ}\text{C}$ . Cette augmentation directement liée à la température de maintien au-delà du transus beta est cohérente avec les informations disponibles dans la bibliographie [65].

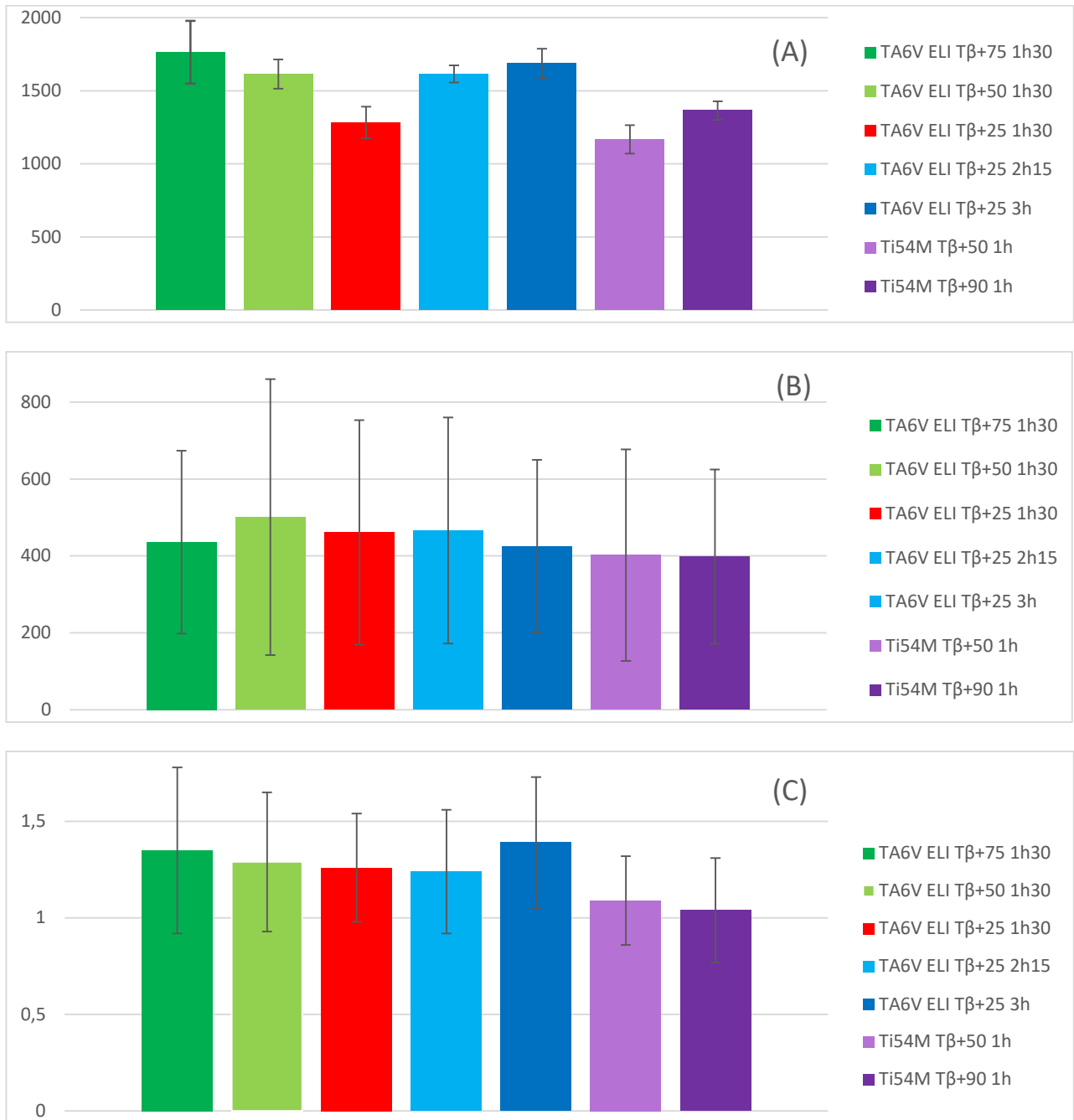
Élément	Paramètre	Traitement à $T_{\beta}+50^{\circ}\text{C}$	Traitement à $T_{\beta}+90^{\circ}\text{C}$
Taille des ex grains $\beta$ ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures (intersections):	87	91
	moy	1168	1365
	max	1332	1399
	min	1059	1311
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	97	63
Epaisseur colonie ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures	97	110
	moy	402	398
	max	1301	1224
	min	73	69
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	275	227
Epaisseur lamelles ( $\mu\text{m}$ )	nb de mesures	460	450
	moy	1,09	1,04
	max	1,56	2,25
	min	0,72	0,73
	Écart type ( $\mu\text{m}$ )	0,23	0,27

**Tableau 14: Comparaison des paramètres microstructuraux en fonction de la température de maintien pour l'alliage Ti54M.**

#### 4.2.3 Résumé des influences des traitements thermiques sur la microstructure

L'influence des différents traitements thermiques réalisés sur les caractéristiques microstructurales des alliages TA6V ELI et Ti54M est résumée sur les histogrammes de la *Figure 72*.





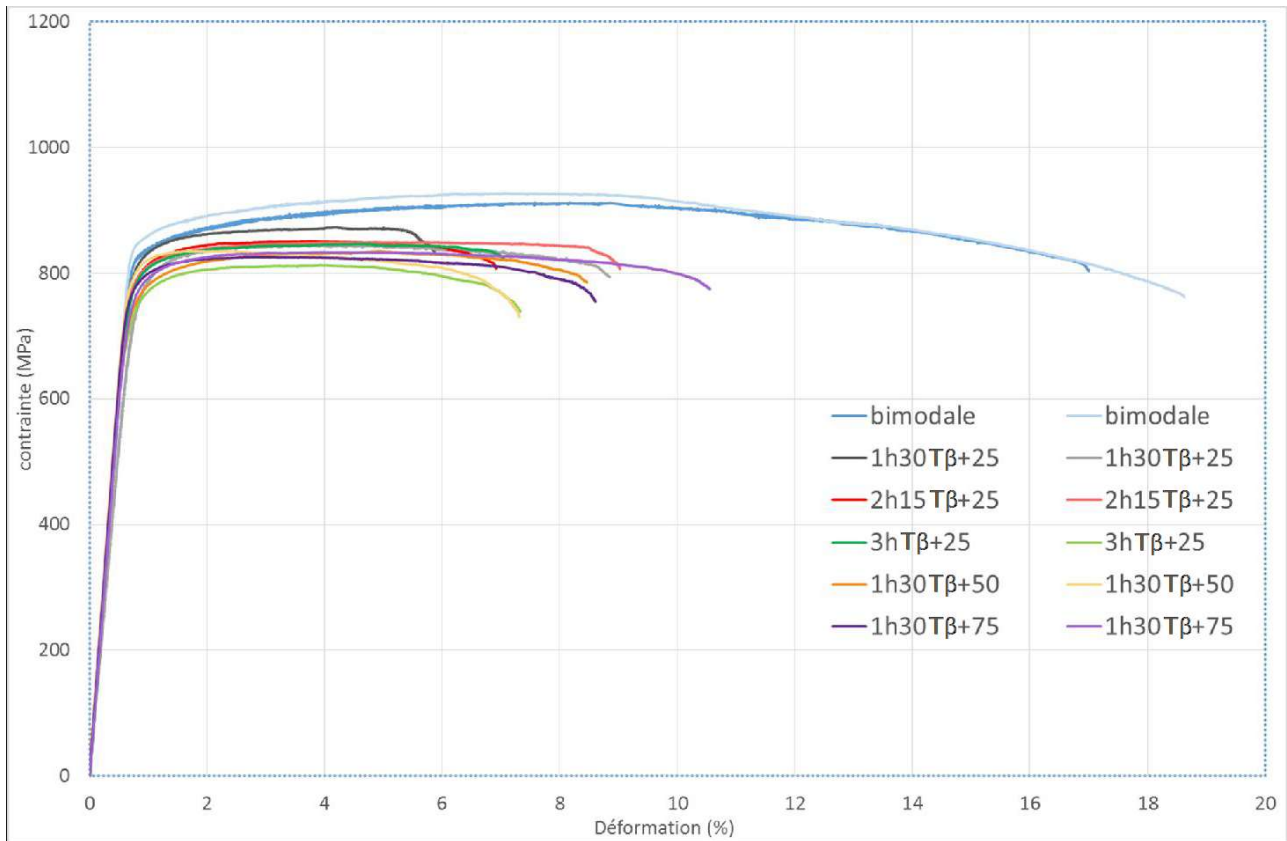
**Figure 72 : Histogrammes des tailles de paramètres microstructuraux, ex-grain  $\beta$  (A), colonies (B) et lamelles (C).**

Ces histogrammes mettent en évidence une microstructure générale plus fine du Ti54M. Malgré les écart-types très importants mentionnés précédemment et illustrés sur la [Figure 72](#) il semblerait que les tailles de colonies et de lamelles aient tendance à être plus faibles dans le cas des deux microstructures du Ti54M même si ces variations restent très limitées. En revanche, la différence de taille de microstructure est plus visible lors de la comparaison des tailles des ex-grains beta dans la mesure où les plus gros ex-grains beta générés sur le Ti54M, observés pour le traitement à la plus haute température (1h à  $T\beta+90^\circ\text{C}$ ), sont similaires à ceux observés sur le TA6V ELI pour le temps le plus court et la température la plus faible (1h30 à  $T\beta+25^\circ\text{C}$ ).

### 4.3 Comportement en traction des états bruts de réceptions $\alpha\beta$ et $\beta$

Des essais de traction sont réalisés sur deux éprouvettes issues de chaque traitement thermique afin de déterminer les propriétés mécaniques statiques principales de chacune des microstructures générées. Les

courbes obtenues sont présentées sur les *Figure 73* et *Figure 74* et un récapitulatif des propriétés est fourni dans le *Tableau 15*.



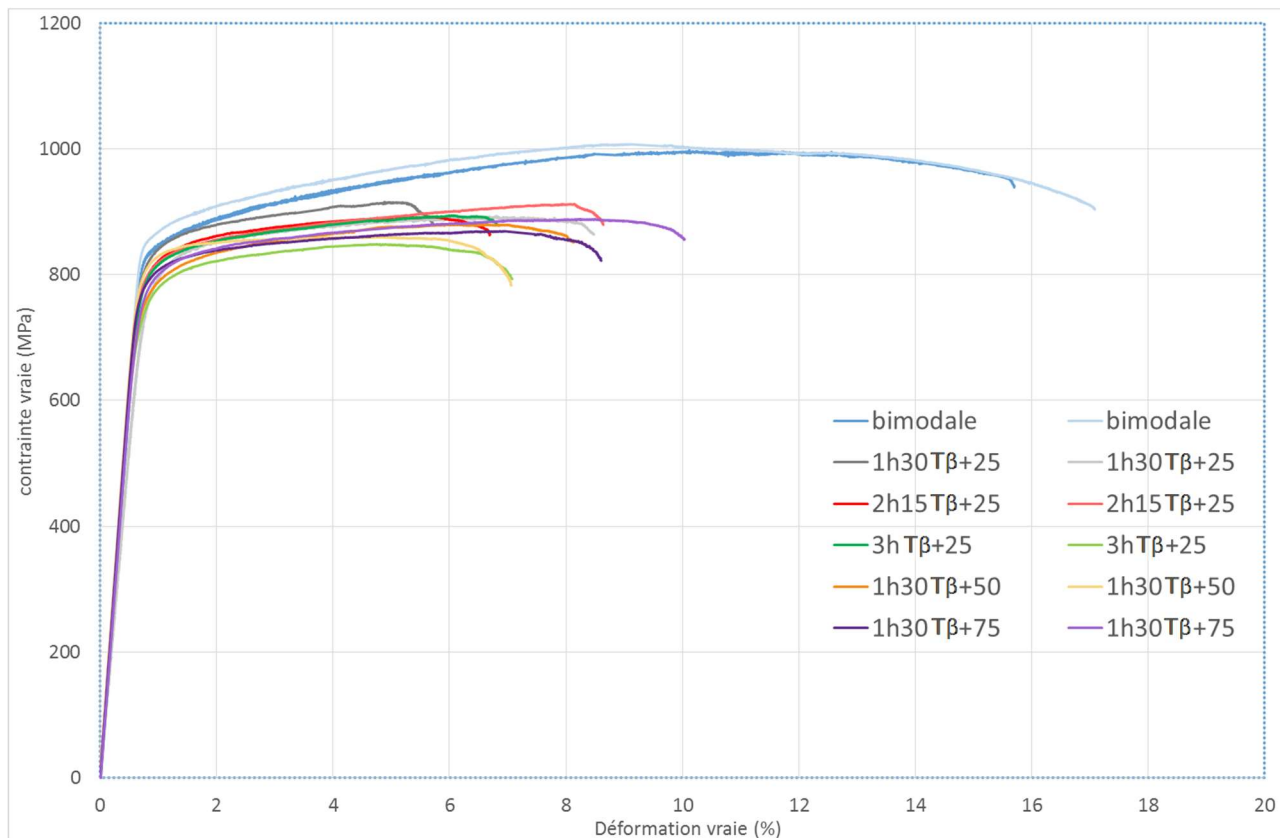
**Figure 73 : Courbes de traction conventionnelles TA6V ELI.**

Les valeurs de déformation vraie et contrainte vraie utilisées dans la *Figure 74* sont calculées, jusqu'à striction, comme suit :

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon)$$

$$\sigma_v = \sigma * (1 + \varepsilon)$$

Avec  $\varepsilon$  mesuré par l'extensomètre et  $\sigma = \frac{F}{S_0}$ .



**Figure 74 : Courbes de traction rationnelles TA6V ELI.**

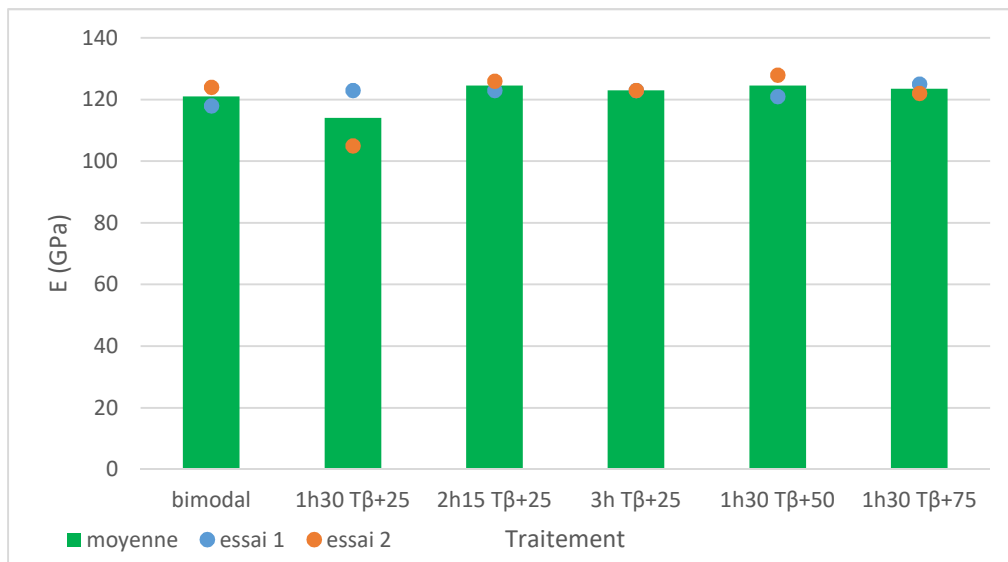
De façon générale, la microstructure bimodale est plus performante tant d'un point de vue de la résistance que de l'allongement à rupture que les microstructures lamellaires. Les microstructures lamellaires entre elles ont un comportement globalement similaire même si des variations sont observées en termes d'allongement ou de résistance.

Après la phase élastique, la contrainte se stabilise assez rapidement à la valeur de contrainte maximale illustrant un très faible écrouissage des microstructures considérées (à partir d'une déformation d'environ 2%) et forme un plateau. A partir d'environ 5% de déformation la contrainte diminue du fait de la striction qui intervient avant la rupture. La variabilité constatée pour les microstructures lamellaires est principalement attribuée à la relative faible section de la partie utile des éprouvettes de traction face à la taille des microstructures lamellaires considérées. En effet, au vue de la taille de la partie utile des éprouvettes de traction et des microstructures lamellaires considérées, chaque section contient en moyenne 90 colonies répartie dans 6 à 11 ex grains  $\beta$ . Ainsi, les résultats obtenus permettront d'obtenir des tendances sur l'influence des traitements thermiques sur les propriétés statiques, plus que des valeurs précises qui nécessiteraient un nombre plus important d'essais.

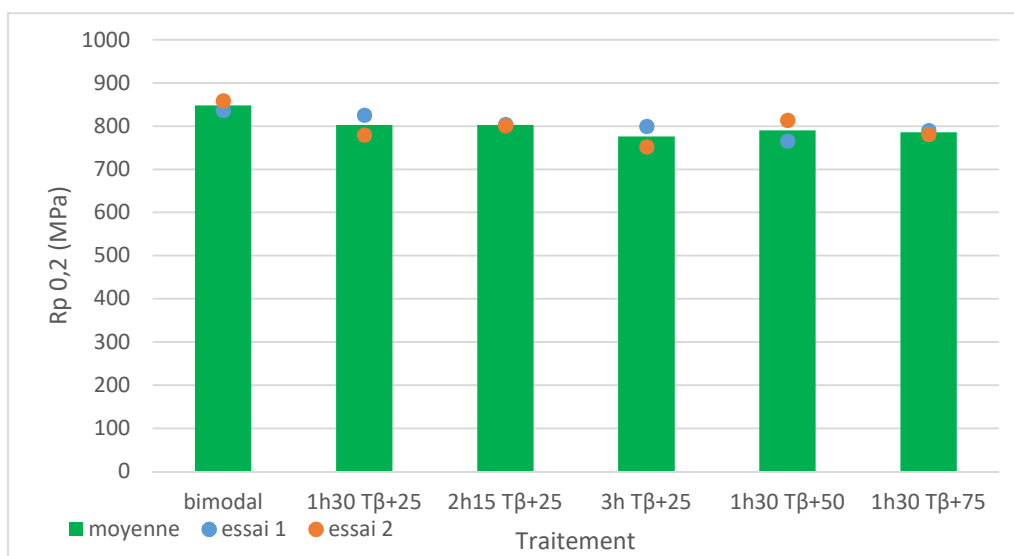
Le détail des propriétés statiques obtenues est présenté dans le [Tableau 15](#) et les [Figure 75](#), [Figure 76](#), [Figure 77](#) et [Figure 78](#).

Microstructure	E (GPa)	Rp 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A%
bimodale	118	837	995	14,9
	124	859	1006	16,4
T $\beta$ +25°C 1h30	123	826	915	5,1
	105	780	892	7,8
T $\beta$ +25°C 2h15	123	804	891	6,2
	126	801	912	8,5
T $\beta$ +25°C 3h	123	800	894	6,3
	123	752	848	6,5
T $\beta$ +50°C 1h30	121	766	879	7,5
	128	814	859	6,6
T $\beta$ +75°C 1h30	125	790	868	8,2
	122	781	888	9,5

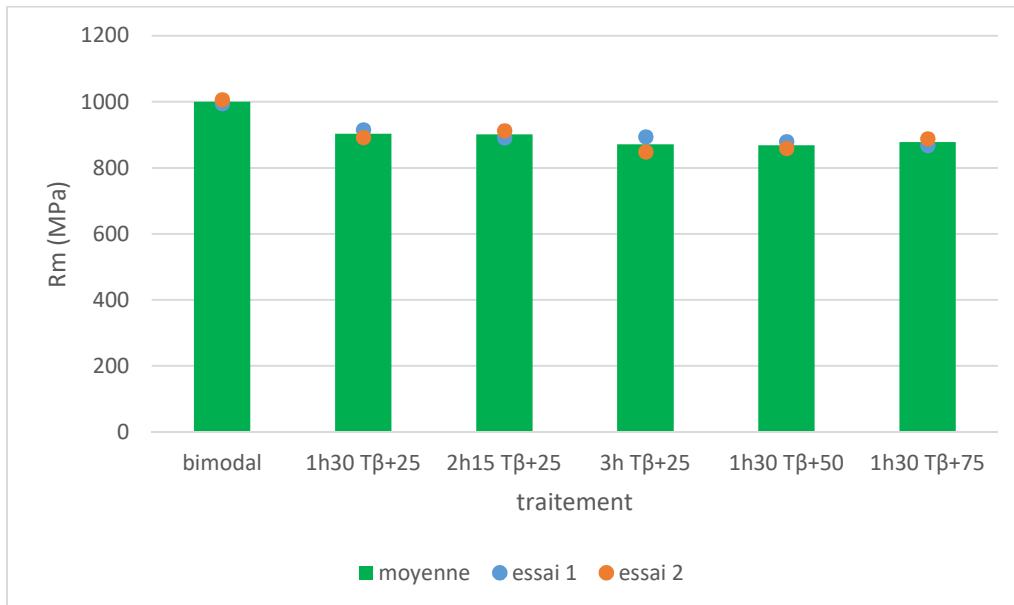
**Tableau 15 : Propriétés statiques du TA6V ELI suite aux différents traitements.**



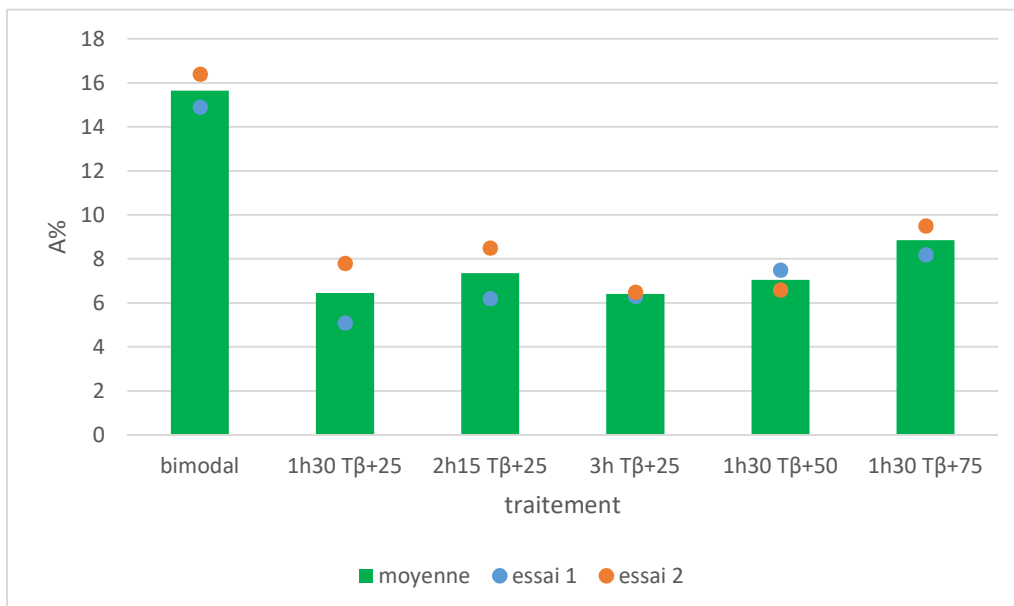
**Figure 75 : Modules d'Young estimés à partir des essais de traction.**



**Figure 76 : Limite élastique estimées à partir des essais de traction.**



**Figure 77 : Contrainte maximale estimées à partir des essais de traction.**



**Figure 78 Allongement à rupture estimés à partir des essais de traction.**

Les modules d'Young ici estimés sont similaires pour les 6 microstructures testées, avec une rigidité légèrement supérieure à la littérature sur ce matériau. Cependant, ces valeurs restent proches des valeurs de la littérature et de celles communiquées par les élaborateurs pour ce matériau [48], [52], [66], [67]. La différence entre les deux types de microstructures se situe au niveau des limites élastique et contrainte maximale, supérieures pour la microstructure bimodale. L'allongement à rupture est quant à lui en moyenne deux fois supérieur pour la microstructure bimodale que pour les microstructures lamellaires. Ces différences sont cohérentes avec la littérature à ce sujet [34], [68].



## 5 Etude de la propagation avant et après le phénomène de transition et comparaison des microstructures lamellaire VS bimodale

### 5.1 Comportement en fissuration des états bruts de réceptions $\alpha\beta$ et $\beta$ de l'alliage TA6V ELI

Ce chapitre traite des résultats des essais de propagation menés sur des éprouvettes issues des billettes brutes de réception. Deux états microstructuraux sont ici étudiés. Le premier est une microstructure bimodale  $\alpha\beta$  (coulée 305735C) brute de forge, le second une microstructure lamellaire  $\beta$  (coulée 306266C) issue d'un traitement  $\beta$  (mise en solution de 1h30 à  $T_{\beta}+25^{\circ}\text{C}$  suivit d'un revenu de 1h à  $730^{\circ}\text{C}$ ) en conditions industrielles sur billette.

#### 5.1.1 Courbes de propagation

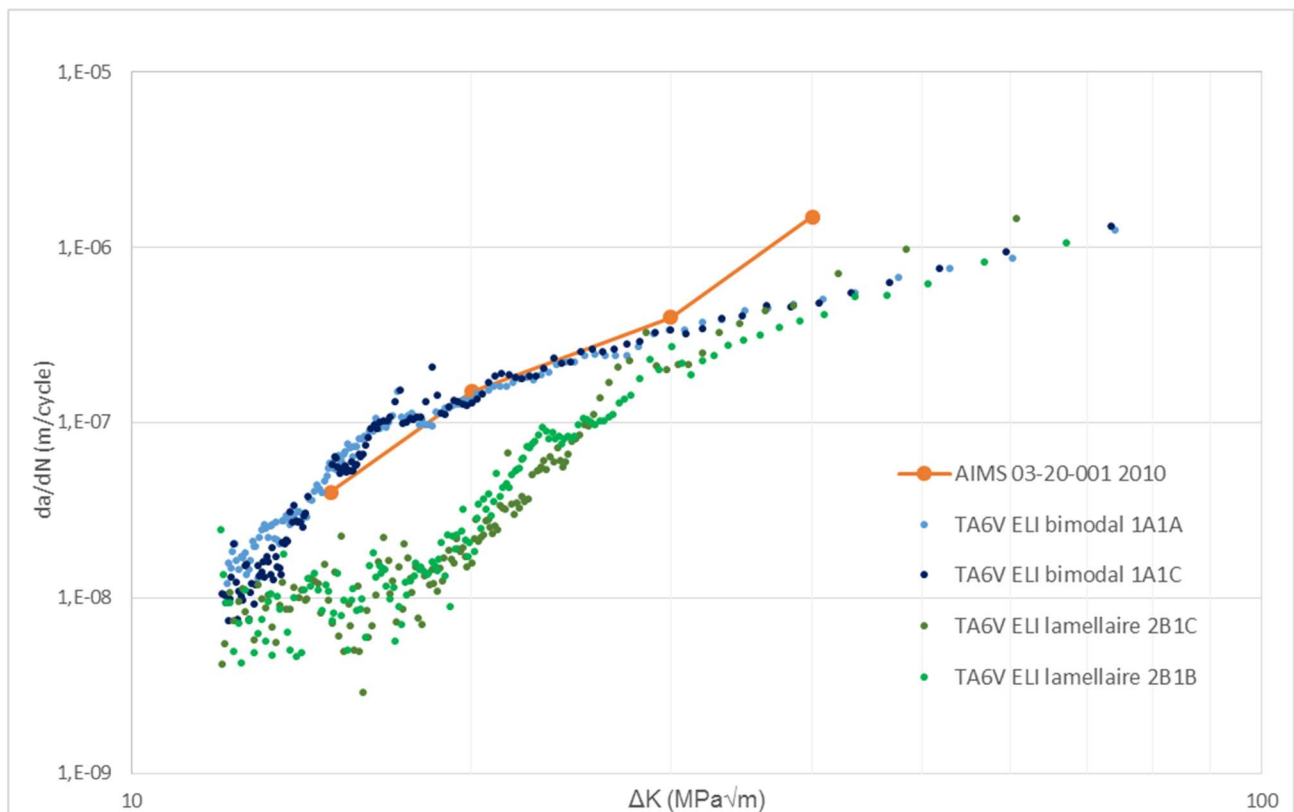


Figure 79 : courbes de propagation du TA6V ELI bimodal et lamellaire.

Les courbes présentées dans la [Figure 77](#) représentent les résultats issues de 2 éprouvettes à l'état bimodal (coulée 305735C) et de 2 éprouvettes à l'état lamellaire (coulée 306266C). On peut tout d'abord constater que ces essais présentent une bonne reproductibilité, puisque pour chaque microstructure, les points des deux essais présentent une superposition satisfaisante, avec de faibles écarts entre les deux courbes.

On peut aussi remarquer qu'à partir de  $\Delta K=15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  et jusqu'à environ  $\Delta K=30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , la microstructure lamellaire, comme attendu, présente une résistance à la propagation de fissure supérieure à celle de la microstructure bimodale. A partir de  $\Delta K=35\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , les courbes de propagation des deux types de microstructures considérées se rejoignent. Cette observation confirme la transition entre un régime de propagation fortement influencé par la microstructure et un régime moins sensible, mentionnée dans le [paragraphe 2.3.3](#), avec des vitesses qui se rejoignent après la transition, malgré les microstructures très différentes. Pour la microstructure lamellaire, cette transition se reflète par une rupture de pente, visible à

23MPa√m pour l'éprouvette 2B1B et 27 MPa√m pour l'éprouvette 2B1C. De plus, on observe une dispersion plus importante à faible  $\Delta K$  pour les microstructures lamellaire que pour les bimodales.

Enfin, on peut constater que la microstructure bimodale ne répond pas aux exigences fixées par la norme AIMS [69], alors que la microstructure lamellaire répond à cette norme.

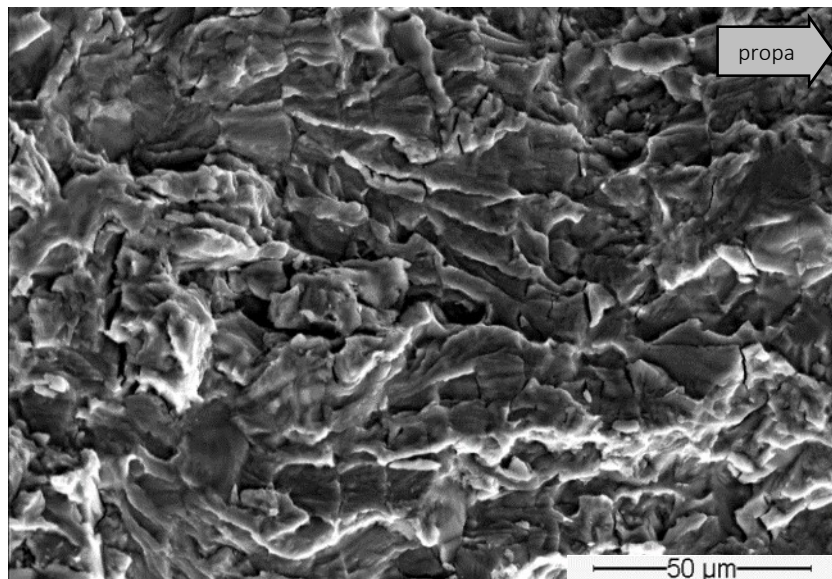
### 5.1.2 Analyse des chemins de fissuration et des surfaces de rupture

Les surfaces de rupture et chemins de propagation présentés ici sont ceux des éprouvettes dont les résultats de propagation ont été présentés dans la partie précédente.

#### (a) Etat bimodal $\alpha\beta$

Les surfaces de ruptures ont été observées au MEB pour différentes valeurs de  $\Delta K$  au cours de la propagation. Les *Figure 78*, *Figure 79*, *Figure 80* et *Figure 81* représentent différents stages de propagation, respectivement  $\Delta K = 15$  MPa√m, 25 MPa√m, 35 MPa√m et 45 MPa√m.

On peut observer une faible évolution de la morphologie de la surface de propagation, qui reste similaire sur la plage de  $\Delta K$  considérée. Pour chaque niveau de sollicitation, de petites facettes de 10  $\mu\text{m}$  à 20  $\mu\text{m}$ , taille des nodules de la microstructure bimodale, sont visibles avec des stries visibles à partir de  $\Delta K=35$ MPa√m. De plus, les surfaces de rupture présentent un relief faible avec peu de déviation par rapport au plan de propagation macroscopique.



**Figure 80 : Surface de rupture de l'état bimodal pour  $\Delta K = 15$  MPa√m.**



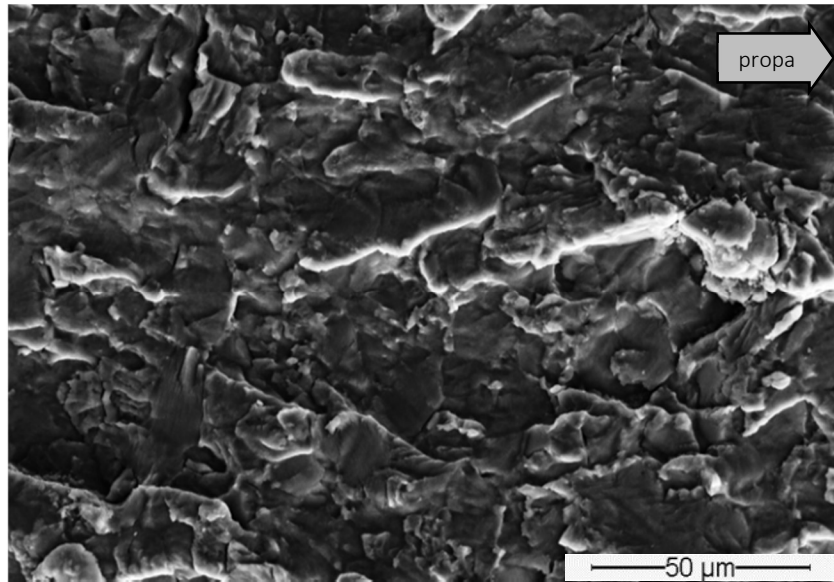


Figure 81 : Surface de rupture de l'état bimodal pour  $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

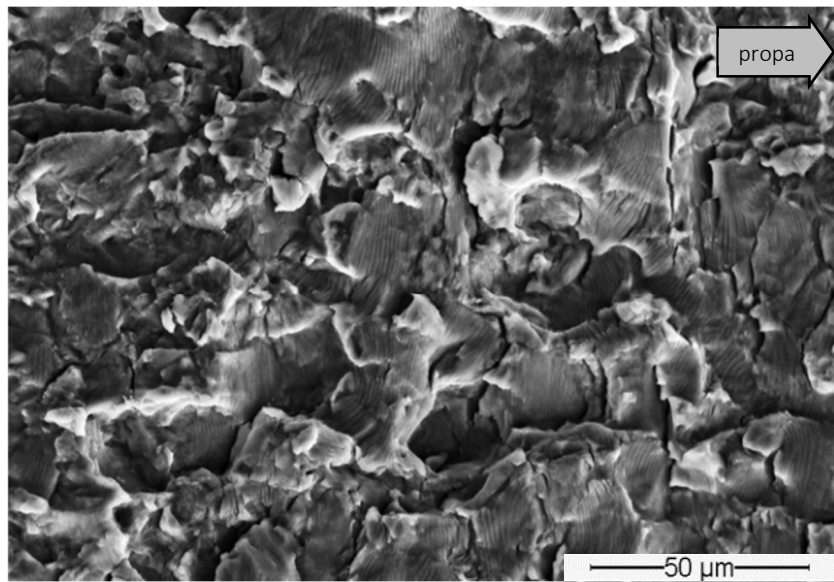
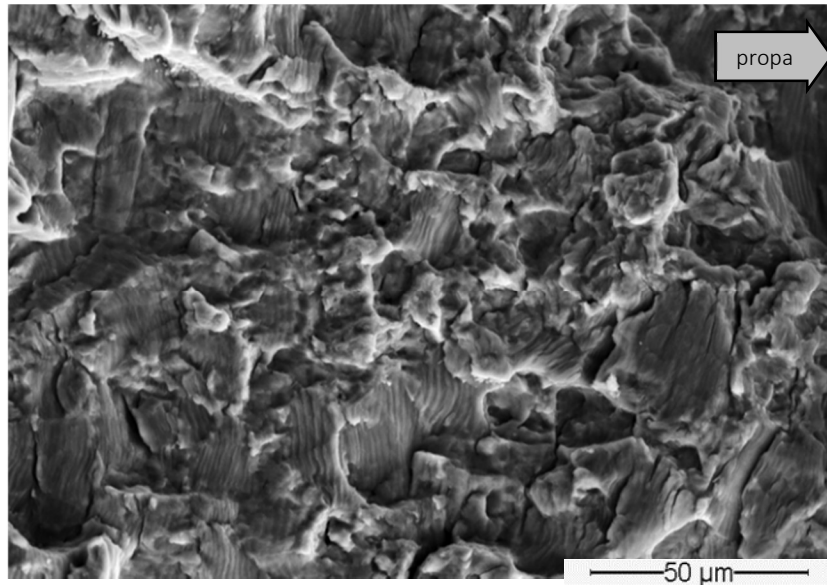


Figure 82 : Surface de rupture de l'état bimodal pour  $\Delta K = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

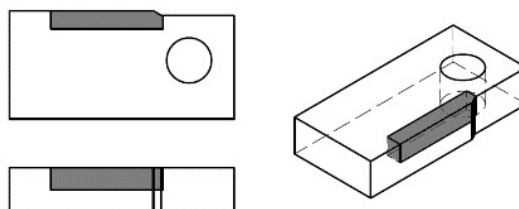


**Figure 83 : Surface de rupture de l'état bimodal pour  $\Delta K = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

Ce type de microstructure servira de référence pour la suite. Cependant, du fait des faciès de propagation avec peu de rugosité, aucune analyse de chemin de propagation n'a été réalisée sur cette microstructure.

#### **(b) Etat lamellaire $\beta$**

Pour cette microstructure, les faciès de ruptures seront mis en parallèle avec une coupe transversale polie et attaquée afin de révéler la microstructure. Les faciès de ruptures sont ceux au centre de l'épaisseur d'une des demi-éprouvettes rompue, pour la valeur de  $\Delta K$  considéré. Les coupes transversales proviennent de la 2ème demi-éprouvette, découpée afin que la surface observée soit située à  $\pm 0.5 \text{ mm}$  du plan de mi épaisseur de l'éprouvette (*Figure 82*). Ainsi le chemin de propagation à cœur peut être comparé au faciès de propagation à mi épaisseur.



**Figure 84 : Position de la coupe transversale.**

De façon analogue à ce qui a été présenté pour la microstructure bimodale, une illustration des faciès de rupture à différents niveaux de  $\Delta K$ ,  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et  $45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  est présenté sur les *Figure 83*, *Figure 84*, *Figure 85*, *Figure 86* et *Figure 87*.

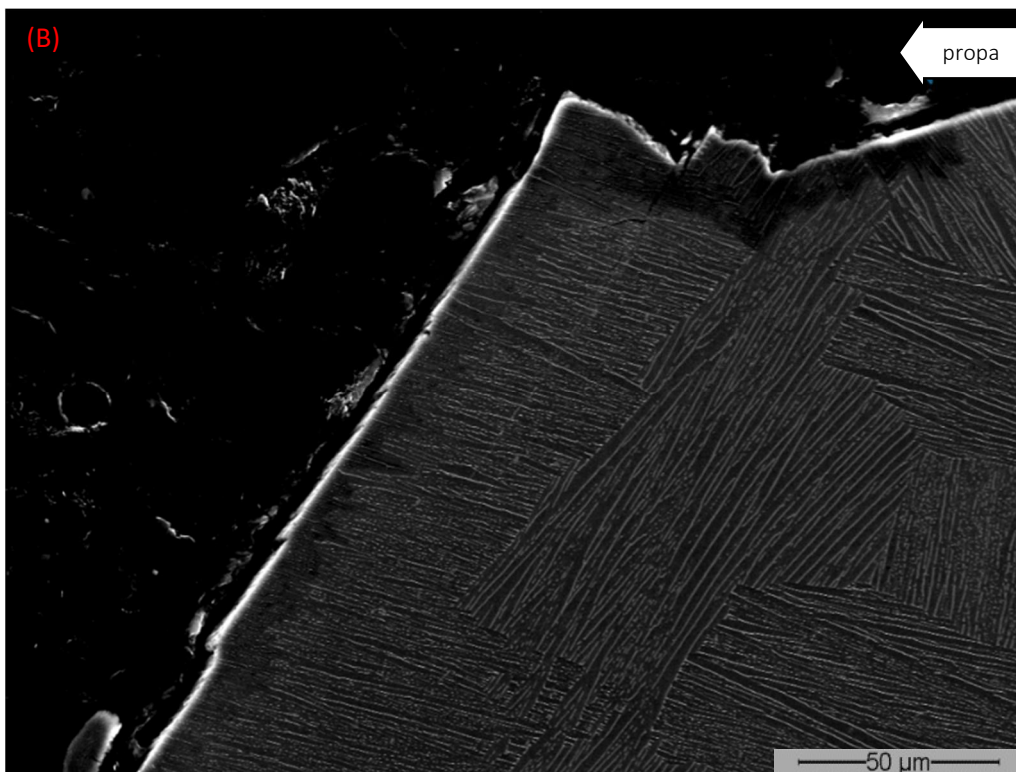
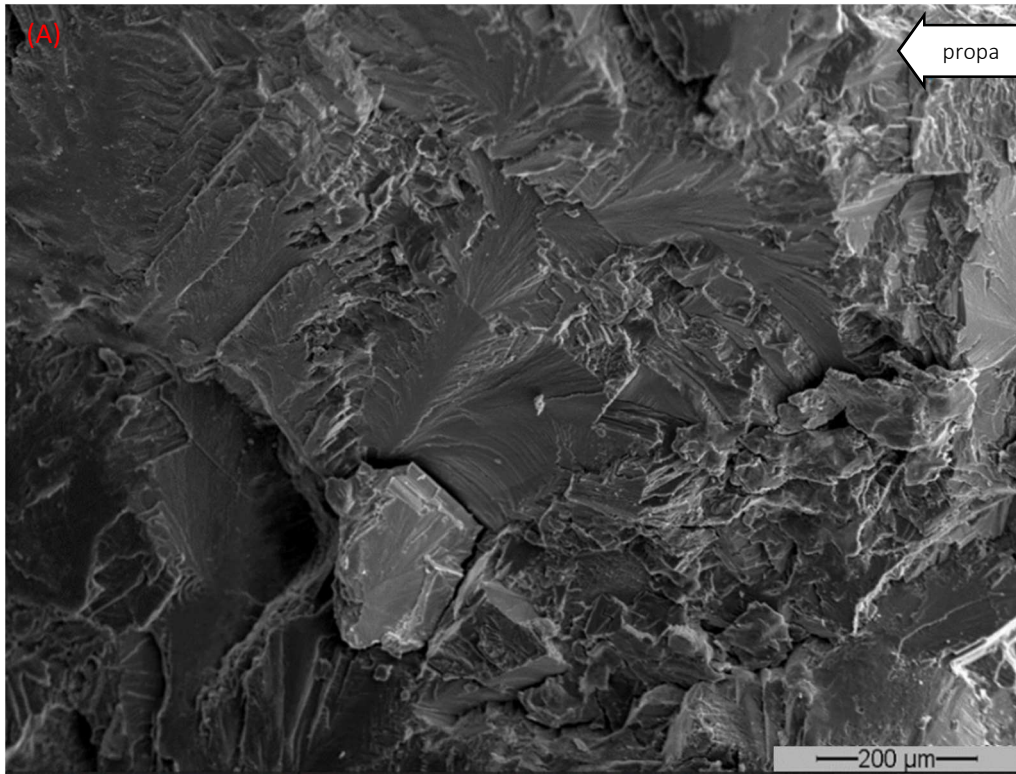


Figure 85 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour  $\Delta K$  15MPav/m.

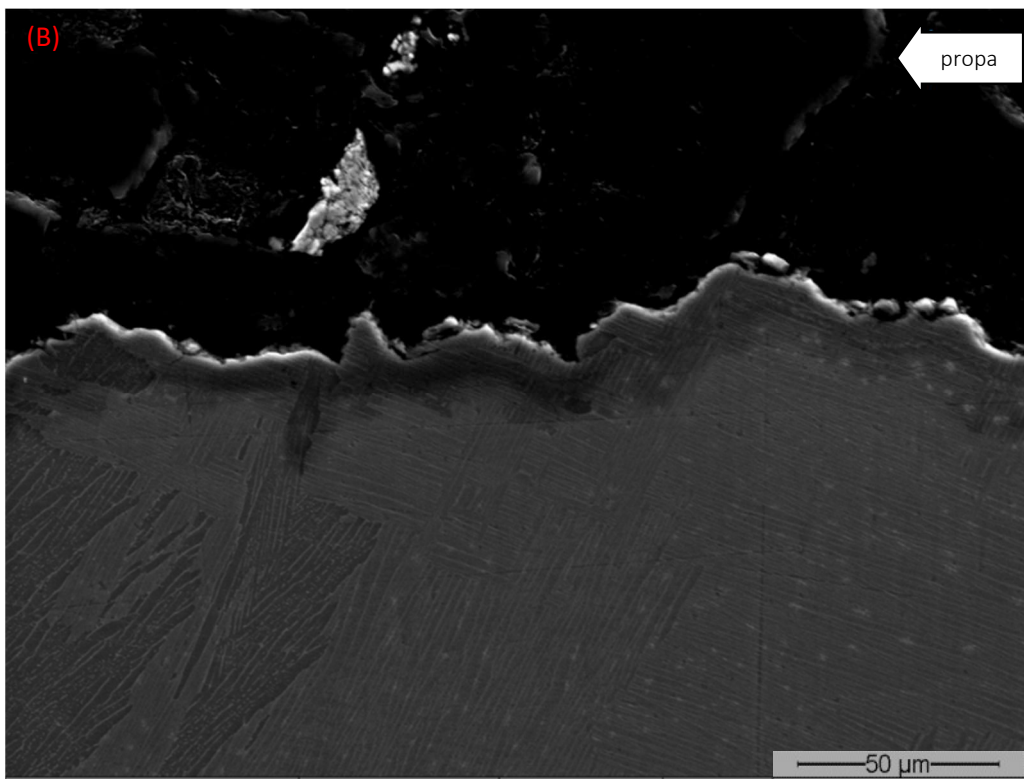
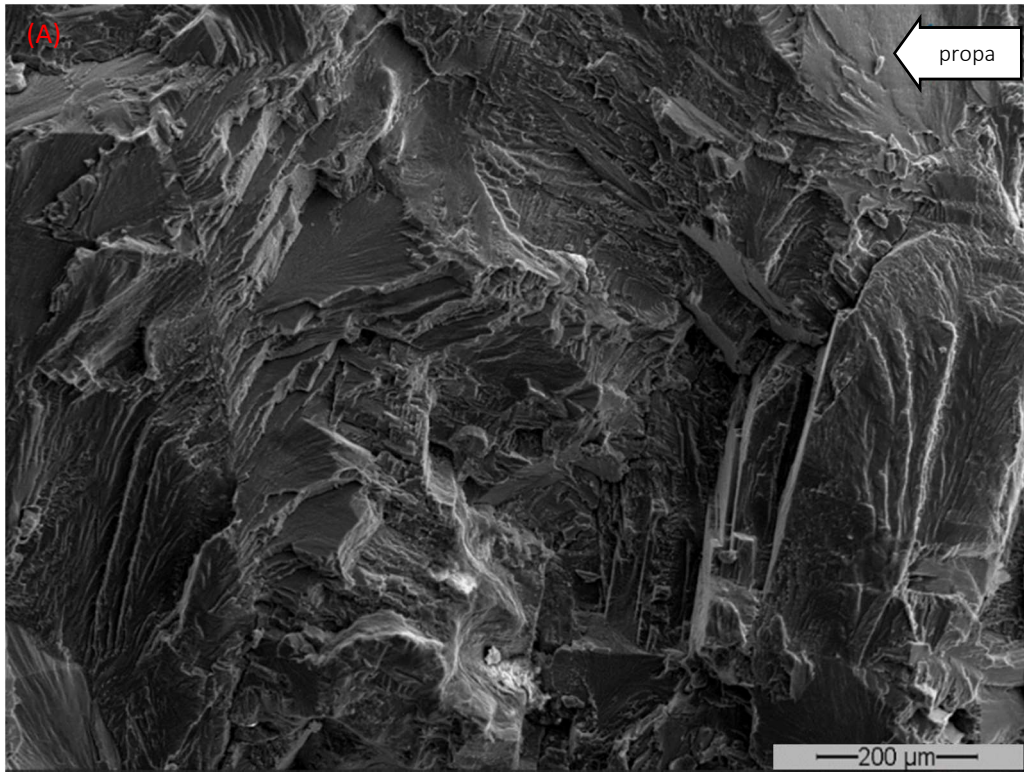


Figure 86 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour  $\Delta K$  20MPav/m.

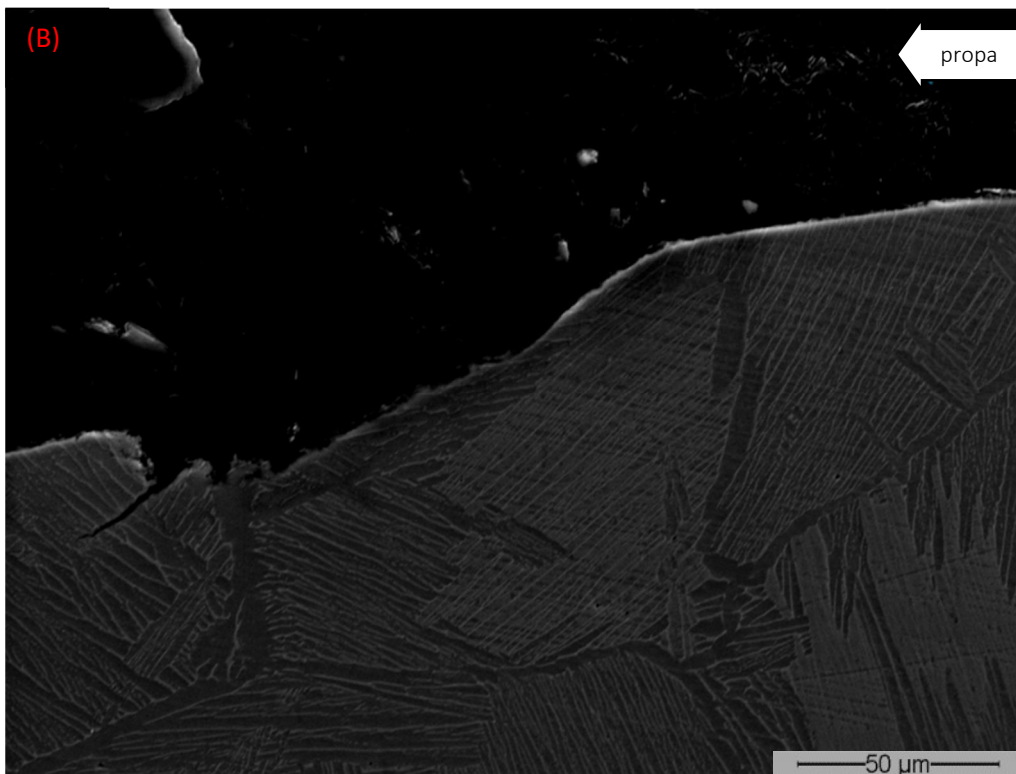
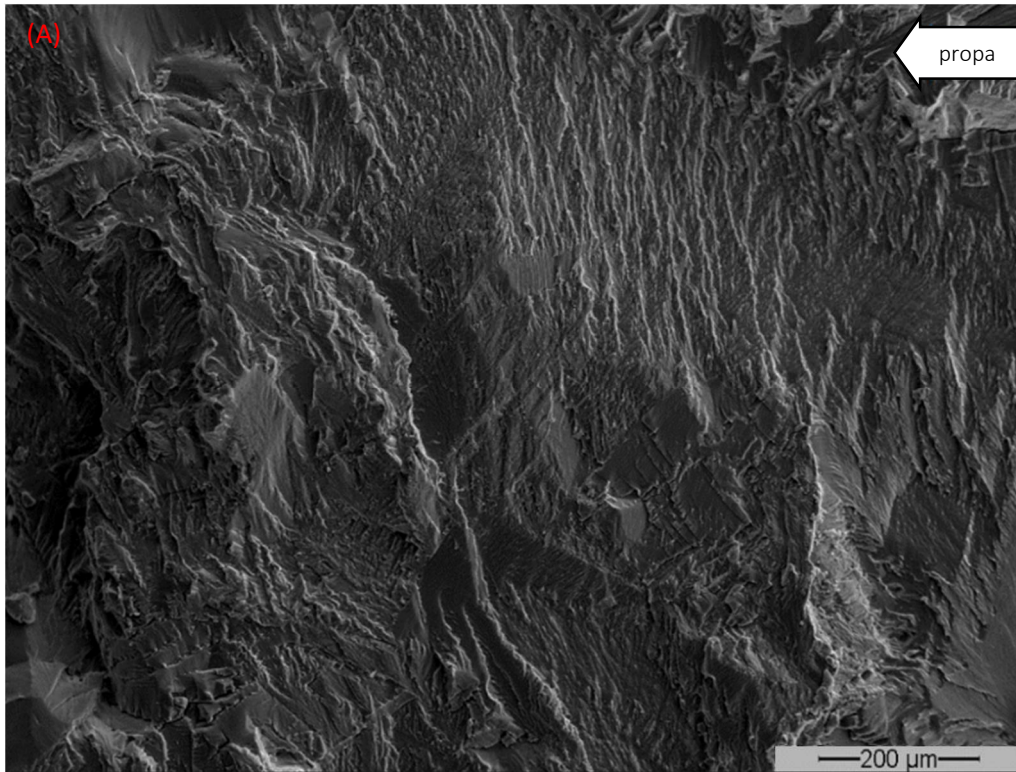


Figure 87 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour  $\Delta K$  25MPav/m.

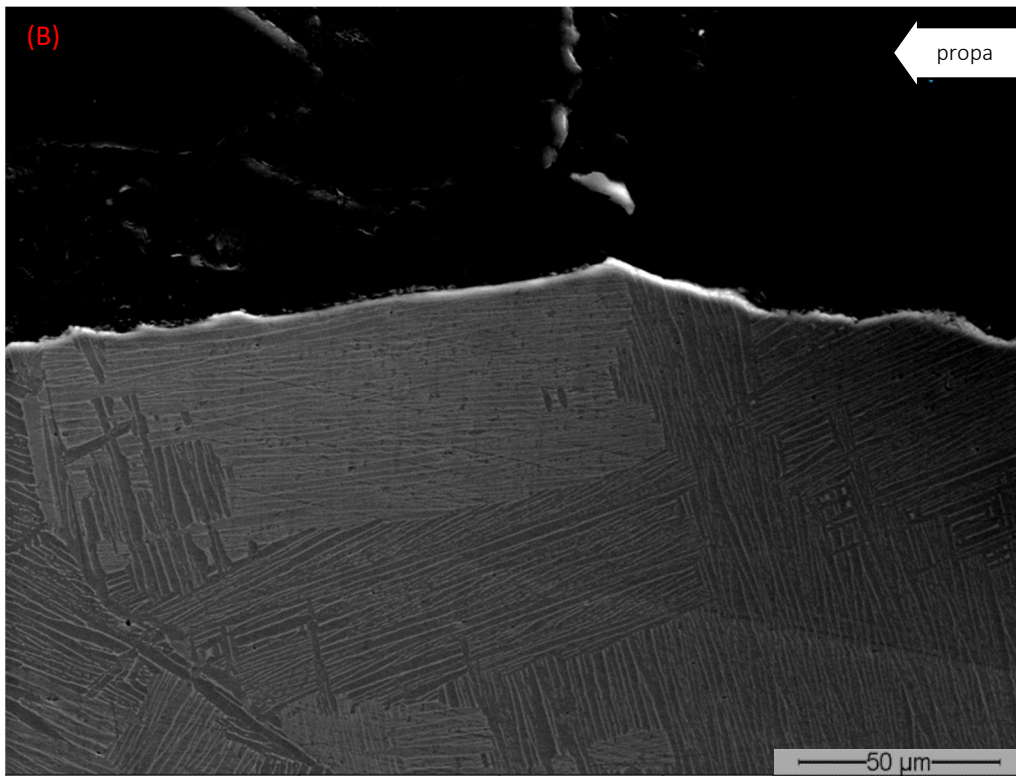
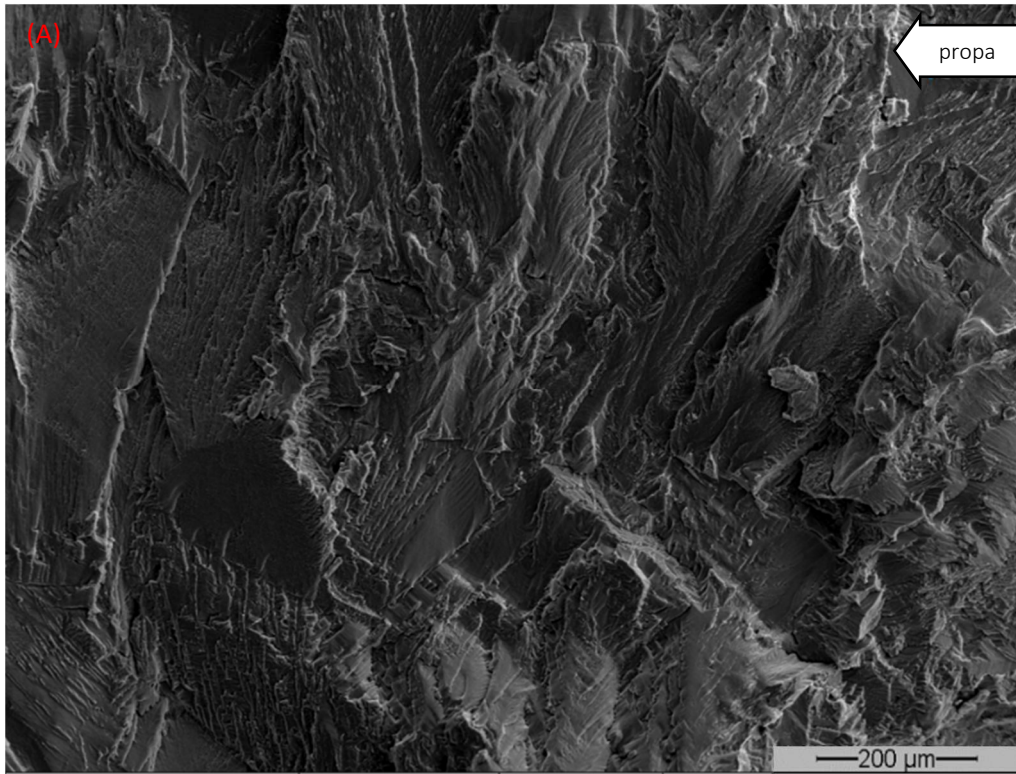
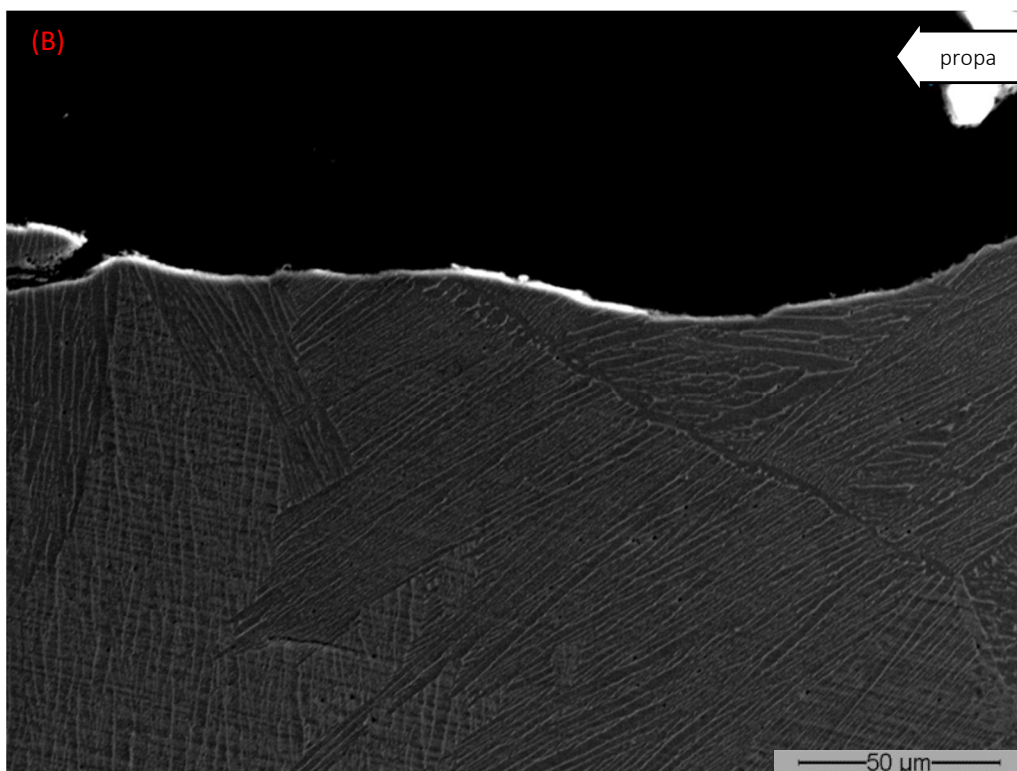
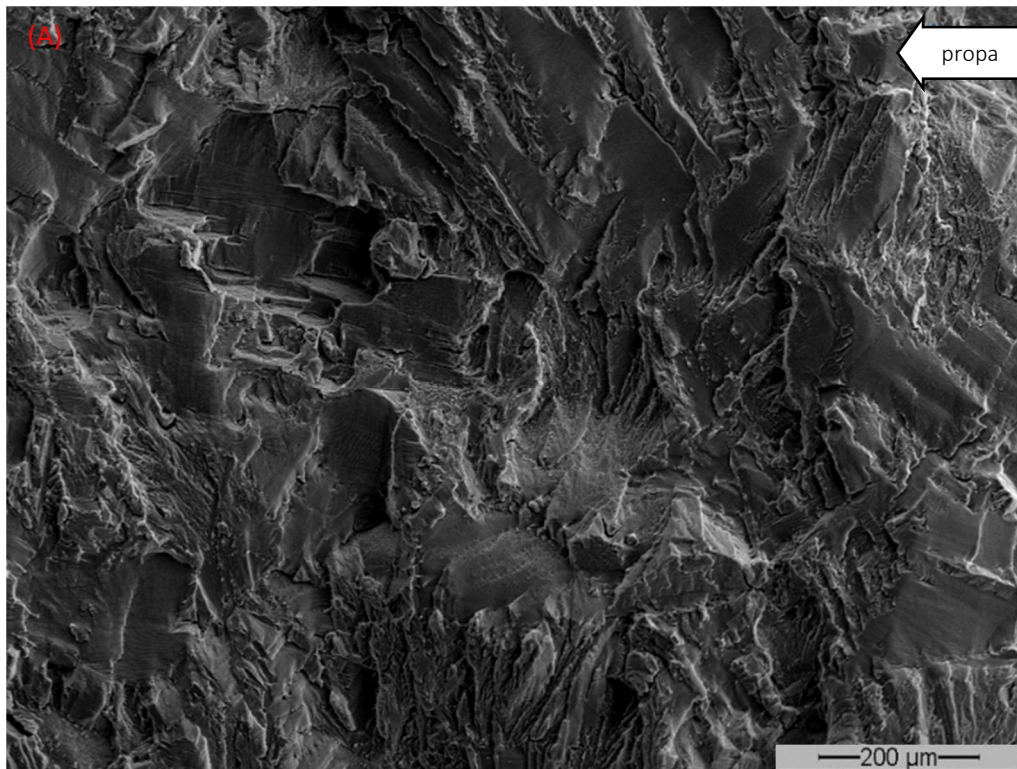


Figure 88 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour  $\Delta K$  30MPa $\sqrt{m}$ .



**Figure 89 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour  $\Delta K$  40MPavm.**

Les faciès de rupture (*Figure 85 A*, *Figure 86 A*, *Figure 87 A*, *Figure 88 A* et *Figure 89 A*) montrent un relief plus important que pour la microstructure bimodale *Figure 80*, *Figure 81*, *Figure 82* et *Figure 83*.

Ce relief se retrouve sur les chemins de propagation. Quatre niveaux de  $\Delta K$  avant et après transition sont présentés, observés en microscopie optique polarisée, sur la *Figure 90*. On peut y constater que la propagation présente localement une déviation importante, pouvant atteindre jusqu'à 75/80°, par rapport à l'axe de propagation macroscopique, particulièrement pour les valeurs de  $\Delta K$  jusqu'à 25MPavm. A partir de

$\Delta K = 35\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , les faciès de rupture et chemins de propagation présentent un relief moins important. Cette observation peut être mise en relation avec la variation de vitesses de propagations mesurées dans le [paragraphe 5.1.1](#).

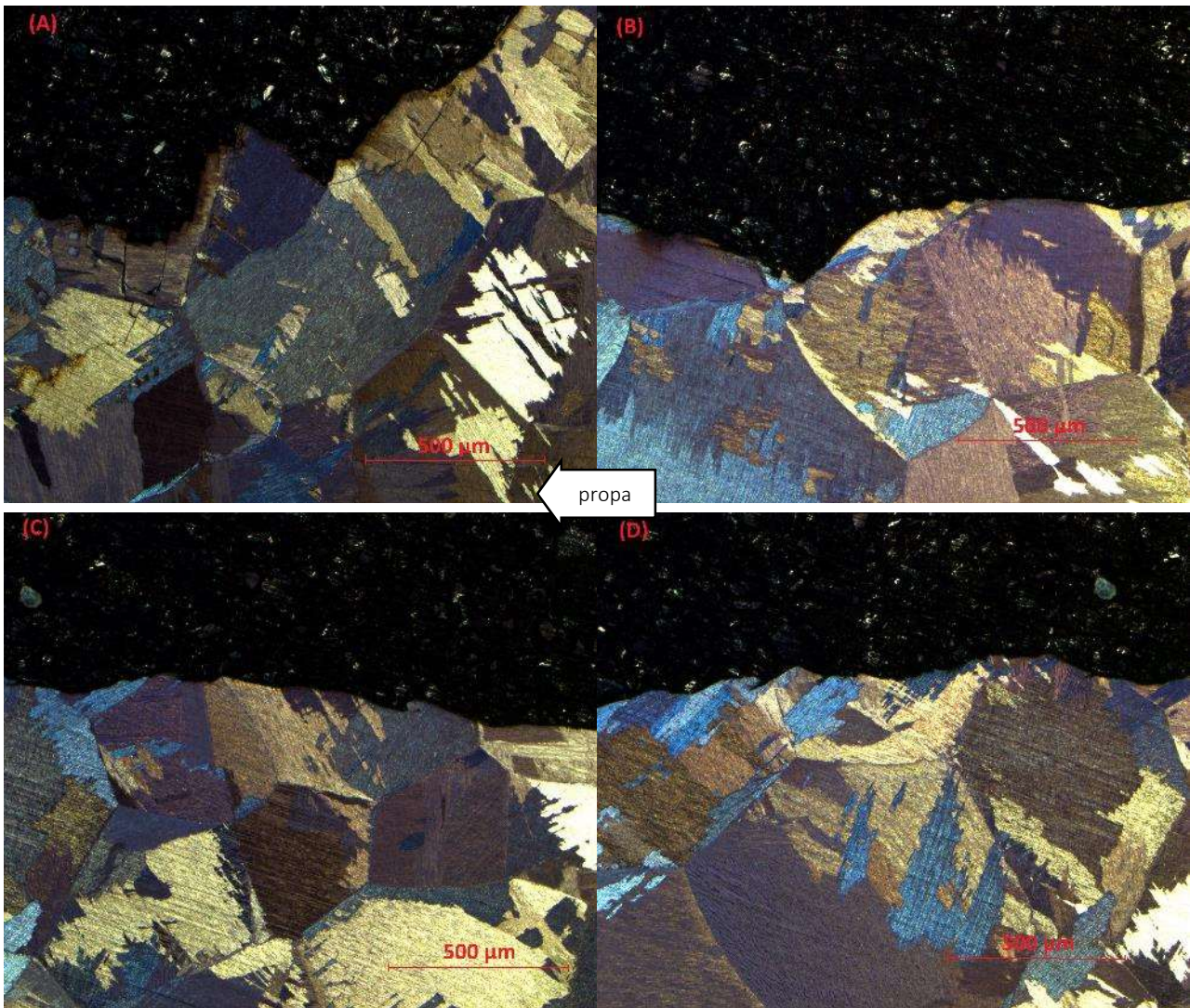


Figure 90 : Chemins de propagation pour  $\Delta K$  15MPa $\sqrt{\text{m}}$  (A),  $\Delta K$  25MPa $\sqrt{\text{m}}$  (B),  $\Delta K$  35MPa $\sqrt{\text{m}}$  (C),  $\Delta K$  45MPa $\sqrt{\text{m}}$  (D).



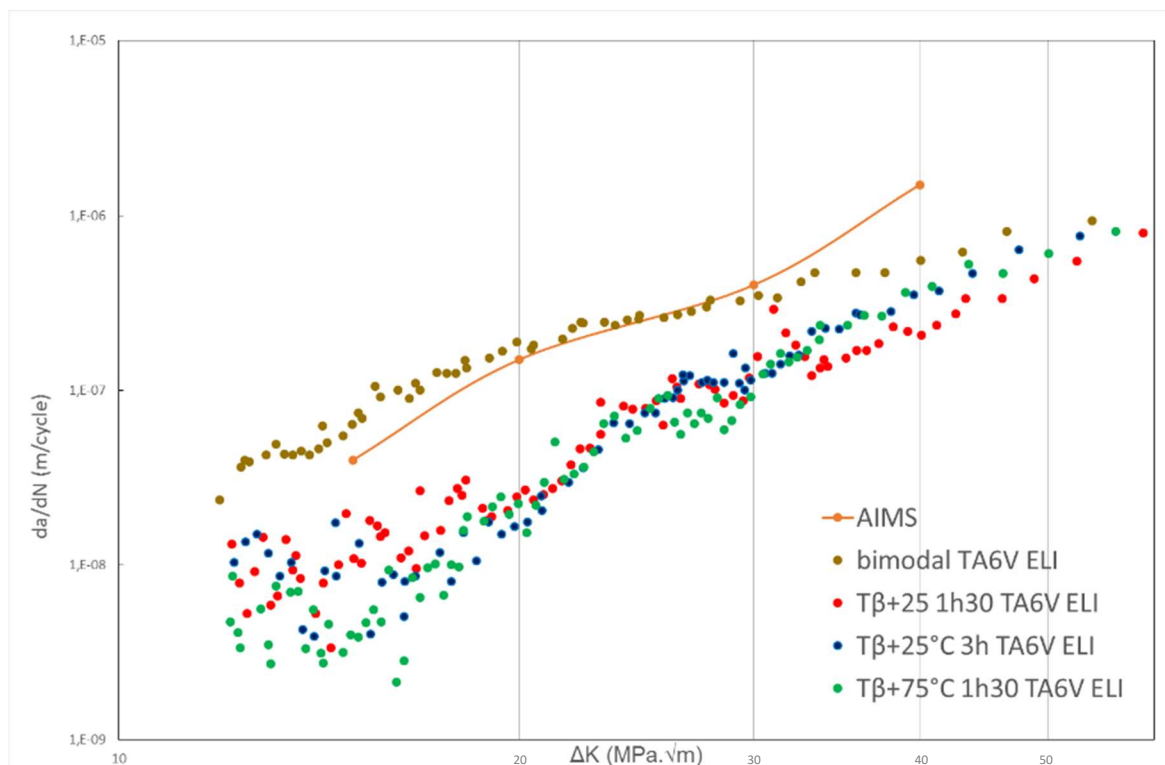
## 5.2 Comportement en fissuration des états traités $\beta$ de l'alliage TA6V ELI

En plus des analyses sur états brut de réception, des analyses de la propagation de fissure (courbes  $da/dN$ , faciès de rupture et chemin de propagation) ont été réalisées sur les microstructures lamellaires issues de traitement thermique en laboratoire, présentés dans le [paragraphe 4.1.3](#). Une attention particulière est ici portée sur trois des traitements réalisés ; celui de base avec une mise en solution de 1h30 à  $T\beta+25^\circ\text{C}$  ; celui avec la mise en solution la plus longue de 3h à  $T\beta+25^\circ\text{C}$  et enfin celui avec la mise en solution la plus importante de 1h30 à  $T\beta+75^\circ\text{C}$ .

La différence entre les deux types de microstructures observée sur les états traités industriellement, ainsi que la transition observée entre deux régimes de propagation de la microstructure lamellaire peut résulter de l'action de plusieurs facteurs dont les effets peuvent s'additionner, se compenser ou se combiner. Parmi ces effets, peuvent être cités les effets de fermeture de la fissure, l'augmentation de la surface de rupture provoquée par la déviation de la fissure et une propagation en mode mixte [13], [14], [47], [70].

Ainsi, la part de chacun de ces effets est étudiée par la suite sur les microstructures issues de traitement thermique en laboratoire.

### 5.2.1 Courbes de propagation



**Figure 91 : Courbes de propagation des états lamellaires traités de l'alliage TA6V ELI comparés à l'état bimodal et à l'AIMS.**

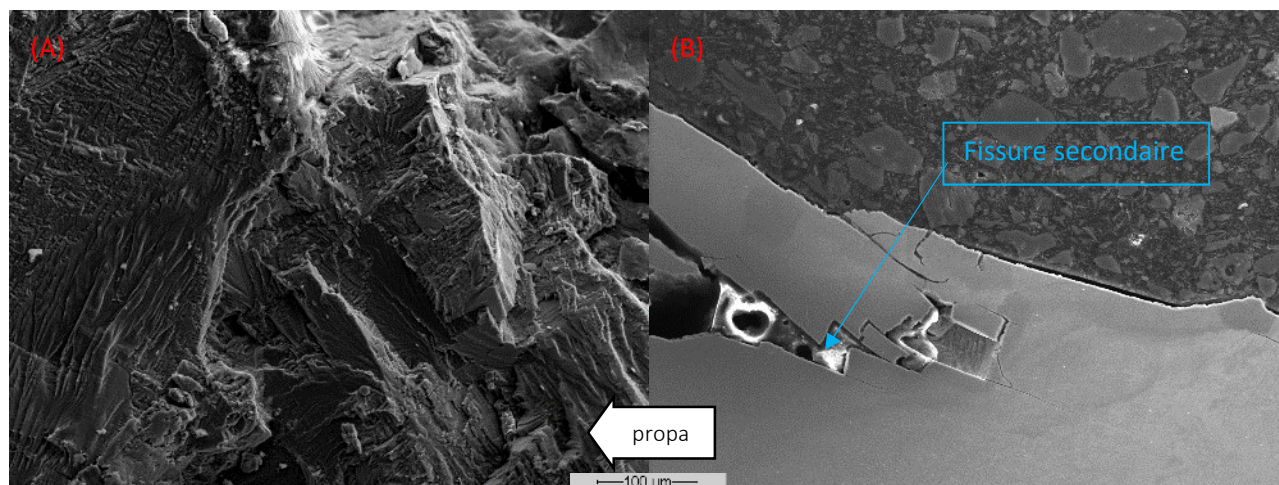
Les courbes observées sur la [Figure 91](#) sont proches de celle présentées dans la partie précédente pour la structure lamellaire de référence. On constate notamment comme pour les traitements effectués en condition industrielles une nette amélioration des performances des microstructures lamellaires par rapport à la microstructure initiale, bimodale.

Pour ces microstructures lamellaires deux points sont toutefois à remarquer. Premièrement, les trois microstructures présentées ici ont des résultats très similaires. Les différences entre ces microstructures observées dans le [chapitre 4.2](#) précédent n'affectent donc pas la résistance à la propagation. On en déduit par conséquent que la taille des ex-grains  $\beta$ , dans l'intervalle de taille considéré, n'est pas un paramètre pilotant la vitesse de propagation des fissures. Du fait de l'absence de variation significative des tailles de colonies et lamelles obtenues par les traitements thermiques, l'influence de ces paramètres sur la propagation ne peut pas être quantifiée par ces essais.

On note dans un deuxième temps que la transition précédemment observé est ici aussi visible, autour d'une valeur de  $\Delta K$  d'environ 25 MPa $\sqrt{m}$ . En comparant avec les vitesses mesurées dans la microstructure bimodale, la propagation est ralentie avant cette transition, puis les valeurs des vitesses de propagation convergent vers celles obtenues pour la microstructure bimodale.

### 5.2.2 Analyse des chemins de fissuration et des surfaces de rupture

Comme présenté dans le [paragraphe 5.1.2\(b\)](#), les faciès et chemins de propagation à différents niveaux de  $\Delta K$  ont été observés pour les différentes microstructures lamellaires considérées. Les résultats de ces observations pour la microstructure issue du traitement de 3h à  $T\beta+25^\circ\text{C}$  sont présenté par la suite sur les [Figure 92](#), [Figure 93](#), [Figure 94](#) et [Figure 95](#).



**Figure 92 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{m}$  du traitement 3h  $T\beta+25^\circ\text{C}$ .**

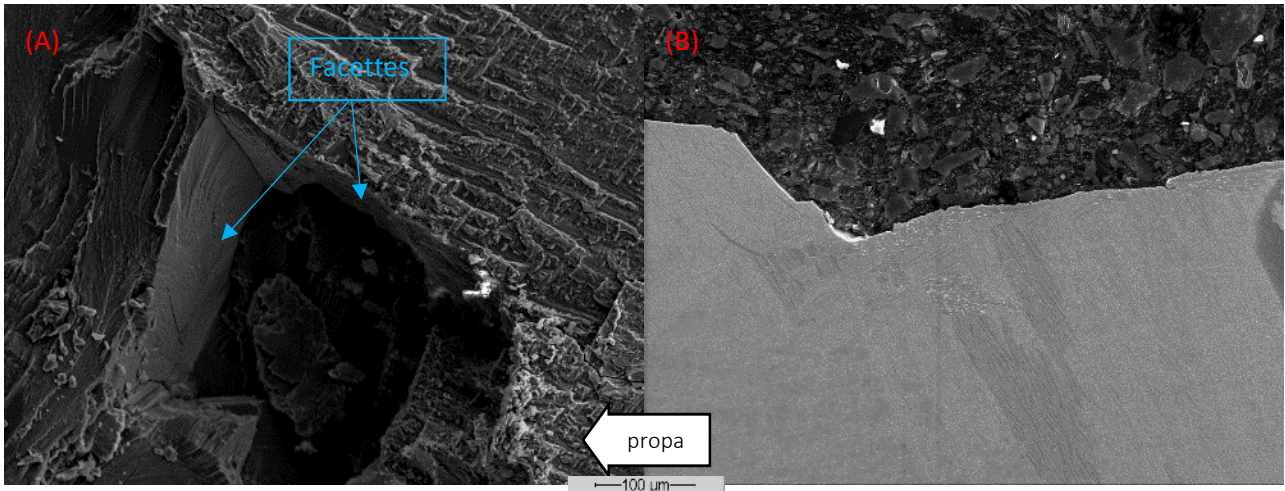


Figure 93 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à  $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement 3h  $T\beta+25^\circ\text{C}$ .

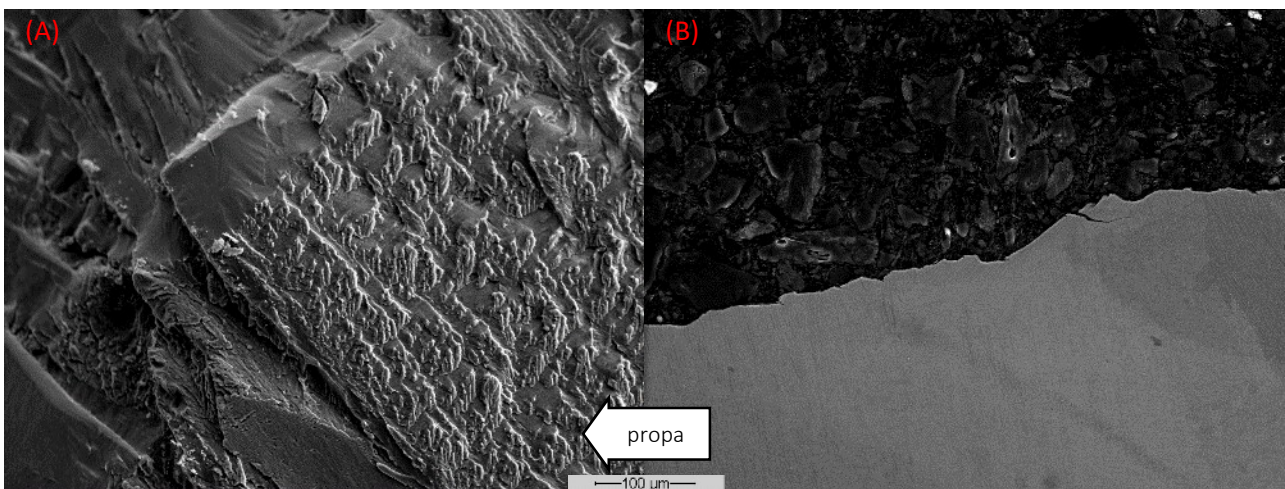


Figure 94 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à  $\Delta K = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement 3h  $T\beta+25^\circ\text{C}$ .

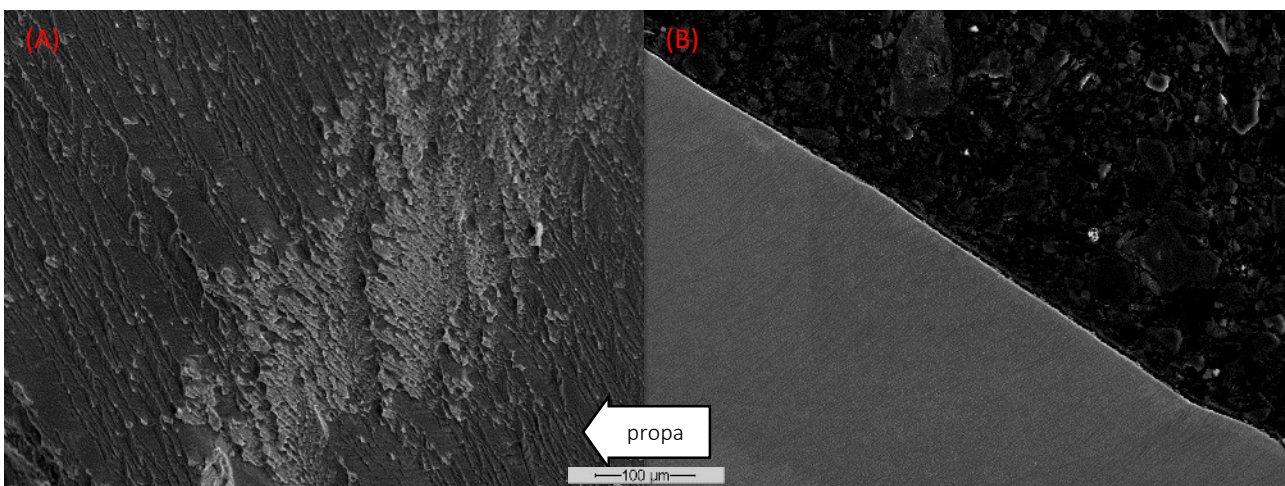


Figure 95 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à  $\Delta K = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement 3h  $T\beta+25^\circ\text{C}$ .

Comme observé précédemment pour la microstructure lamellaire issue de traitement industriel ([paragraphe 5.1.2\(b\)](#)), les deux régimes de propagation visibles sur les courbes de propagation se retrouvent dans

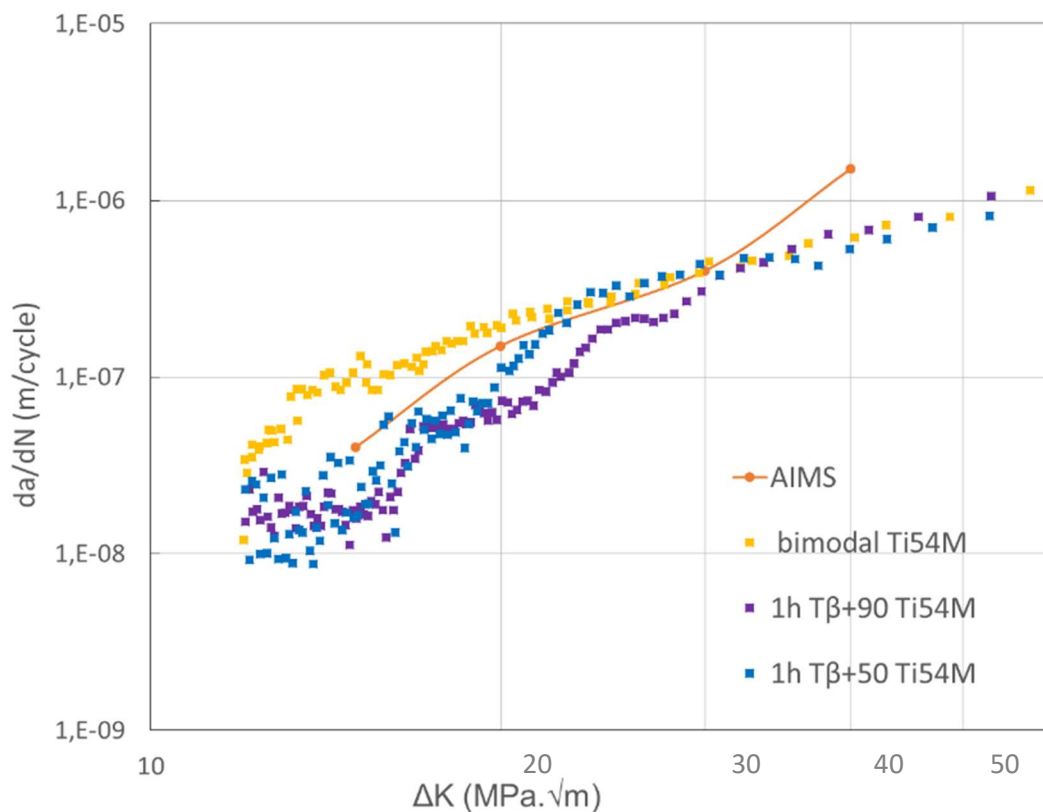
l'analyse des faciès et des chemins de propagation de la microstructure lamellaire étudiée ici et présentés sur les *Figure 92*, *Figure 93*, *Figure 94* et *Figure 95*. Des facettes et fissures secondaire sont visibles sur les *Figure 92 B*, *Figure 93 A*.

On constate un nombre important de fissures secondaires jusqu'à environ  $\Delta K = 25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . A ce régime, ces fissures peuvent être d'une longueur relativement importante (plusieurs centaines de microns) et se propagent « en parallèle » de la fissure principale qu'elles rejoignent dans certains cas. Après la transition, les fissures secondaires sont en revanche rares et très courtes (10 à 20 microns maximum). Le passage de la transition se traduit par une nette diminution de la tortuosité de la propagation, visible sur les faciès de rupture comme sur les chemins de propagation des *Figure 94* et *Figure 95*.

La forme des faciès avant transition évoque une propagation suivant un régime de propagation de type cristallographique. En effet de nombreuses facettes sont visibles sur ces faciès. Ces facettes sont caractéristiques d'une propagation suivant les plans cristallographiques dite propagation en stade I. On observe enfin que ces facettes sont beaucoup moins visibles et nombreuses, voire totalement absentes, après la transition. Des effets similaires ont précédemment été observés dans la littérature [33], [43], [44], [46], [71], [72].

### **5.3 Comportement en fissuration des états bimodal et traités $\beta$ de l'alliage Ti54M**

Les essais réalisés sur l'alliage TA6V ELI ont aussi été réalisés sur trois microstructures de l'alliage Ti54M, la microstructure bimodale et les deux microstructures obtenues avec les traitements  $\beta$  en laboratoire.



**Figure 96 : Courbes de propagation de l'état bimodal et des états lamellaires traités de l'alliage Ti54M comparés à l'AIMS.**

On constate sur cet alliage, comme sur l'alliage TA6V ELI que les microstructures lamellaires présentent de meilleures performances que la microstructure bimodale. Le comportement cependant est légèrement différent de celui exhibé par l'alliage TA6V ELI. En effet les microstructures lamellaires semblent ici présenter deux transitions, à environ  $\Delta K = 17 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et  $\Delta K = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et donc trois régimes de propagation distincts. Comme sur l'alliage TA6V ELI, on constate que la différence entre les deux microstructures lamellaire est faible, illustrant pour cet alliage aussi l'influence faible de la taille des ex-grains  $\beta$ .

L'observation des faciès de rupture du Ti54M ([Figure 97](#), [Figure 98](#), [Figure 99](#), [Figure 100](#) et [Figure 101](#)) fait apparaître une propagation cristallographique jusqu'à environ  $23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Dans la première partie, les faciès présentent une propagation en stade I très cristallographique [Figure 97](#) et [Figure 98A](#). Il est cependant intéressant de noter que contrairement à ce qui est observé sur l'alliage TA6V ELI, l'aspect cristallographique des faciès disparaît plus progressivement. On observe sur la [Figure 98](#) que pour une même avancée de fissure et donc un même niveau de  $\Delta K$ , le faciès peut être typique de propagation cristallographique ([Figure 98A](#)) ou typique de fissuration en stade II ([Figure 98B](#)), ce qui n'est pas observé sur l'alliage TA6V ELI. Cet effet pourrait expliquer l'aspect de « double transition » observé sur les courbes de propagation de l'alliage Ti54M, à bas  $\Delta K$  le régime serait un régime purement cristallographique pseudo stade I, à haut  $\Delta K$  le régime serait un régime purement stade II et entre les deux, un régime transitoire mixte stade I et stade II.

Après ce régime transitoire, la propagation visible sur les [Figure 99](#), [Figure 100](#) et [Figure 101](#) sont caractéristiques de propagation en stade II.

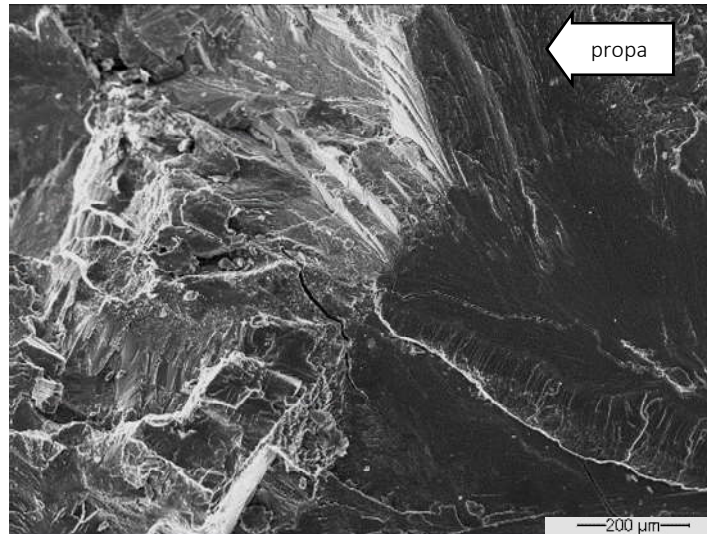


Figure 97 : Faciès de rupture à  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement de l'alliage Ti54M de 1h Tβ+90°C

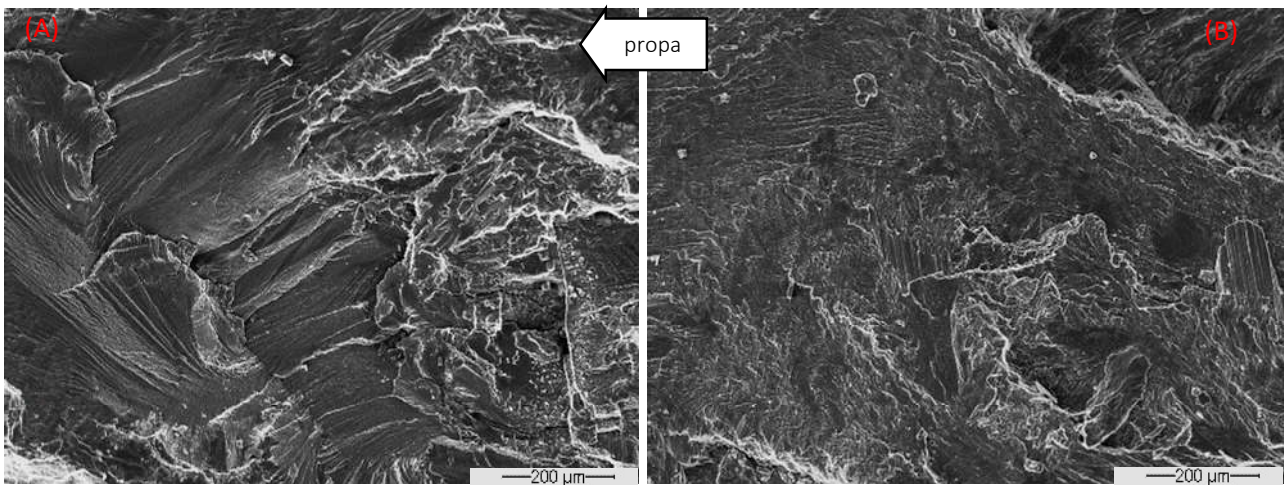


Figure 98 : Faciès de rupture à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement de l'alliage Ti54M de 1h Tβ+90°C

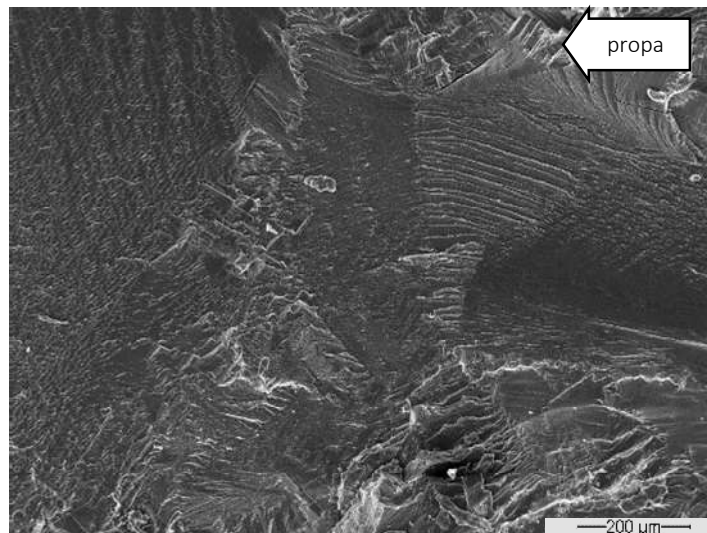
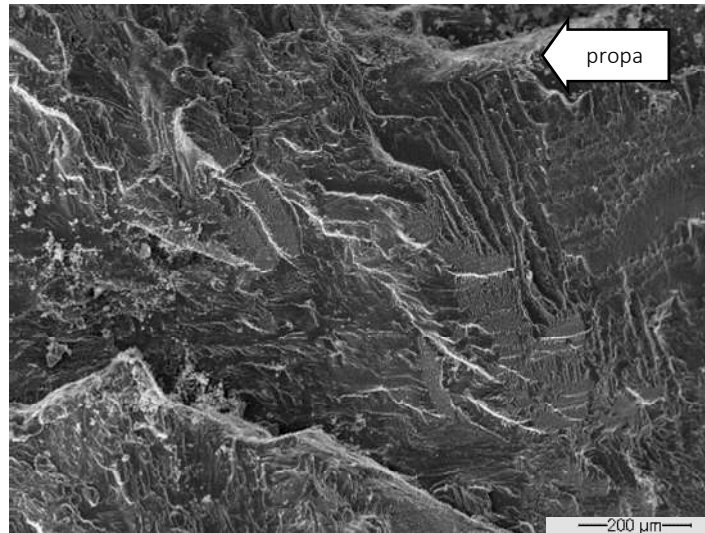
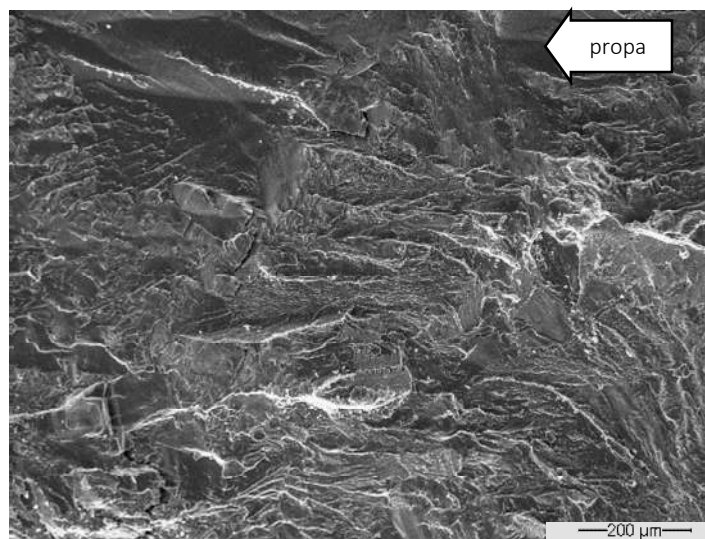


Figure 99 : Faciès de rupture à  $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement de l'alliage Ti54M de 1h Tβ+90°C



**Figure 100 : Faciès de rupture à  $\Delta K = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement de l'alliage Ti54M de 1h T $\beta$ +90°C**



**Figure 101 : Faciès de rupture à  $\Delta K = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  du traitement de l'alliage Ti54M de 1h T $\beta$ +90°C**

Les résultats de l'alliage Ti54M peuvent être comparés à ceux de l'alliage TA6V ELI ([Figure 102](#)). On constate que les performances des deux microstructures bimodales sont identiques. Cependant, les performances des microstructures lamellaires de l'alliage Ti54M sont considérablement plus faibles que celle de l'alliage TA6V ELI, avec des vitesses de propagation plus élevées et un changement de régime de propagation à une valeur de  $\Delta K$  plus faible.

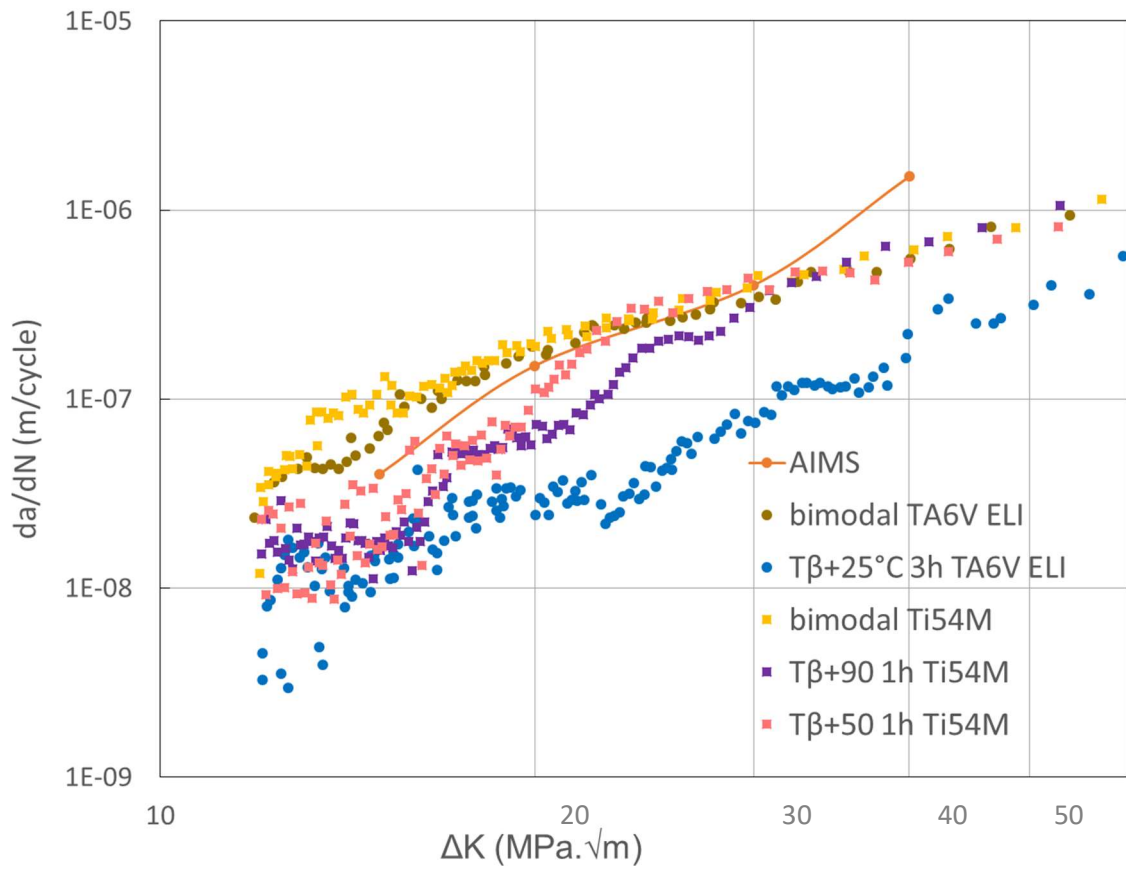


Figure 102 : Courbes de propagation de l'alliage Ti54M comparé à l'alliage TA6V ELI.



## 5.4 Influence de la fermeture

En considérant la différence de rugosité présentée dans le [paragraphe 5.2](#), la fermeture de fissure par rugosité pourrait participer à la réduction des vitesses de propagation avant la transition. De fait, la fermeture est souvent avancée comme la raison principale expliquant la meilleure résistance des microstructures lamellaires à la propagation de fissures [35].

Le phénomène de fermeture, décrit dans le [paragraphe 2.1.7](#) est étudié pour l'intégralité des essais de fissuration, selon la méthodologie présentée en [annexe 12.5](#). L'analyse de la fermeture lors de la propagation de la fissure est effectuée dans le but de comparer l'influence relative de la fermeture sur les microstructures bimodales et lamellaires, ainsi qu'avant et après transition pour les microstructures lamellaires.

### 5.4.1 Evolution de la fermeture

L'évolution de la fermeture est caractérisée par l'évolution du rapport  $U$  en fonction de  $\Delta K$ ,  $U$  représentant la proportion du cycle de charge effectué avec la fissure ouverte, défini par  $U = \frac{P_{max} - P_{ou}}{P_{max} - P_{min}}$ . Cette évolution est présentée sur la [Figure 103](#). Il est important pour la compréhension de cette évolution de rappeler que le facteur  $U$  est égal à 1 lorsque la totalité du cycle est effectué fissure ouverte donc sans aucune fermeture. A l'opposé, une valeur de  $U$  à 0 impliquerait que la totalité du cycle est effectuée fissure fermée.

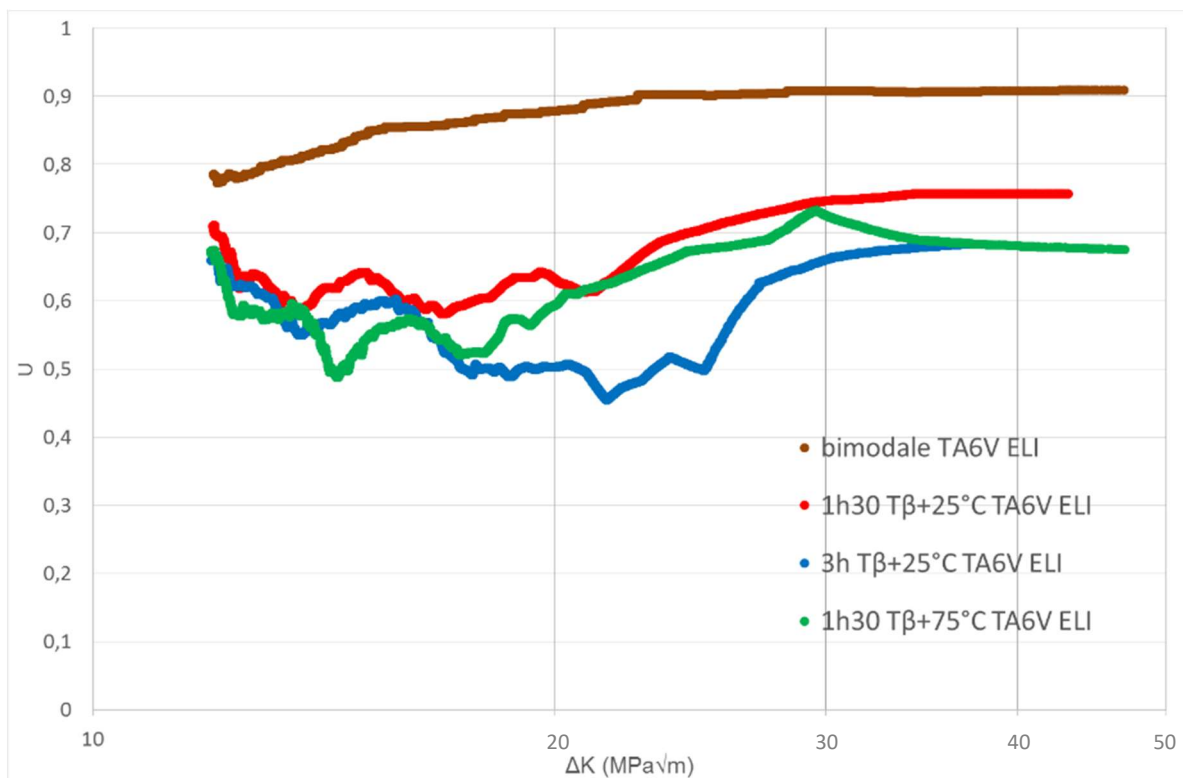


Figure 103 : Evolution du facteur  $U$  avec  $\Delta K$  pour des essais à  $R = 0,1$ .

L'analyse des courbes de la [Figure 103](#) montre une différence significative dans l'intensité des effets de fermeture entre la microstructure bimodale et les microstructures lamellaires. En effet, on constate que les 3 microstructures lamellaires présentent sur toute la plage de  $\Delta K$  des valeurs de  $U$  nettement plus faibles que la microstructure bimodale, traduisant un effet de fermeture retardant la propagation plus marqué sur ce type de microstructure. Ces valeurs sont en outre assez similaires entre elles.

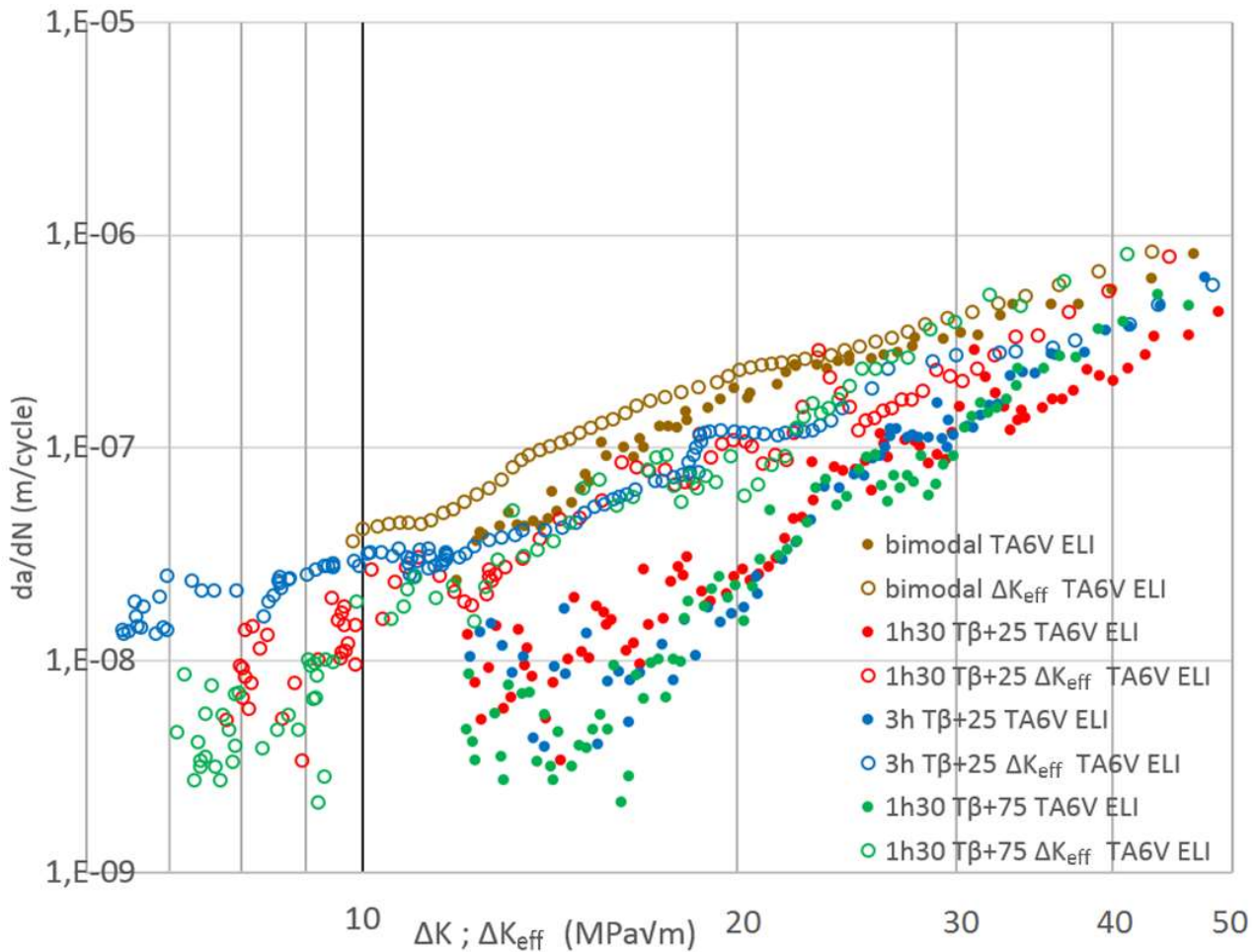
De plus, la différence entre la microstructure bimodale et les lamellaires se trouve aussi dans la forme des courbes d'évolution de  $U$ . Pour la microstructure bimodale, la valeur de  $U$  augmente avec  $\Delta K$  sur toute la plage de  $\Delta K$  explorée de l'essai avant d'atteindre une asymptote. L'évolution est différente pour les microstructures lamellaires. Dans un premier temps, la valeur moyenne de  $U$  diminue, traduisant une augmentation des effets de fermeture jusqu'à une valeur de  $\Delta K$  comprise entre 20 et 25 MPa $\sqrt{m}$ . A partir de ce niveau, la valeur de  $U$  augmente pour rejoindre une valeur similaire à la valeur initiale de  $U$  au tout début de l'essai. Ainsi la plage de  $\Delta K$  sur laquelle la différence de vitesses de propagation entre bimodale et lamellaire est la plus importante semble correspondre aux écarts les plus importants entre les niveaux de fermeture détectés. On constate aussi sur ces courbes que même aux hautes valeurs de  $\Delta K$ , les microstructures lamellaires présentent un plus fort niveau de fermeture que les bimodales. Ceci pourrait s'expliquer par une rugosité qui reste plus importantes sur les microstructures lamellaires, même dans le cas d'une propagation en stade II.

Cette corrélation appuie le lien entre augmentation de la fermeture et gain en résistance à la propagation de fissures permettant d'expliquer en partie les meilleures performances des microstructures lamellaires face aux microstructures bimodales.

#### 5.4.2 Prise en compte des effets de fermeture ( $\Delta K_{\text{effectif}}$ )

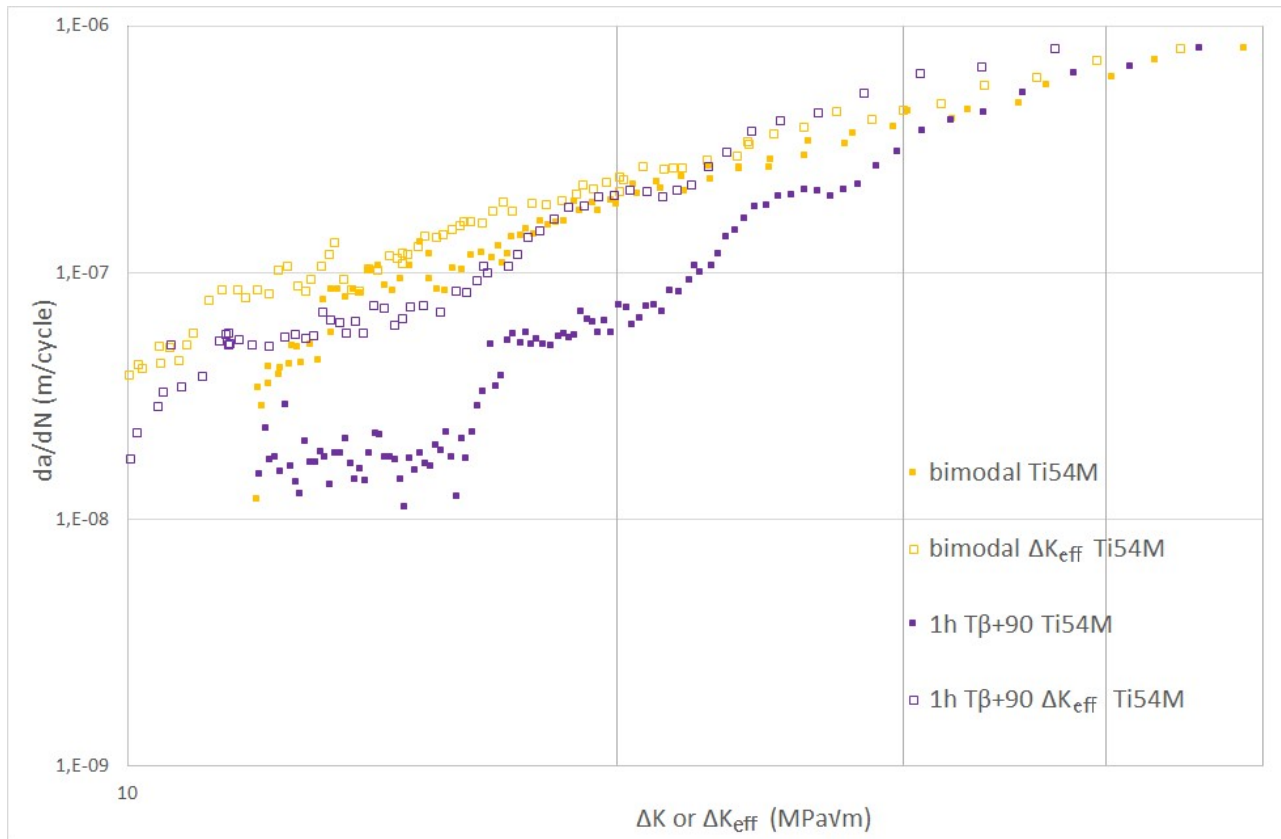
La mesure de fermeture permet d'obtenir les valeurs de  $\Delta K_{\text{effectif}}$  comme mentionné dans le [chapitre 2.1.7](#).

La [Figure 104](#) présente les courbes de vitesses de propagation en fonction de  $\Delta K$  et de  $\Delta K_{\text{effectif}}$  pour les 4 microstructures précédemment sélectionnées.



**Figure 104 : Vitesses de propagation en fonction de  $\Delta K$  (points pleins) et  $\Delta K$  effectif (points ouverts) pour l'alliage TA6V ELI.**

On observe sur cette figure que de façon logique, Pour une même vitesse de propagation, la valeur de  $\Delta K_{effectif}$  associé est plus faible que celle de  $\Delta K$ , et cela pour toutes les microstructures. Les microstructures lamellaires, présentant les plus forts niveaux de fermeture, sont les plus impactées par la prise en compte des effets de fermeture. La différence entre les vitesses de propagation dans la microstructure bimodale et les microstructures lamellaires se trouve alors considérablement réduite en prenant en compte les effets de fermeture via l'utilisation de  $\Delta K_{effectif}$ . Cependant, même ainsi, les performances des microstructures lamellaires restent supérieures à celles de la microstructure bimodale. De plus, en considérant les valeurs de  $\Delta K_{effectif}$ , la transition précédemment observée sur les microstructures lamellaires est beaucoup moins visible. Ces effets, observés sur l'alliage TA6V ELI, sont aussi notés sur l'alliage Ti54M (*Figure 105*).



**Figure 105 : Vitesses de propagation en fonction de  $\Delta K$  (points pleins) et  $\Delta K$  effectif (points ouverts) pour l'alliage Ti54M.**

Ainsi pour la suite des travaux, seul l'alliage TA6V ELI sera considéré afin de pouvoir porter les recherches plus loin sur ce seul alliage.

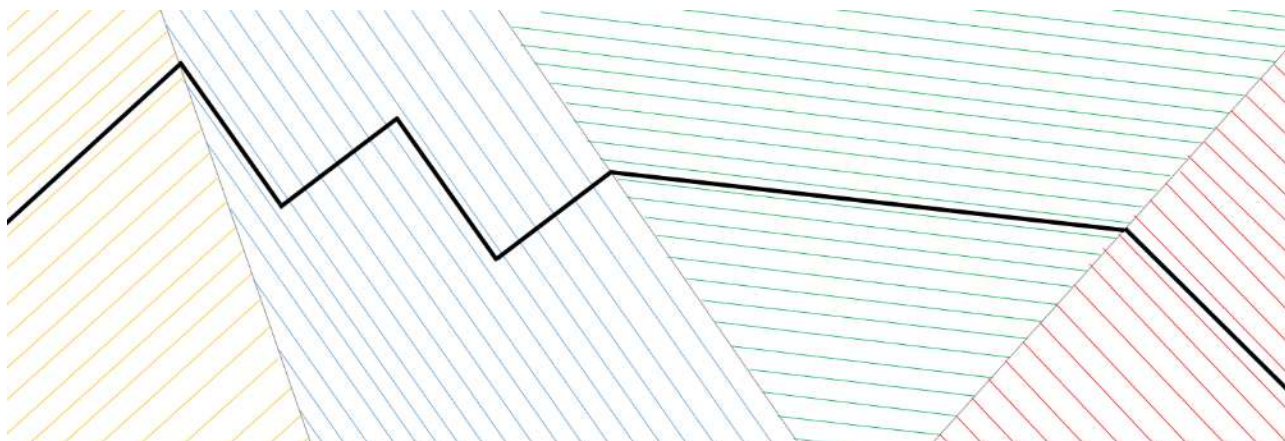
Les effets de fermeture plus marqués dans les microstructures lamellaire sont donc un élément important pour rendre compte du gain en résistance à la propagation de fissure de ces microstructures. Cependant, cet élément ne permet pas d'expliquer à lui seul la différence entre les deux microstructures. De ce fait, d'autres effets devront être considérés pour expliquer cette différence entre les deux types de microstructures, objectif poursuivi par la suite avec l'étude des différences de rugosité.

### 5.5 Mesure de rugosité

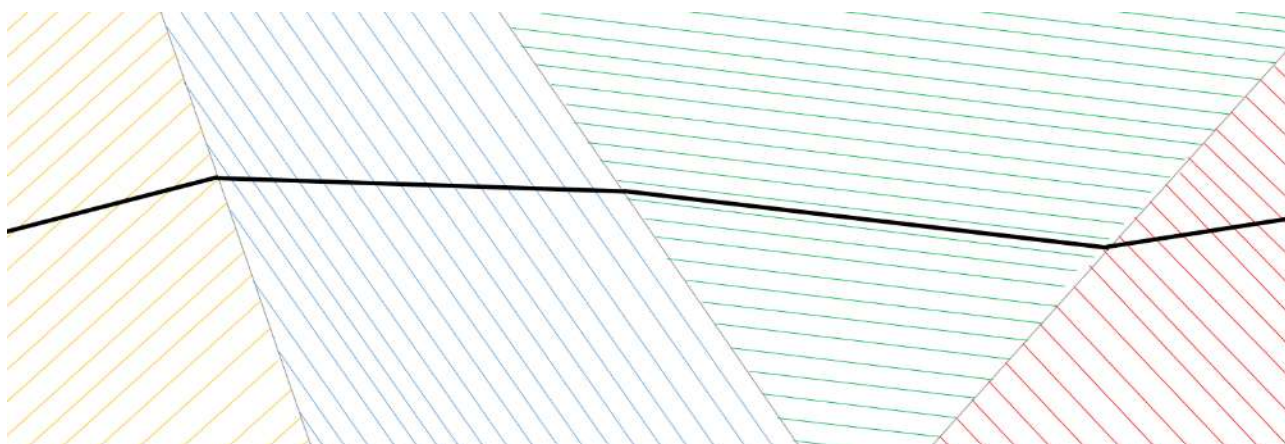
Comme mentionné dans les paragraphes 5.1.2 et 5.2.2, un changement de rugosité semble intervenir au passage de la transition dans les microstructures lamellaires, c'est à dire entre un régime très cristallographique et un régime peu affecté par la microstructure (cf paragraphe 2.3.3). La diminution des effets de fermeture constatée dans le paragraphe 5.4.1 pourrait s'expliquer par cette diminution de la rugosité des surfaces de rupture produites.

En effet, de par les orientations supposées homogènes des colonies, la fissure, pour suivre les plans cristallographiques est amenée à dévier, parfois fortement, du plan de propagation macroscopique, entraînant ainsi une augmentation de la rugosité dans le régime de propagation cristallographique. Cet effet est schématisé sur les Figure 106 et Figure 107 avec dans le premier cas une propagation qui suit

exclusivement les plans parallèles et perpendiculaires à la direction de croissance des lamelles et dans le 2<sup>e</sup> cas, une propagation plus indépendante par rapport à l'orientation des lamelles.



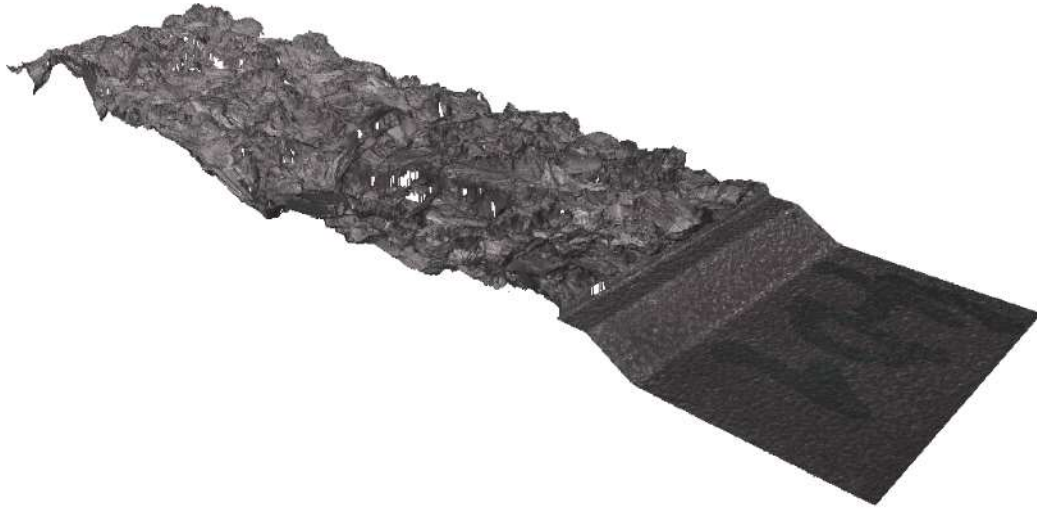
**Figure 106 : schéma de propagation cristallographique, de type pseudo-stade I dans 4 colonies.**



**Figure 107 : schéma de propagation non cristallographique, de type stade II dans 4 colonies.**

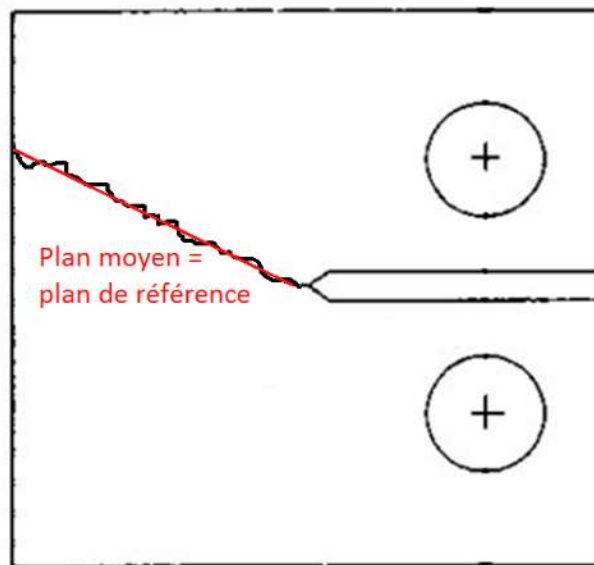
La comparaison de ces deux représentations permet de mettre en évidence que pour une même avancée de la fissuration dans le plan macroscopique, le chemin de propagation de type cristallographique présente une longueur effective de fissure plus importante. Ainsi la tortuosité à l'échelle locale du chemin de fissuration lors du stade I est à l'origine d'une vitesse de propagation plus faible à l'échelle macroscopique que lors du stade II et explique de fait les deux vitesses de propagation avant et après transition.

Afin de caractériser plus précisément ce changement de rugosité, observé sur les faciès et les chemins de fissuration, des analyses topographiques sont effectuées sur les faciès à l'aide d'acquisitions 3D des surfaces de rupture. Un exemple des surfaces reconstruites de cette façon est montré dans la [Figure 108](#).



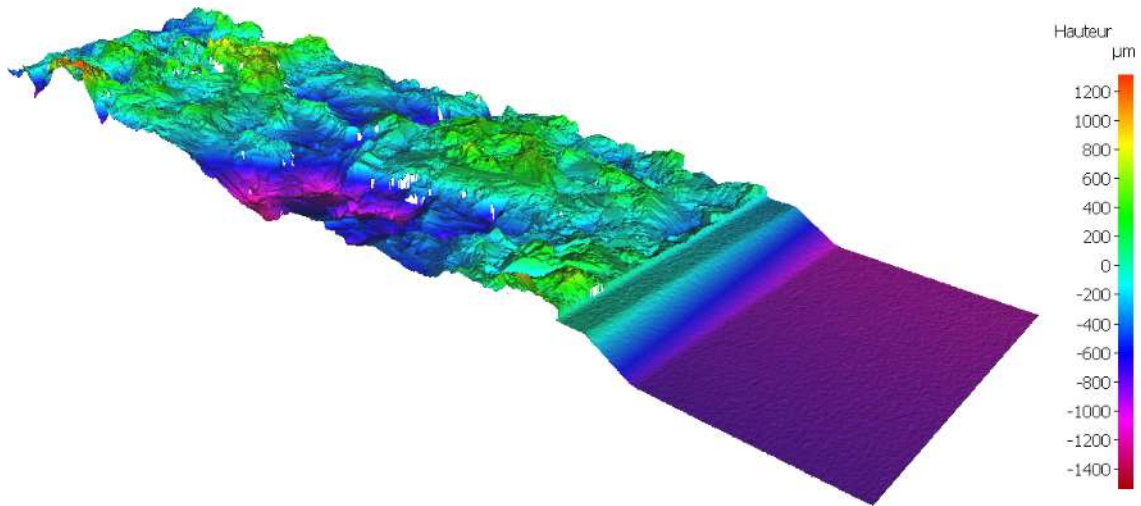
**Figure 108 : Surface de rupture d'éprouvette CT, traitement 1h30 à  $T\beta+25^{\circ}\text{C}$ .**

Une déviation générale du chemin de propagation par rapport à la direction classique de propagation peut cependant intervenir sur certaine surface de propagation. Pour permettre une acquisition dans les mêmes conditions pour toutes les surfaces étudiées, elles sont dégauchies selon le plan moyen de la surface fissurée comme illustré sur la [Figure 109](#).



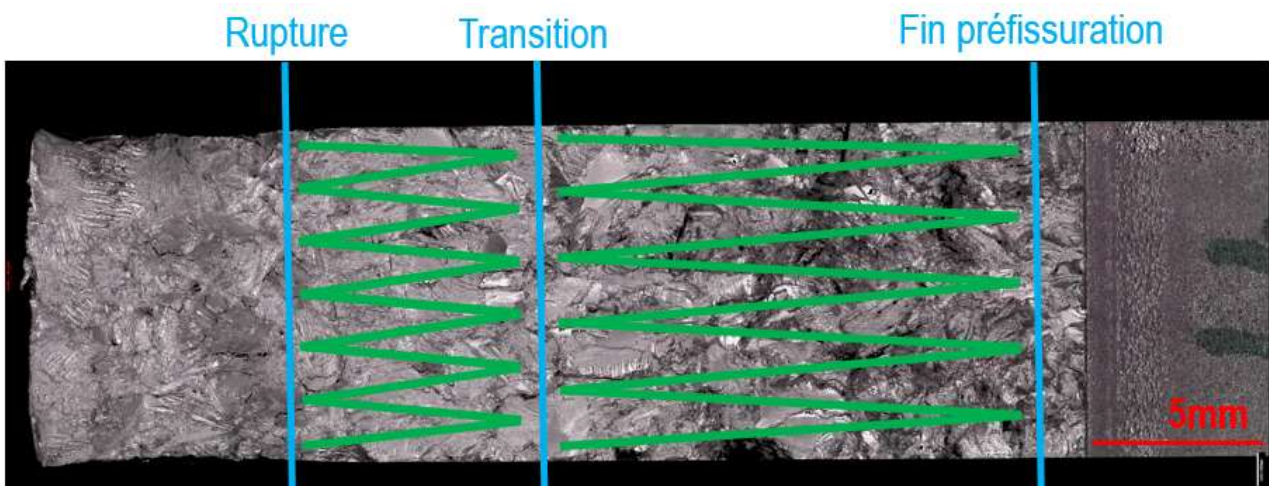
**Figure 109 : Schéma de principe du dégauchissement des surfaces acquises en topographie 3D.**

Le résultat de ce dégauchissement sur la surface de la [Figure 108](#) est présenté sur la [Figure 110](#).



**Figure 110 : Relief de la surface dégauchie.**

A partir de ces surfaces, différents paramètres caractérisant la rugosité des surfaces ont été mesurés dans deux zones spécifiques. La première zone est celle contenue entre la fin de la préfissuration et l'apparition, sur la courbe des vitesses de propagation de la transition pour l'éprouvette considérée. La deuxième zone s'étend de cette même transition à la fin de la propagation lors de l'essai, obtenue à partir de l'avancée de la fissure lors de la rupture de l'éprouvette *Figure 111*. Cependant, du fait des rugosités importantes des surfaces de rupture, notamment pour les microstructures lamellaires, un seul segment de mesure dans ces zones ne permet pas d'obtenir une mesure correcte de la rugosité de la surface. Ainsi, les mesures seront effectuées sur un profil en dents de scie, comme représenté sur la *Figure 111*. De plus, pour limiter les bruits de mesure pouvant être générés par des points sans acquisition de relief, les profils utilisés sont moyennés sur une largeur de 50 points d'acquisition



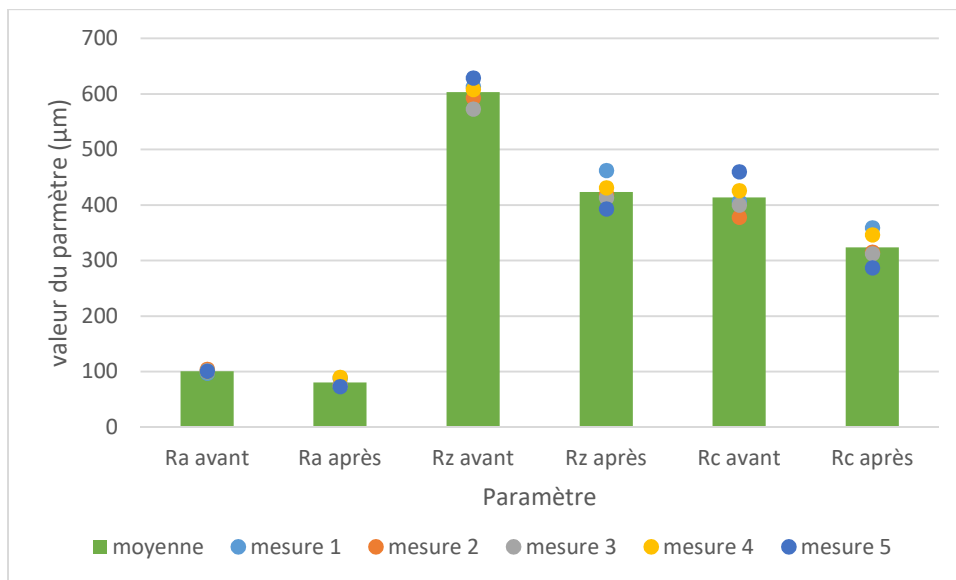
**Figure 111 : Zones et profils de mesure de rugosité sur une surface de rupture d'éprouvette CT.**

Plusieurs paramètres sont considérés pour caractériser la rugosité de la surface :

- $R_a$  : rugosité moyenne (arithmétique) du profil
- $R_q$  : rugosité moyenne (quadratique) du profil
- $R_t$  ( $\mu\text{m}$ ) Hauteur maximum pic à vallée du profil de rugosité
- $R_z$  ( $\mu\text{m}$ ) Hauteur moyenne pic à vallée du profil de rugosité

- $R_{\max}$  ( $\mu\text{m}$ ) Hauteur maximum pic à vallée du profil de rugosité dans les limites d'une longueur d'évaluation
- $R_p$  ( $\mu\text{m}$ ) Hauteur du pic maximal du profil de rugosité
- $R_v$  ( $\mu\text{m}$ ) Profondeur du creux maximal du profil de rugosité
- $R_c$  ( $\mu\text{m}$ ) Hauteur moyenne des irrégularités du profil de rugosité
- $R_{sm}$  ( $\mu\text{m}$ ) Espacement moyen des irrégularités du profil de rugosité

Afin de s'assurer de la précision de ces mesures, notamment du fait du profil obtenu avec un chemin en « dents de scie », elles ont été reproduites sur un des faciès (3h T $\beta$ +25°C) pour évaluer la variabilité des résultats. Les résultats de cette série de mesure sont présentés dans la [Figure 112](#).



**Figure 112 : Variabilité des paramètres Ra, Rz et Rc avant et après transition au cours des mesures.**

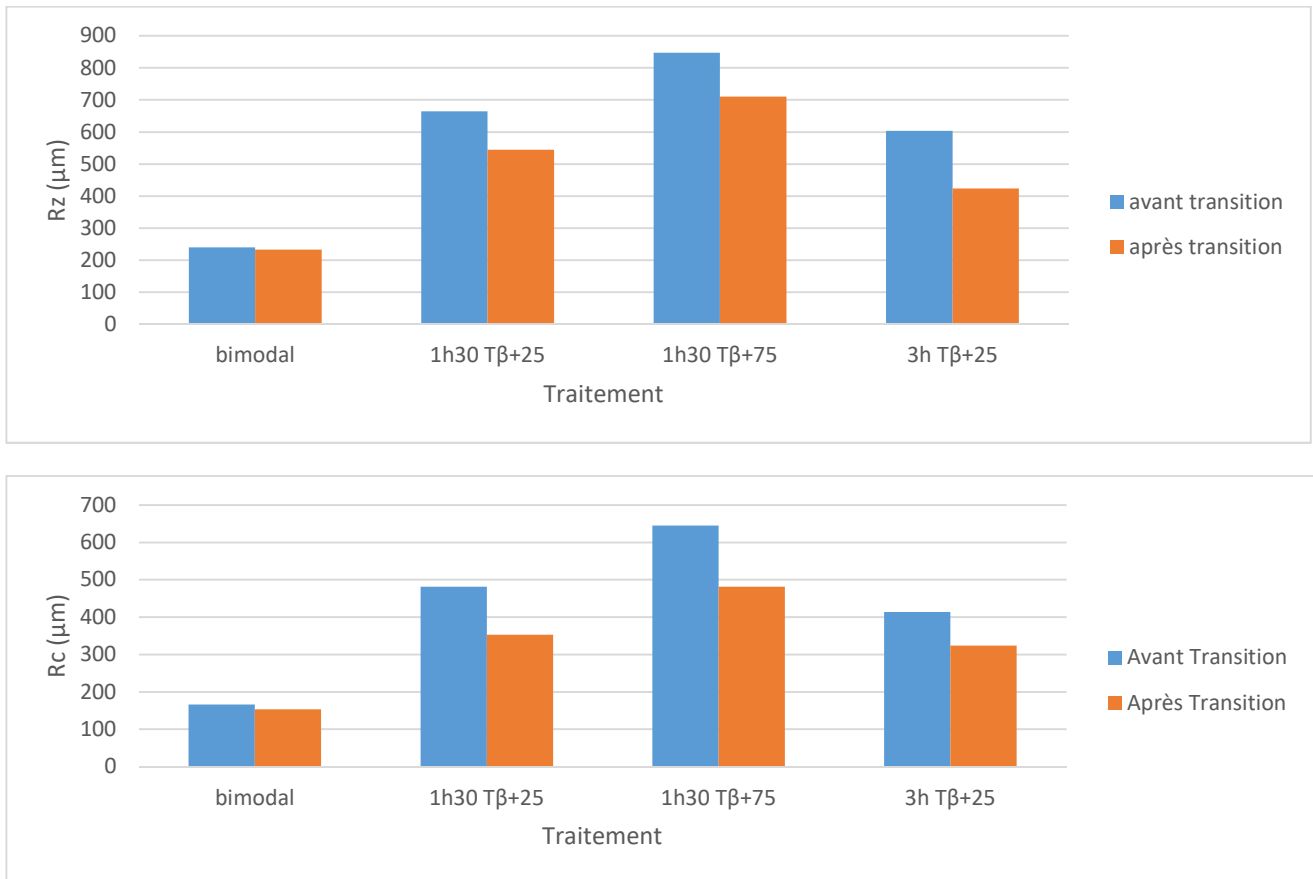
Les résultats de ces analyses sont présentés dans le [Tableau 16](#), avec les valeurs des paramètres avant la transition, après la transition et la variation relative. Pour la microstructure bimodale, ne présentant pas de transition sur les courbes de propagation, l'avancée de fissure correspondant à  $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  est considérée comme transition afin de permettre la comparaison avec les microstructures lamellaires.



Paramètres	bimodal	1h30 T $\beta$ +25°C	1h30 T $\beta$ +75°C	3h T $\beta$ +25°C
Ra ( $\mu\text{m}$ )	48 / 43 / -11%	108 / 103 / -5%	143 / 122 / -15%	101 / 80 / -20%
Rq ( $\mu\text{m}$ )	62 / 54 / -13%	144 / 128 / -11%	181 / 154 / -15%	129 / 101 / -22%
Rt ( $\mu\text{m}$ )	313 / 274 / -12%	1087 / 709 / -35%	1304 / 913 / -30%	827 / 579 / -30%
Rz ( $\mu\text{m}$ )	239 / 232 / -2%	664 / 545 / -20%	847 / 710 / -16%	603 / 424 / -29%
Rmax ( $\mu\text{m}$ )	309 / 260 / -15,7%	830 / 580 / -30%	1124 / 749 / -33%	738 / 541 / -27%
Rp ( $\mu\text{m}$ )	165 / 143 / -13%	536 / 358 / -33%	685 / 463 / -32%	394 / 268 / -32%
Rv ( $\mu\text{m}$ )	148 / 130 / -11%	552 / 350 / -37%	618 / 449 / -27%	432 / 311 / -28%
Rc ( $\mu\text{m}$ )	166 / 153 / -7%	481 / 353 / -27%	645 / 481 / -25%	414 / 324 / -22%
Rsm ( $\mu\text{m}$ )	5266 / 4199 / -20%	5431 / 3144 / -42%	4491 / 3689 / -17%	4862 / 3825 / -21%

**Tableau 16 : Résultats des analyses de rugosité pour les 4 microstructures.**

Ces résultats mettent en évidence la diminution de rugosité au-delà de la transition. En effet, cette diminution est d'environ 20% pour  $R_z$  et 25% pour  $R_c$  pour les microstructures lamellaires et est nettement plus importante que ce qui est observé pour la microstructure bimodale, respectivement -2% et -7% sur ces deux paramètres. De façon plus générale sur l'ensemble des paramètres, on constate que les variations sur la microstructure bimodale, sont très faibles en termes de valeur absolue. Les variations de  $R_z$  et  $R_c$  sont particulièrement intéressantes car elles représentent l'éloignement moyen de la fissure par rapport au plan moyen de propagation et illustrent donc le fait que, pour la même avancée macroscopique, la fissure parcourt un chemin plus important avant la transition qu'après, comme illustré dans les [Figure 106](#) et [Figure 107](#). Ainsi, la plus forte rugosité des microstructures lamellaires avant transition est une des explications au régime de propagation macroscopiquement ralenti avant la transition. Cette rugosité intervient donc de deux façons, dans un premier temps en favorisant les effets de fermeture ( $U$  moyen : avant transition = 0.54 ; après transition = 0.62) comme mentionné dans le [paragraphe 5.4](#), mais aussi plus directement en augmentant la surface totale fissurée.



**Figure 113 : Variation des paramètres Rz et Rc pour les 4 microstructures considérées.**

Du fait des résultats similaires pour les différentes microstructures lamellaires considérés, la suite de travaux portera uniquement sur la microstructure bimodale et la microstructure lamellaire issue du traitement 3h Tβ+25°C.

### 5.6 Prise en compte de la propagation en mode mixte

La déflexion du chemin de propagation par rapport au plan macroscopique de propagation génère, localement, une propagation en mode mixte mode I/ mode II. L'analyse de ce type de propagation se base sur le modèle proposé par Suresh [70], avec une identification respective de la contribution du mode I et du mode II définie par :

$$k_1 = a_{11}(\theta)K_I + a_{12}(\theta)K_{II}$$

$$k_2 = a_{21}(\theta)K_I + a_{22}(\theta)K_{II}$$

Avec  $\theta$  l'angle de déflexion du chemin de propagation par rapport au plan de propagation macroscopique. Dans cette étude, l'angle moyen de déflexion des différentes surfaces de propagation est utilisé, en séparant les mesures entre avant et après la transition. Ces valeurs sont obtenues en mesurant la pente moyenne des surfaces, à partir des mesures 3D de surfaces, présentées dans le paragraphe 5.5. Du fait de la taille des surfaces analysées, elles sont divisées uniquement en deux zones, avant et après transition. Cette déflexion est mesurée à 42° avant transition et 29° après transition.

Ici,  $K_{II} = 0$ , et donc seuls les coefficients  $a_{11}(\theta)$  and  $a_{21}(\theta)$  sont considérés. Ils sont définis par Suresh comme suit :

$$a_{11}(\theta) = \cos^3\left(\frac{\theta}{2}\right)$$

$$a_{21}(\theta) = \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)\cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)$$

La valeur du facteur d'intensité de contrainte équivalente du modèle de Suresh, notée  $K_{eff,S}$  peut ensuite être calculée :

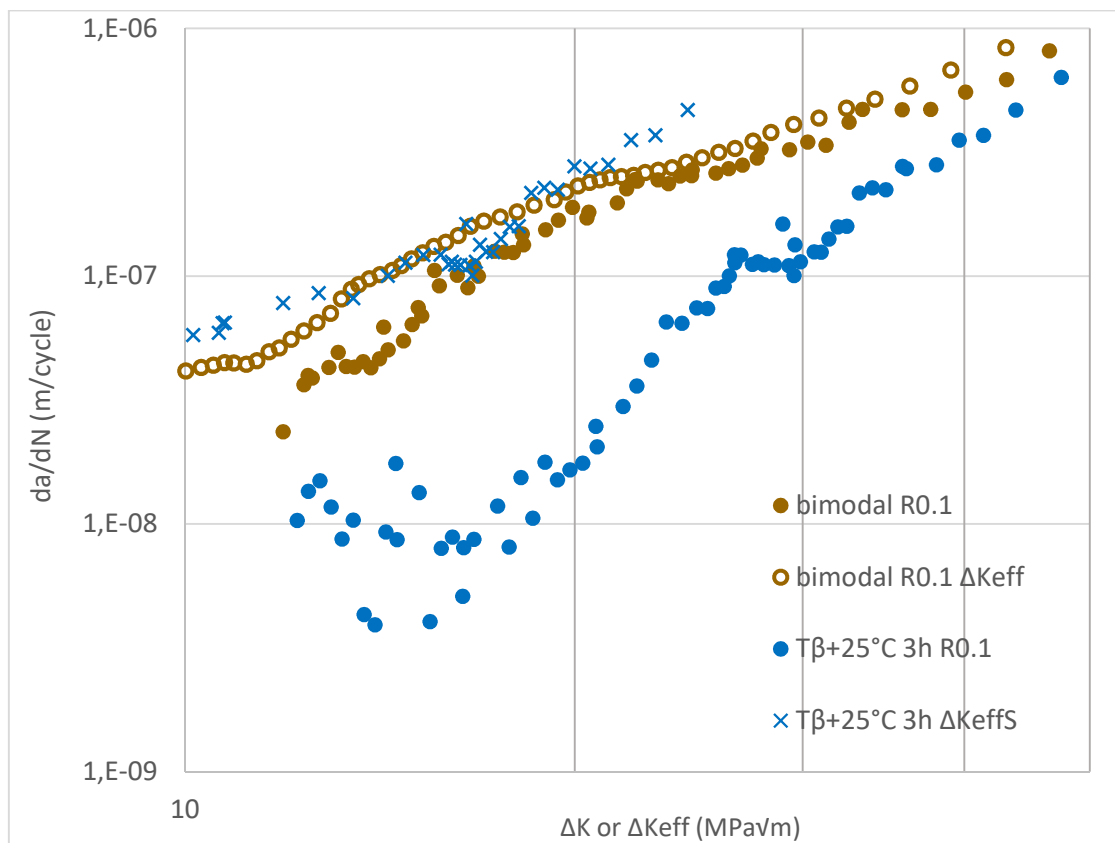
$$K_{eff,S} \approx \sqrt{k_1^2 + k_2^2}$$

A partir de ces équations, on peut calculer la valeur de  $\Delta K_{eff,S}$  en prenant :

$$K_{max_{eff,S}} = \sqrt{\left(\cos^3\left(\frac{\theta}{2}\right)K_{max}\right)^2 + \left(\sin\left(\frac{\theta}{2}\right)\cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)K_{max}\right)^2}$$

$$K_{min_{eff,S}} = \sqrt{\left(\cos^3\left(\frac{\theta}{2}\right)K_{ouv}\right)^2 + \left(\sin\left(\frac{\theta}{2}\right)\cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)K_{ouv}\right)^2}$$

Il est à noter que  $K_{min_{eff,S}}$  est calculé en utilisant la valeur de  $K_{ouv}$  et non  $K_{min}$ . De cette façon, le  $\Delta K_{eff,S}$  calculé prend en compte les effets de fermeture. Les courbes de vitesses de propagation en fonction de  $\Delta K_{eff,S}$  sont présentées en [Figure 114](#).



**Figure 114 : Vitesses de propagation en fonction de  $\Delta K$  (points pleins),  $\Delta K$  effectif (points ouverts) et  $\Delta K_{effs}$  (croix) pour une microstructure lamellaire et la microstructure bimodale de l'alliage TA6V.**

On constate qu'en combinant la prise en compte des effets de fermeture et le model de Suresh pour la prise en compte du mode mixte mode I/mode II, les courbes  $da/dN$  vs  $\Delta K_{eff,S}$  pour la microstructure lamellaire et

$da/dN$  vs  $\Delta K_{eff}$  pour la microstructure bimodale présente une bonne superposition. De ce fait, la différence de comportement entre les microstructures lamellaire et bimodale de l'alliage TA6V ELI, expliquée en partie par les effets de fermeture, peut être totalement expliquée par l'action combinées de la fermeture et de la propagation en mode mixte.

## 5.7 Influence du rapport de charge

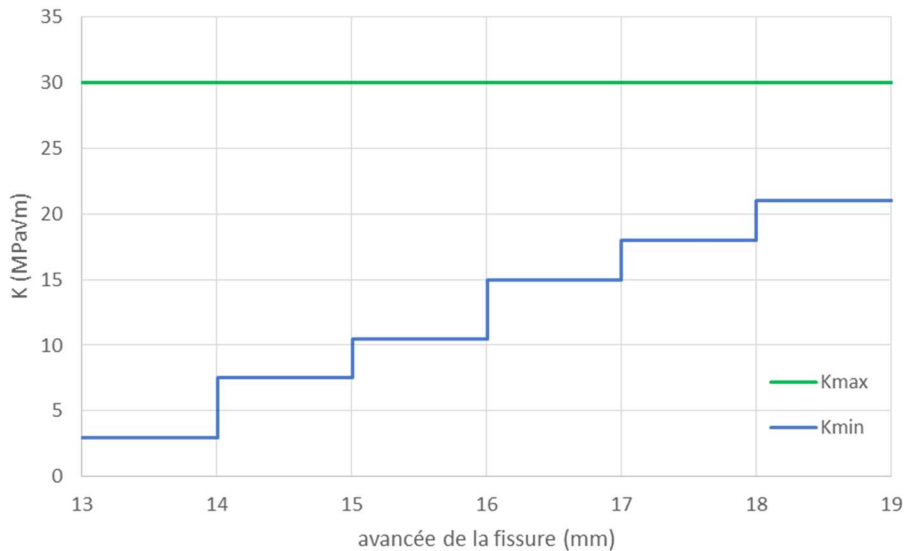
L'influence du rapport de charge est observée afin de vérifier le lien entre la transition observée sur les courbes  $da/dN$  et la plasticité cyclique et/ou monotone. En effet, des essais à plus fort rapport de charge devraient permettre d'activer plus de source de plasticité, pour une même zone plastique cyclique. De plus, au vu des niveaux de fermeture mesuré à  $R = 0,1$ , il est anticipé que les effets de fermeture seront limités à fort rapport de charge. Si ceci est vérifié, cela permettrait de confirmer que les effets de fermeture ne sont pas la seule explication à la différence de vitesses de propagation entre microstructure bimodale et lamellaire, si de telles différences sont encore observées.

Au vu des résultats similaires obtenus dans les paragraphes précédents entre les différentes microstructures lamellaires, une seule microstructure lamellaire est conservée et comparée à la microstructure bimodale. Le choix de cette microstructure pour la suite des études s'est porté sur celle issue d'une mise en solution de 3h à  $T\beta+25^\circ\text{C}$ . Cette microstructure lamellaire est sélectionnée car elle présente l'épaisseur moyenne de lamelles la plus importante, ce qui facilitera d'éventuelles analyses complémentaires à l'échelle de la microstructure.

### 5.7.1 Essais à rapport de charge variable

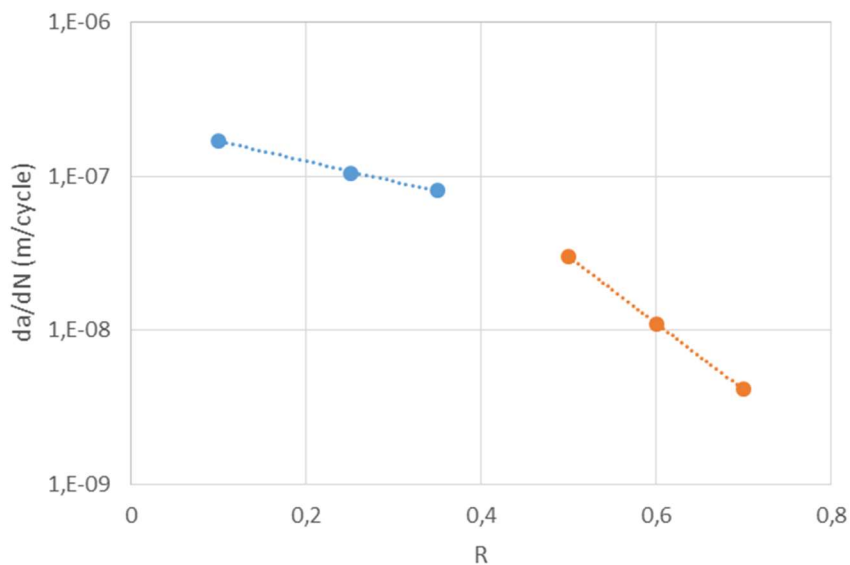
Afin d'identifier la charge à l'ouverture, un essai à rapport de charge variable est réalisé. Cet essai est effectué avec une valeur de  $K_{max}$  fixée à 30 MPa $\sqrt{m}$ . La valeur de  $K_{min}$  est progressivement augmentée de 3 MPa $\sqrt{m}$  à 21 MPa $\sqrt{m}$ , comme illustré sur la [Figure 115](#), de façon à faire varier le rapport  $R$  entre 0,1 et 0,7. Ce choix de  $K_{max}$  a été effectué pour obtenir des valeurs de  $\Delta K$  contenues entre le  $\Delta K$  seuil et le  $\Delta K$  de transition, noté  $\Delta K_t$ .

A chaque niveau de rapport de charge, on laisse la fissure propager sur 1mm avant de réaliser la mesure de fermeture.



**Figure 115 : Evolution de Kmax et Kmin lors de l'essai à rapport de charge variable.**

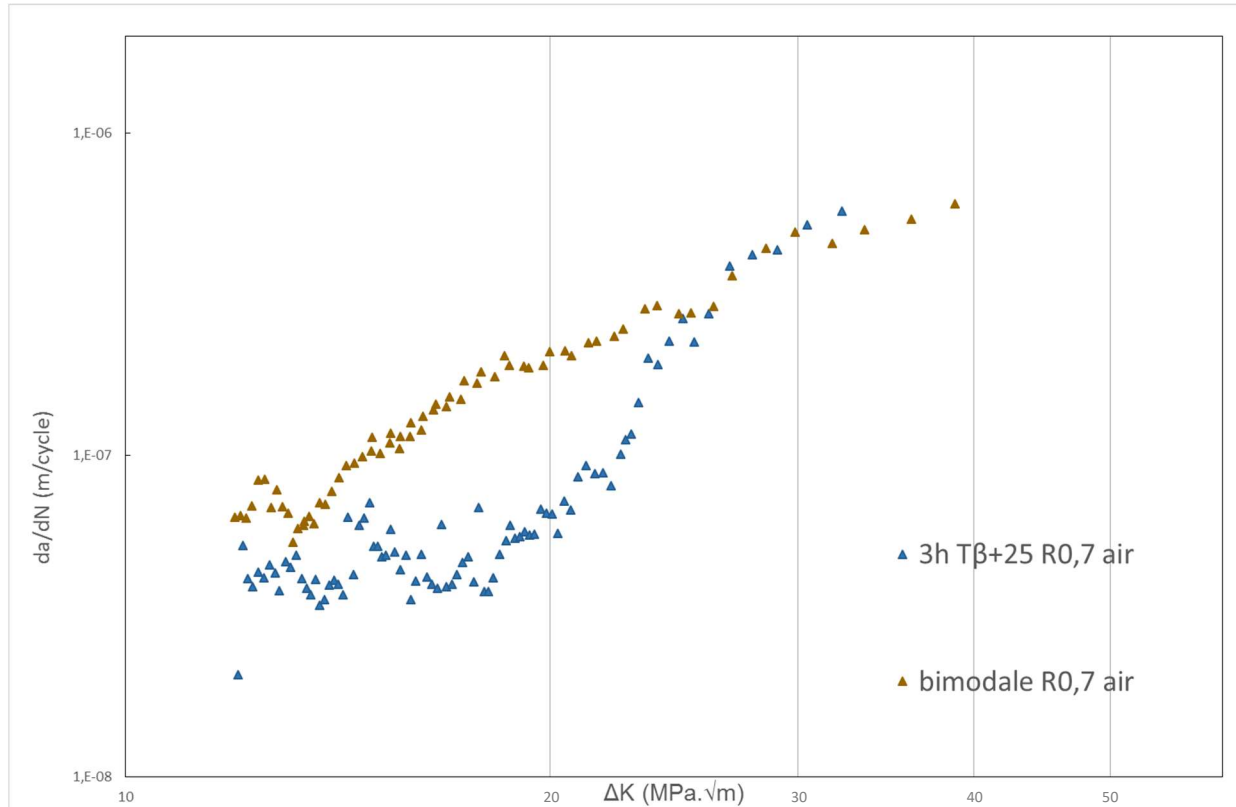
Une fermeture est détectée aux rapports de charges  $R = 0,1$ ,  $R = 0,25$  et  $R = 0,35$  alors qu'aucun phénomène de fermeture n'est détecté aux rapports de charges  $R = 0,5$ ,  $R = 0,6$  et  $R = 0,7$ . A chacun de ces différents paliers les vitesses de propagations de fissure sont mesurées sur 1mm. Les résultats de ces mesures sont présentés sur la [Figure 116](#). Les vitesses de propagation peuvent être classées en deux groupes, respectivement en bleu et en orange sur la [Figure 116](#). Pour les rapports de charges auxquels un effet de fermeture est détecté, la vitesse varie peu, car le  $K_{min}$  est inférieur au  $K_{ouv}$ , entraînant une valeur de  $\Delta K_{eff}$  similaire. La valeur de  $K_{ouv}$  augmentant légèrement avec le rapport de charge, celle de  $\Delta K_{eff}$  diminue légèrement avec l'augmentation du rapport de charge. Cependant, pour les rapports de charge où aucun effet de fermeture n'est détecté, la vitesse diminue fortement car  $\Delta K_{eff}$ , identique à  $\Delta K$ , diminue avec l'augmentation de  $K_{min}$ . Cette vérification des vitesses de propagation durant cet essai permet de valider la détection de la fermeture.



**Figure 116 : Vitesses de propagation pour différentes valeurs de R, avec  $K_{max} = 30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

### 5.7.2 Essais à R = 0,7

Des essais à R = 0,7 ont été réalisés afin d'obtenir un rapport taille de zone plastifiée monotone / taille de zone plastique cyclique plus important et d'activer plus de sources de plasticité pour une même-zone plastifiée cyclique, dans le but d'obtenir plus d'informations sur le rôle de chacune de ces zones plastifiée dans la différence de comportement en fissuration observé entre microstructure bimodale et lamellaire. De plus, à ce rapport de charge, aucune fermeture n'est attendue, permettant de vérifier l'influence de la fermeture déduite des mesures de fermeture.



**Figure 117 : Vitesse de propagation au rapport de charge R 0,7.**

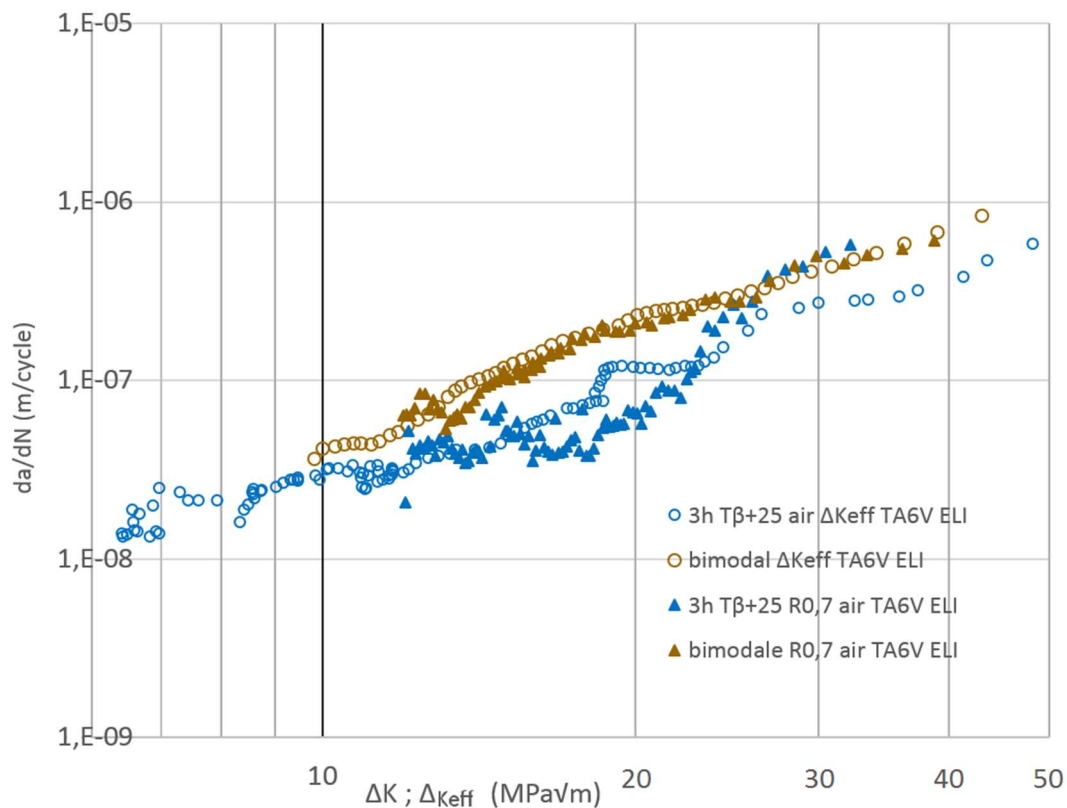
La [Figure 117](#) présente les résultats des essais au rapport de charge R = 0,7. Tout d'abord, il est à noter que conformément aux attentes, aucune fermeture n'a été détectée lors des essais à R = 0,7 pour chaque microstructure, ainsi, la valeur du  $\Delta K_{\text{eff}}$  sera identique à celle de  $\Delta K$ .

Ensuite, ces essais confirment la différence observée au rapport de charge R = 0,1 entre les microstructures bimodale et les microstructures lamellaires. On constate en effet qu'à ce rapport de charge, la microstructure lamellaire présente toujours une première partie à la propagation ralentie, avant de converger vers des vitesses de propagation similaires à celle dans la microstructure bimodale. La transition entre ces deux régimes de propagation s'effectue à un  $\Delta K$  d'environ 25MPa $\sqrt{m}$ , comme au rapport de charge R = 0,1.

Ce comportement similaire entre R = 0,1 et R = 0,7 est une confirmation du lien entre le régime ralenti des microstructures lamellaires avant la transition et la zone plastifiée cyclique.

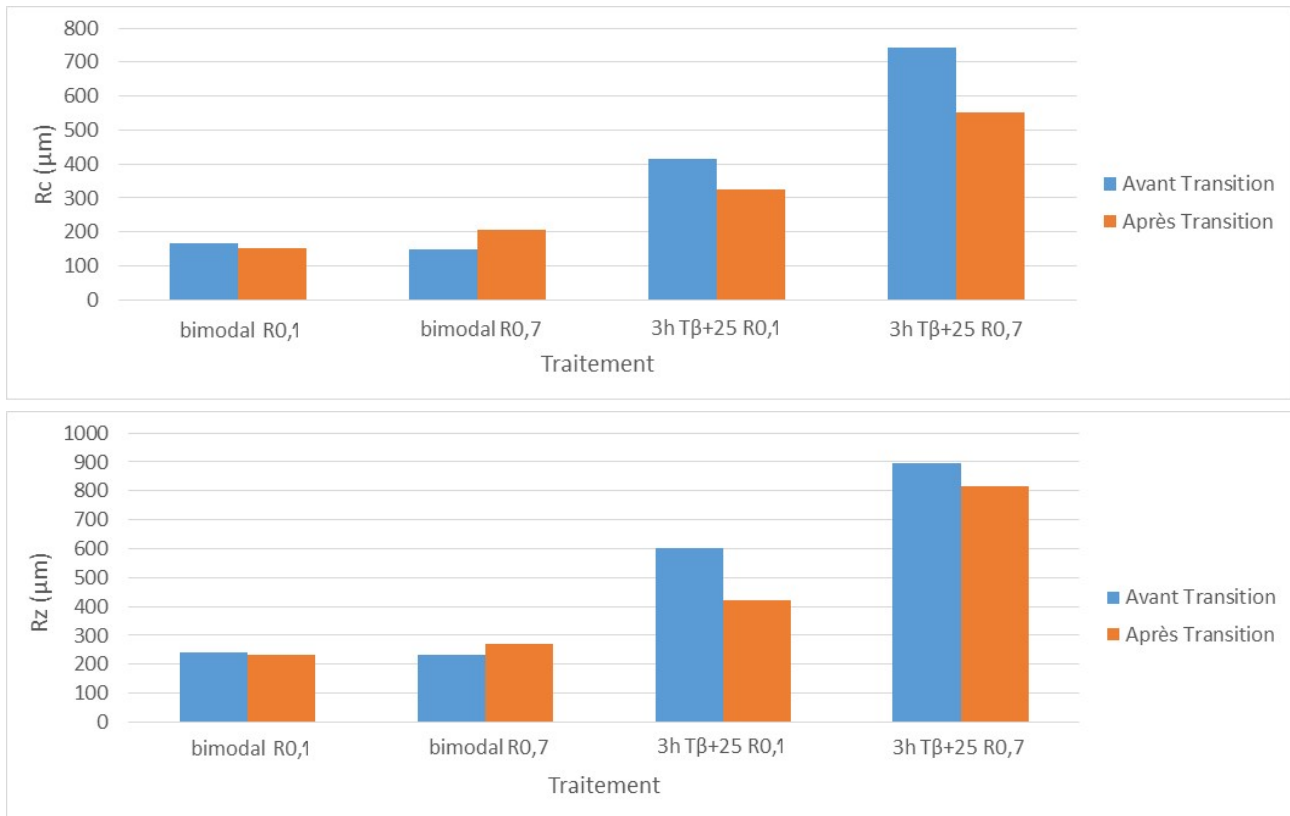
La comparaison entre les essais à un rapport de charge R = 0,7 et les essais à un rapport de charge R = 0,1 tracés en fonction du  $\Delta K_{\text{effectif}}$  est effectuée sur la [Figure 118](#). Cette comparaison montre que la différence entre les deux types de microstructures n'est pas liée uniquement à la fermeture. On y observe en effet une

très bonne superposition entre les deux courbes de la microstructure bimodale. Pour la microstructure lamellaire, cette superposition reste correcte sans être parfaite. On constate notamment que la zone de régime ralenti est beaucoup plus importante sur l'essai à  $R = 0,7$  que sur l'essai à  $R = 0,1$  en fonction du  $\Delta K_{\text{effectif}}$  avec des vitesses de propagation inférieures entre  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et  $\Delta K = 23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Ces vitesses de propagation plus faible à  $R = 0,7$  qu'à  $R = 0,1$  en fonction du  $\Delta K_{\text{effectif}}$  montrent que le fort rapport de charge semble exacerber une cause induisant ce régime ralenti, autre que la fermeture.



**Figure 118 : Comparaison  $R = 0,1$  avec  $\Delta K$  effectif et  $R = 0,7$ .**

Les mesures de rugosité de surfaces, décrites dans le [paragraphe 5.5](#) ont été réalisées sur les éprouvettes soumises à un essai à  $R = 0,7$ .



**Figure 119 : Paramètres  $R_c$  et  $R_z$  obtenus par mesure de rugosité sur les faciès des essais à  $R=0,7$ .**

Les résultats de ces mesures, présentés en [Figure 119](#), illustrent une évolution de la rugosité similaire à celle observé à  $R = 0,1$  pour les microstructures lamellaires, avec une diminution de la rugosité au passage de la transition. On note cependant une rugosité plus forte à  $R = 0,7$  qu'à  $R=0,1$  pour la microstructure lamellaire, qui pourrait expliquer la différence de vitesses de propagation observée entre les vitesses à  $R = 0,1$  en fonction du  $\Delta K_{\text{effectif}}$  et à  $R = 0,7$ . Cet effet de la rugosité pourrait être confirmé par la prise en compte de la propagation en mode mixte, comme considéré à  $R=0,1$  dans le [paragraphe 5.6](#), cependant ceci ne sera pas réalisé dans le cadre de ces travaux.

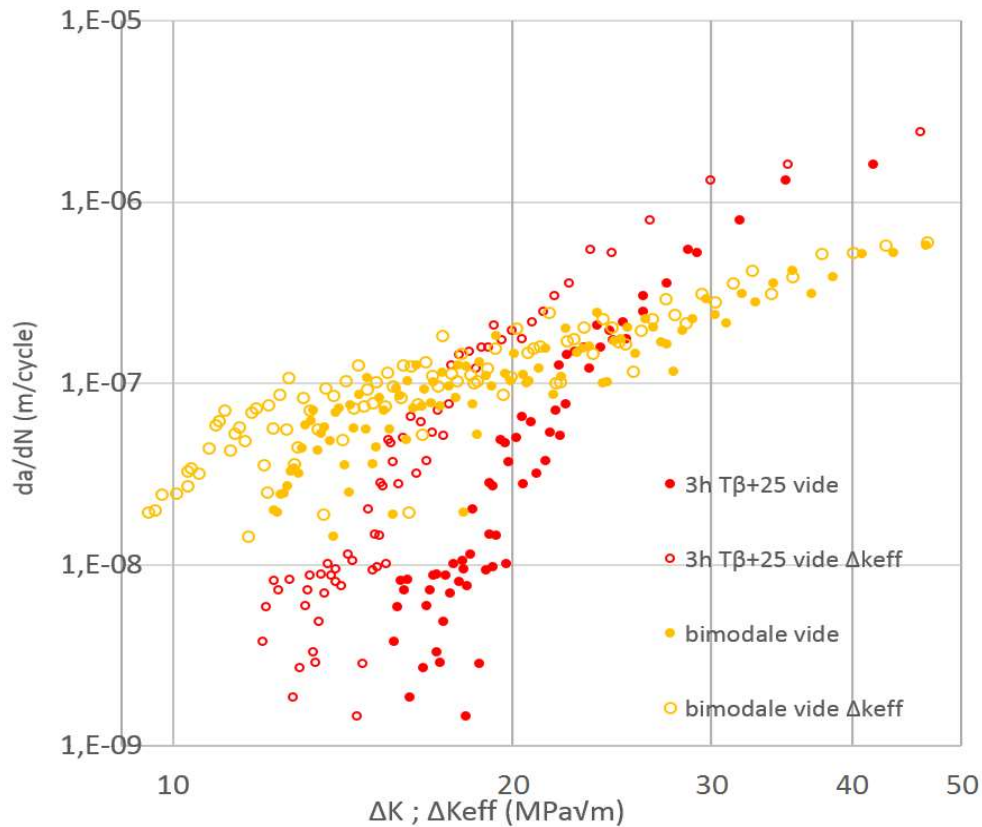
### 5.8 Influence de l'environnement

L'influence de l'environnement est étudiée car il est susceptible de modifier la propension à la propagation suivant un mode fortement cristallographique. Des essais ont donc été menés sous vide.

Pour ces essais, le niveau de vide utilisé est compris entre  $9 \cdot 10^{-6}$  et  $1,5 \cdot 10^{-5}$  mbar. Les mesures de fermeture sont aussi réalisées lors des essais sous vide.

La courbe de la [Figure 120](#) présente les courbes de vitesse de propagations sous vide en fonction de  $\Delta K$  et de  $\Delta K_{\text{effectif}}$ .





**Figure 120 : courbes de propagations sous vide des microstructures bimodale et lamellaire.**

On observe sur cette figure que les performances relatives de la microstructure lamellaire par rapport à la bimodale sous vide ne sont pas identiques à ce qui est observé sous air, où les microstructures lamellaires présentent de meilleures performances que les bimodales sur toute la plage de  $\Delta K$  considérée. Sous vide, la microstructure lamellaire a de meilleures performances que la bimodale aux faibles  $\Delta K$  (jusqu'à environ 21 MPa√m, ou  $\Delta K_{\text{effectif}}$  de 18 MPa√m), comme ce qui est observé sous air. Néanmoins, après ce seuil et contrairement à ce qui est observé sous air, les vitesses de propagation de la microstructure lamellaire ne présentent pas de transition marquée et deviennent significativement supérieures à celles obtenues avec la microstructure bimodale. En considérant les vitesses de propagation en fonction du  $\Delta K_{\text{effectif}}$ , la différence sur la microstructure bimodale est quasi négligeable, alors qu'elles présentent une nette différence pour la microstructure lamellaire. Il peut aussi être noté que contrairement à tous les autres essais commencé à un  $\Delta K$  de 12 MPa√m, la microstructure lamellaire sous vide a nécessité d'augmenter graduellement le  $\Delta K$  initial jusqu'à 15 MPa√m pour obtenir une avancée de la fissure.

En comparant les performances sous vide et sous air (*Figure 121* et *Figure 122*), on observe un effet différent de l'air sur les deux types de microstructures considérées. En effet l'air a un effet néfaste sur la résistance à la propagation de fissures de la microstructure bimodale, avec des vitesses de propagation similaires aux faibles  $\Delta K$  puis légèrement supérieures sous air que sous vide, aussi bien en considérant la valeur de  $\Delta K$  que de  $\Delta K_{\text{effectif}}$ .

Les résultats obtenus sur la microstructure lamellaire sont assez différents. En effet la vitesse sous vide est dans un premier temps inférieure à celle sous air, ainsi, la valeur initiale de  $\Delta K$  a dû être augmentée à  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  afin d'obtenir une propagation à une vitesse supérieure à  $10^{-9} \text{ m/cycle}$ . Cependant, elle devient rapidement (à  $\Delta K$  environ égal à 19 MPa√m) supérieure à celle observé sous air. Ainsi on observe que l'air a un effet positif sur les performances des microstructures lamellaires à partir d'un  $\Delta K$  de 19 MPa√m jusqu'à

rupture, avec une différence pouvant atteindre quasiment un ordre de grandeur à partir d'un  $\Delta K$  d'environ 30 MPa $\sqrt{m}$ . Cet effet est surprenant du fait d'un effet généralement négatif de l'air sur la résistance à la propagation de fissure observé sur les alliages de titanes à faibles niveaux de  $\Delta K$  ou en fatigue [73], [74], ou plus généralement sur les alliages métalliques [75]–[78]. Cet effet est aussi visible sur les courbes de propagation en fonction du  $\Delta K$  effectif.

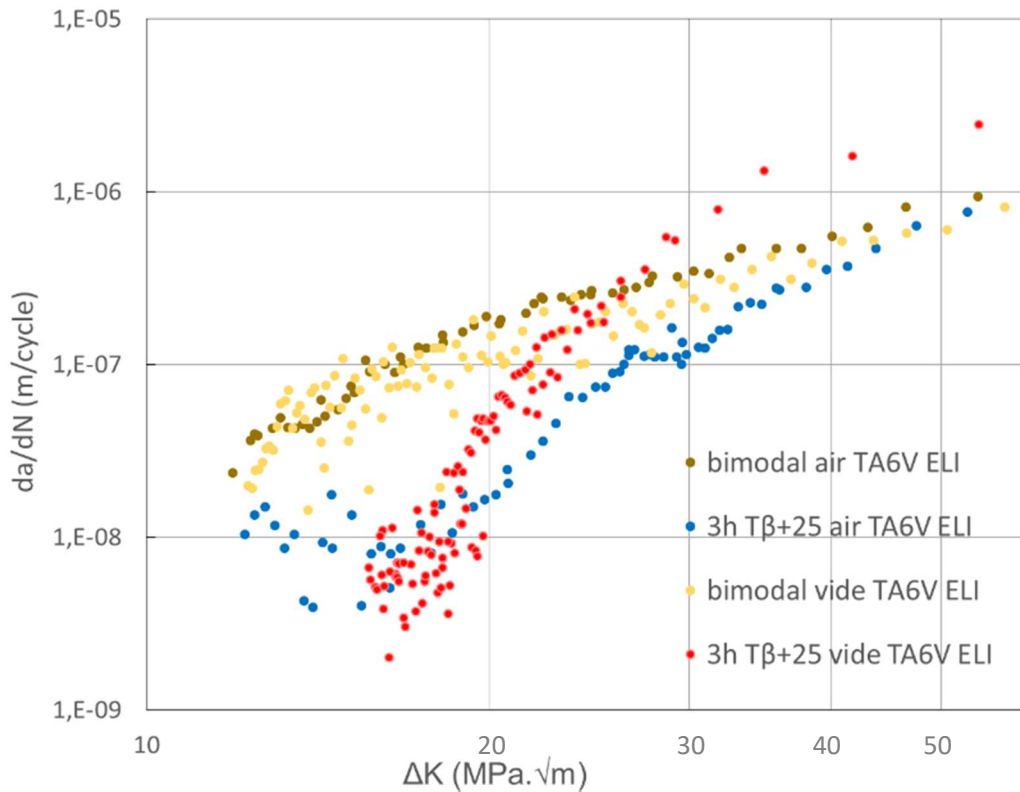


Figure 121 : Comparaison des vitesses de propagation sous vide et sous air.

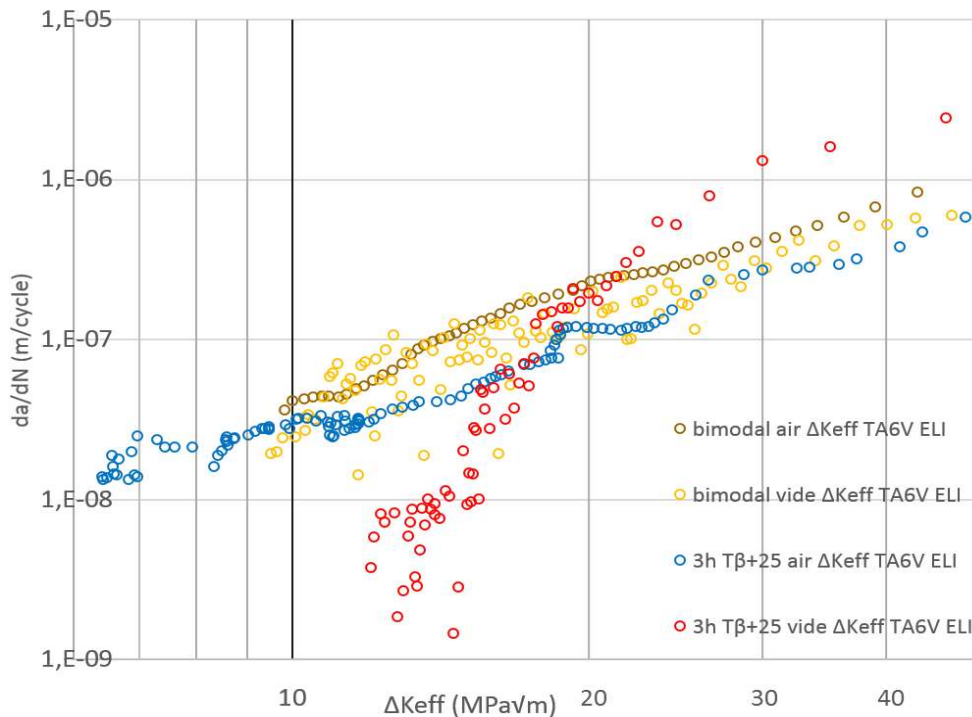
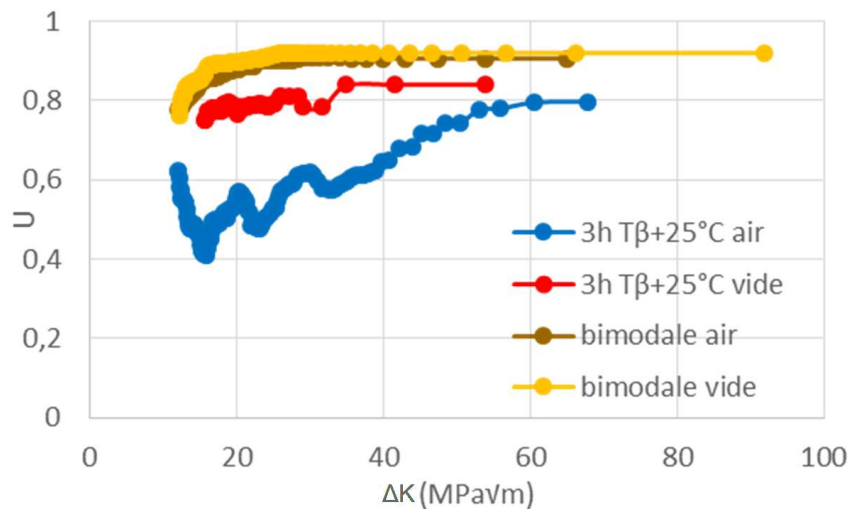


Figure 122 : Comparaison des vitesses de propagation par rapport au  $\Delta K_{effectif}$  sous vide et sous air.

L'évolution de la fermeture visible sur la [Figure 123](#), avec de faibles niveaux de fermeture pour la microstructure bimodale. On observe que la fermeture évolue de façon identique sous air et sous vide pour la microstructure bimodale. Il est intéressant de constater que le comportement en fermeture de la microstructure lamellaire en revanche change de façon significative en fonction de l'environnement. La fermeture mesurée est significativement plus faible sous vide que sous air.



**Figure 123 : comparaison des niveaux de fermeture sous vide et sous air pour une microstructure bimodale et une microstructure lamellaire.**

Cette différence de fermeture ne semble cependant ne pas être la cause de la différence de vitesse de propagations de la microstructure lamellaire entre vide et air. En effet, sur cette microstructure, la fermeture sous air est toujours supérieure à celle sous vide, même pour les plages de  $\Delta K$  auxquelles les vitesses de propagation sous vide sont plus faibles que sous air. De plus, on constate cette inversion des performances sous air et sous vide sur la courbe des vitesses de propagation en fonction du  $\Delta K_{\text{effectif}}$ , ([Figure 122](#)), en ayant donc retiré les effets de fermeture sont similaires à celle observées sur la [Figure 121](#).

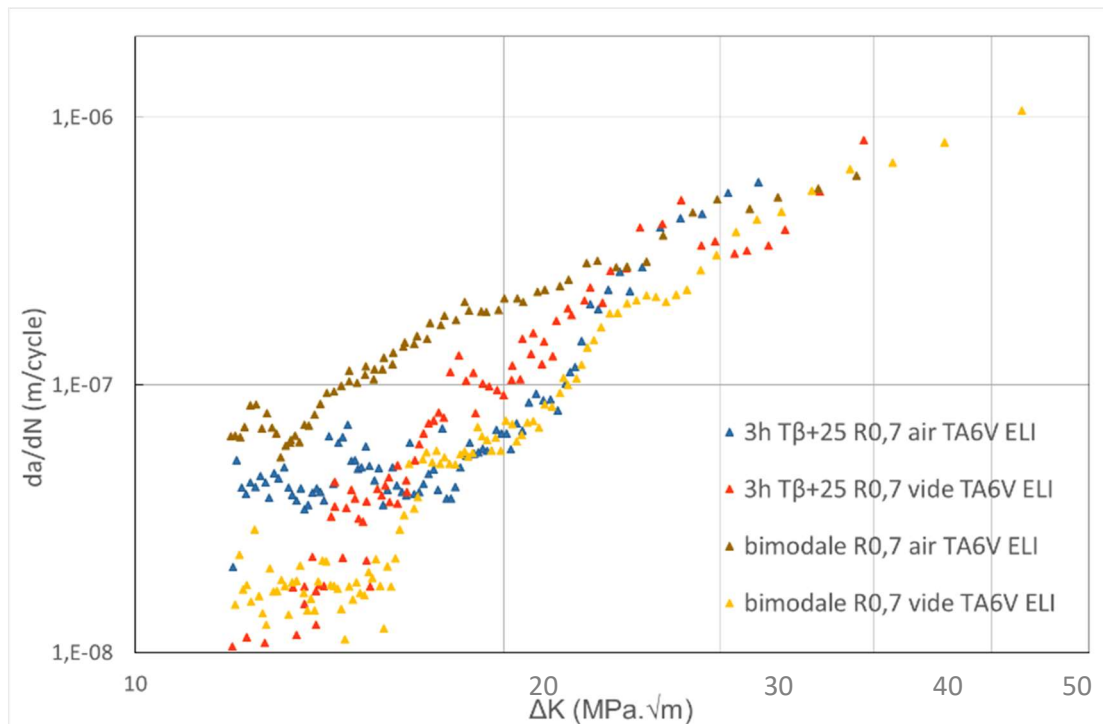
Afin de vérifier l'impact de la fermeture et du rapport de charge, des essais sous vides sur les deux microstructures sont réalisés avec des rapports de charges  $R = 0,7$ . Les courbes obtenues avec ces essais sont comparés à celles des essais sous air à  $R = 0,7$  sur la [Figure 124](#). On observe ces tendances similaires à celle observées à  $R = 0,1$ , mais avec des amplitudes différentes. En effet, la comparaison des performances de la microstructure bimodale, légèrement meilleures sous vide que sous air à  $R = 0,1$ , montre une différence significative à  $R = 0,7$ , du  $\Delta K$  initial de 12MPa√m jusqu'à environ 30MPa√m. Concernant la microstructure lamellaire, la différence entre propagation sous vide et sous air est cette fois plus faible. En dessous de  $\Delta K = 15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , on retrouve les meilleures performances sous vide, puis entre 15 et 25MPa√m l'air à un effet positif sur les performances.

Enfin dans un troisième temps, les vitesses de propagation mesurées sous vide et sous air se rejoignent. Il est ici utile de rappeler que pour les essais à  $R = 0,7$ , les points obtenus à des  $\Delta K$  supérieurs à 30 MPa√m ne doivent pas être considéré comme de la propagation de fissure par fatigue, puisque le  $K_{\text{max}}$  à partir de  $\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  atteint le  $K_{\text{IC}}$  du matériau.

L'augmentation des performances de la microstructure lamellaire sous air pourrait s'expliquer par la création sous air d'une fine couche d'oxyde passivante qui émousserait la pointe de fissure, diminuant localement la

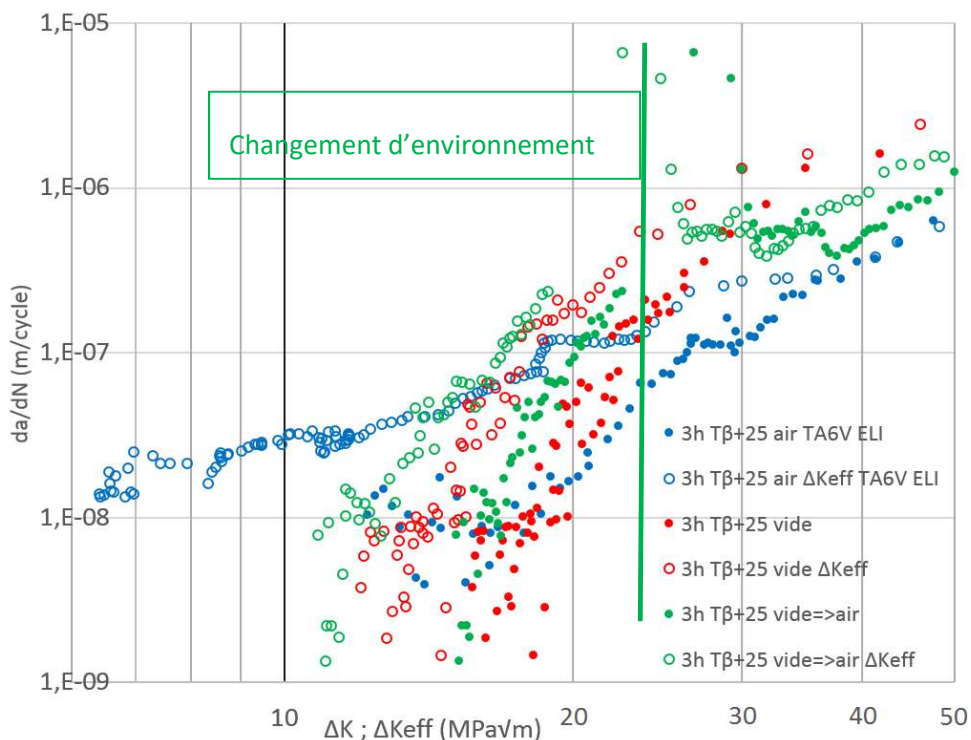
concentration de contrainte en pointe de fissure. Cependant, cette explication semble invalidée par l'effet contraire observé sur la microstructure bimodale, avec des performances inférieures sous air que sous vide.

Une explication à cet effet différent pourrait être la diffusion d'oxygène dans les interfaces, plus nombreux dans la microstructure lamellaire qui serait donc plus affectée par cette diffusion, l'enrichissement en oxygène entraînant une augmentation de la résistance et une fragilisation. Cependant, cette diffusion à température ambiante semble trop limitée et lente pour expliquer une telle différence.



**Figure 124 : Comparaison des essais à R = 0,7 sous vide et sous air.**

Pour approfondir la compréhension de cette interaction entre l'environnement et la propagation un essai est réalisé avec un changement d'environnement en cours d'essai. L'essai est ainsi débuté sous vide jusqu'à un niveau de  $\Delta K$  de 23MPa $\sqrt{m}$ . L'essai est alors interrompu pour changer d'environnement en cassant le vide. L'essai est enfin conduit sous la même amplitude qu'avant interruption et conduit à rupture. La courbe des vitesses de propagation en fonction du  $\Delta K$  et  $\Delta K_{\text{effectif}}$  est présentée sur la [Figure 125](#) et comparée aux essais sur la même microstructure sous air et sous vide.



**Figure 125 : Comparaison d'essais sous vide, sous air et avec changement d'environnement.**

Cet essai permet d'observer une légère différence entre l'essai sous vide et l'essai à environnement variable sur sa partie sous vide, cependant cette différence reste faible et la forme de la courbe sur ces deux parties est identique. Après le changement d'environnement les vitesses de propagation présentent un pic sur les premiers cycles sous air, avant de redescendre et présenter un « plateau » de vitesse jusqu'à rejoindre les vitesses obtenues lors de l'essai sous air.

Cet essai semble indiquer que le régime de propagation sous vide conserve une influence durant une certaine période même après passage à l'air. En effet, la phase transitoire avant que les vitesses de propagation ne rejoignent celle sous air représente environ 5mm d'avancée de fissure (avancée de fissure obtenue en environ 5 minutes) durant lesquelles une transition entre deux régimes de propagation s'applique.

Des études plus approfondies de la propagation sous vide seraient nécessaires, cependant, du fait des limitations de temps, ces études ne pourront pas être réalisées durant ces travaux de thèse.

## 5.9 Conclusion chapitre 5

Les essais et analyses réalisés permettent de mettre en évidence les points suivants. Tout d'abord, il est montré que la taille des ex-grains  $\beta$ , dans l'intervalle de taille considéré entre 1 et 2mm, n'a pas d'influence sur les vitesses de propagation des microstructures lamellaires car pour toutes ces microstructures, les vitesses de propagation ne présentent aucune différence notable.

Une transition entre deux régimes de propagation est observée sur les courbes obtenues sur les microstructures lamellaires, transition entre un régime à bas  $\Delta K$  relativement lent, au caractère très

cristallographique, et un régime de propagation correspondant à des valeurs de  $\Delta K$  plus élevées, insensible à la cristallographie, déjà mentionné dans la littérature [25], [33], [43], [44], [46].

Le changement d'un régime à un autre lors d'essais sur des microstructures lamellaires s'accompagne d'une diminution de la rugosité des faciès et de la tortuosité du chemin de propagation. Cette rugosité plus importante avant transition a été vérifiée à l'aide de mesure 3D des faciès de rupture, qui montre une diminution d'environ 20% de la rugosité au passage de la transition.

La comparaison entre les microstructures lamellaires et les microstructures bimodales montre que les microstructures lamellaires présentent des performances nettement supérieures durant le régime ralenti avant transition. Après transition, les vitesses de propagation des deux types de microstructures tendent à se rejoindre. La différence de rugosité des faciès de rupture entre les deux microstructures, particulièrement forte pourrait expliquer cette différence via l'augmentation des effets de fermeture causés par la rugosité. Pour valider cette hypothèse, les effets de fermeture de fissure ont été mesurés. Il a été montré que la fermeture explique en partie la différence entre les microstructures bimodales et lamellaires. Cependant, en comparant les microstructures lamellaires et bimodales en  $\Delta K_{\text{effectif}}$  ou à fort rapport de charge, et donc sans influence de la fermeture, on constate qu'une différence existe toujours en terme de résistance à la propagation de fissure. La fermeture n'est donc pas le seul effet entraînant ce changement de résistance.

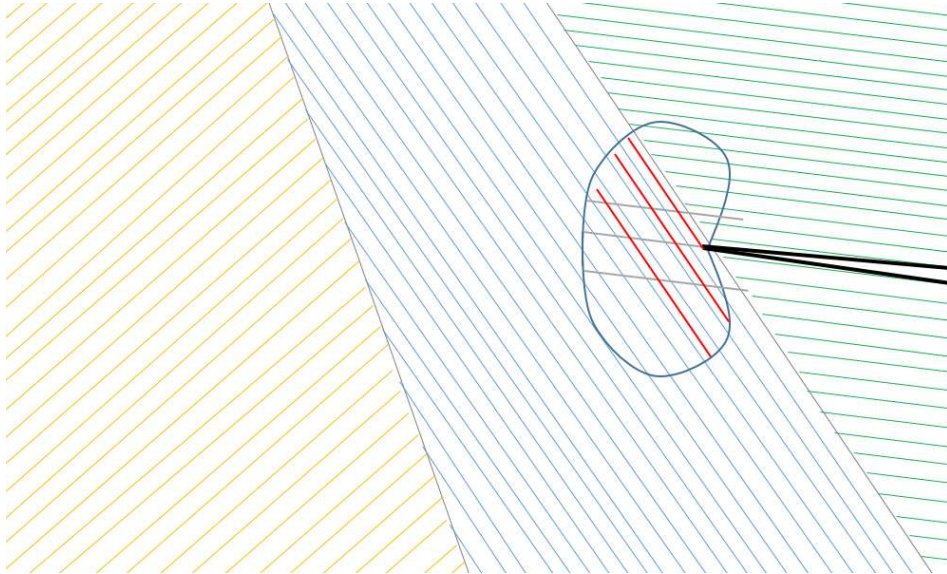
Une explication à cette différence restante pourrait être la déviation du chemin de fissuration lié à la microstructure. Dans les microstructures lamellaires, la microstructure, de taille conséquente entraîne une déviation de la fissure qui semble suivre les plans cristallographiques. Cette déviation entraîne alors une augmentation de la longueur totale du chemin de fissure et génère une propagation en mode mixte mode I/ mode II. La prise en compte de la réduction du  $\Delta K$  provoqué par cette propagation en mode mixte, selon la méthode proposée par Suresh, a montré qu'elle permet d'expliquer la différence résiduelle entre microstructure lamellaire et bimodale, après prise en compte de la fermeture.

Ces résultats pourraient s'expliquer par une localisation de la plasticité dans les plans cristallographiques avant la transition. En se limitant à l'activation de système de déformation dans ces plans, la déformation entraîne la fissure dans des déviations importantes. Après la transition, l'activation par la zone plastifiée de plus de sources de déformation permet d'augmenter le nombre de systèmes qui peuvent être suivis par la fissure pour se propager, entraînant une diminution des déviations de la propagation par rapport à la direction de propagation macroscopique. En effet, avec plus de systèmes activés et ne se limitant moins aux seuls systèmes de glissement, la fissure suit un chemin moins tortueux, donc un parcours plus court à l'échelle macroscopique et générant moins de déviation du chemin de propagation par rapport au plan de propagation macroscopique.

Une autre explication à cette transition, avancée dans la littérature, pourrait être liée à la taille de la zone plastique. En effet, la transition apparaît lorsque la taille de zone plastique dépasse la taille des colonies. Cet effet est schématisé sur les [Figure 126](#) et [Figure 127](#). Dans ces illustrations, seul le système de déformation cristallographique basal est considéré.

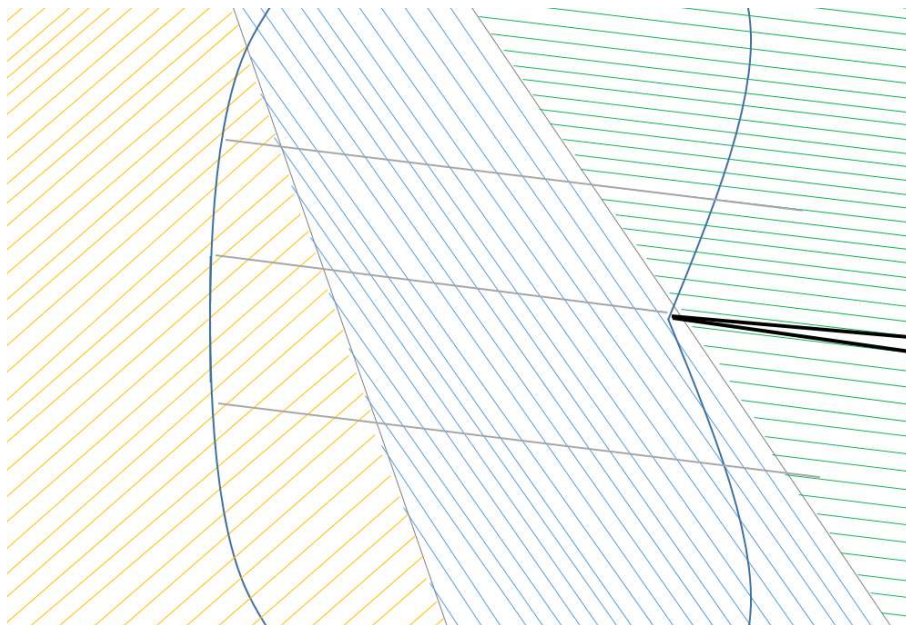
On y voit que lorsque la zone plastique est plus petite que la taille des colonies, des mécanismes de déformation peuvent s'activer selon les plans cristallographiques. Ce schéma présente en gris les systèmes de déformation « hérités » de la propagation selon le plan basal de la colonie précédente, et les systèmes de déformation cristallographique de la colonie dans laquelle se propage la fissure en rouge. Du fait de la petite taille de la zone plastique contenue dans la colonie, la déformation selon les systèmes de glissement

cristallographique peut ainsi s'activer et permettre, par la suite, à la fissure de suivre ces plans cristallographiques.



**Figure 126 : Zone plastifiée avant transition.**

Lorsque la zone plastifiée devient plus importante que la taille des colonies, les différentes colonies affectées sont amenées à se déformer ensemble, limitant ainsi la possibilité pour la fissure de suivre les plans cristallographiques de la colonie dans laquelle se propage la fissure. Ainsi, de fortes déviations de la fissure selon les plans cristallographiques sont plus difficiles à obtenir. Ce résultat, observé à chaque rapport de charge pour le même niveau de  $\Delta K$  est donc lié à la zone plastifiée cyclique.



**Figure 127 : Zone plastifiée après transition**

La compréhension de ces effets en pointe de fissure peut être améliorée notamment par l'analyse des différents plans de propagation et systèmes de glissements activés. Ceci peut être effectué via des analyses EBSD du chemin de propagation et des essais in-situ en pointe de fissure.

Les essais sous vide ont permis de caractériser les propriétés de résistance intrinsèques de deux microstructures, afin de mettre en évidence, par comparaison avec les résultats obtenus sous air, l'influence de l'environnement dans la transition observée sur les microstructures lamellaire. L'air a une influence négative sur la microstructure bimodale, alors qu'il a un effet positif sur la microstructure lamellaire. Deux aspects importants sont observés sur cette dernière microstructure. Dans un premier temps on remarque que les effets de fermeture sont moins importants sur la microstructure lamellaire sous vide que sous air, alors qu'ils sont similaire sur la microstructure bimodale, quel que soit l'environnement. De plus, la transition qui est observé sur les microstructures lamellaires sous air disparaît quasi totalement sous vide. La tendance à un régime de propagation cristallin pseudo stade I et ralenti n'est donc pas observée sous vide. Les performances de la microstructure lamellaire sont ainsi plus faibles sous vide que sous air, contrairement à la microstructure bimodale.



## 6 Analyse de l'endommagement en pointe de fissure

Il a été vu dans le chapitre précédent que le régime de propagation présente un caractère fortement cristallographique avant la transition et est principalement de type stade II après la transition. Afin de comprendre ces observations, plusieurs analyses complémentaires ont été réalisées. Du fait du temps nécessaire à la réalisation de ces analyses, elles sont réalisées exclusivement sur le traitement 3h T $\beta$ +25°C.

Le premier type d'analyse consiste à effectuer des cartographies EBSD de chemin de fissuration à différents niveaux de  $\Delta K$ , avant et après la transition observée sur les courbes de propagation. Cette analyse permettra de valider ou d'infirmer la tendance à une propagation fortement cristallographique avant la transition.

Le deuxième type d'analyse est composé d'essais in-situ au MEB sur des micro-éprouvettes prélevées en pointe de fissure après deux essais interrompus, l'un avant la transition et le second après. Ces essais permettront, avec l'observation in-situ au cours du chargement couplée à des analyses EBSD, d'observer la localisation de la déformation en pointe de fissure.

### 6.1 Chemin de fissuration

Les analyses de chemin de fissuration sont réalisées après des essais interrompus sur des éprouvettes CT. Dans un premier temps, les éprouvettes sont soumises à un essai de fissuration dans les conditions souhaitées,  $\Delta K$  constant ou variable. Les propagations à  $\Delta K$  constant sont réalisées en modifiant les charges maximale et minimale au cours du cycle selon l'avancée de fissure obtenues à l'aide du suivi de potentiel. Cette correction est effectuée tous les 3 cycles par le logiciel de pilotage, en fonction de la moyenne des valeurs maximale de potentiel de chaque cycle. Ainsi, en ayant préalablement renseigné les dimensions de l'éprouvette CT et le polynôme de calcul de l'avancée de fissure en fonction du potentiel, le logiciel ajuste automatiquement la charge moyenne et l'amplitude de charge pour conserver le rapport de charge et la variation du facteur d'intensité de contrainte constants.

L'essai est interrompu pour une avancée de fissure d'environ 15mm après la fin de la préfissuration. L'éprouvette est alors découpée à mi épaisseur afin d'observer le chemin de fissuration, dans une zone en déformation plane. Une des deux moitiés d'éprouvette est alors polie jusqu'à l'OP-S pour caractériser le chemin de fissuration à l'aide d'un capteur EBSD.

Les cartographies EBSD présentées dans cette partie sont réalisées avec un pas de 4 $\mu$ m, pour des surfaces d'analyses d'environ 17,5mm par 2,7mm. Ce pas est choisi pour rendre compte de l'ensemble de la surface de ces échantillons. Un pas plus fin aurait permis de décrire l'orientation individuelle des lamelles (environ 1 $\mu$ m d'épaisseur), mais aurait imposé des temps d'analyse incompatibles avec le nombre de cartographie à réaliser. De plus, la description précise de l'orientation individuelle des lamelles n'est ici pas nécessaire dans l'objectif de déterminer si la propagation suit un plan cristallographique dans la colonie traversée.

### 6.1.1 $\Delta K$ constant avant et après transition à $R = 0,1$

Afin d'examiner la propension à propager sur un mode cristallographique de part et d'autre de la transition, deux essais interrompus ont été réalisés, l'un avec une propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  constant et l'autre à  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  constant.

Les analyses sont effectuées à l'aide de deux types de cartographies. La première est une cartographie avec un codage couleur « Inverse Pole Figure », « IPF », des différentes colonies, selon la direction de sollicitation lors de l'essai sur l'éprouvette CT. Ce type de cartographie permet de représenter l'orientation cristalline de chacune des lamelles constituant les colonies. Sur ces cartographies, les segments de propagation correspondant aux traces des plans basal ou prismatique sont représentés. Le deuxième type de cartographie est réalisé en mode « *local orientation spread* ». Il permet de visualiser l'angle de désorientation de la maille cristalline en comparant l'orientation observée en un point à l'orientation mesurées sur les points voisins de la même colonie, qui peut rendre compte de l'intensité de déformation plastique du matériau, ici, aux abords du chemin de fissure.

Ces deux cartographies sont présentées pour les deux niveaux de charges considérés sur les [Figure 126](#), [Figure 127](#), [Figure 128](#) et [Figure 129](#).

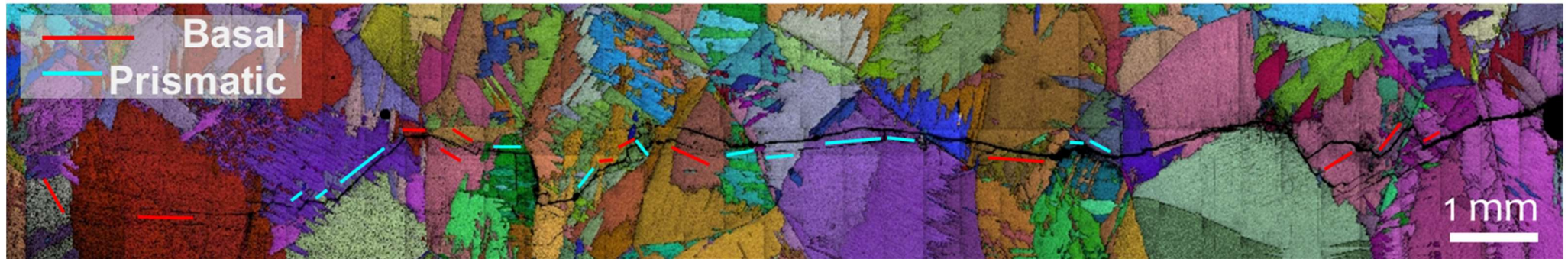


Figure 128 : Cartographie IQ + IPF du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,1$ .

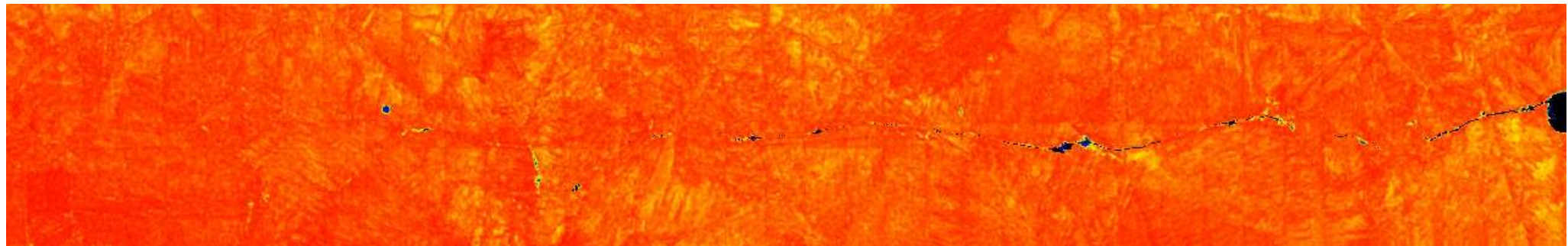
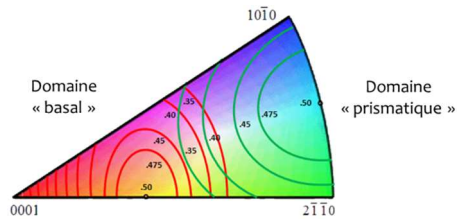
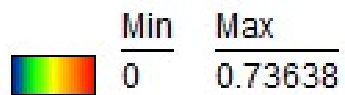


Figure 129 : Cartographie « Local Orientation Spread » du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,1$ .



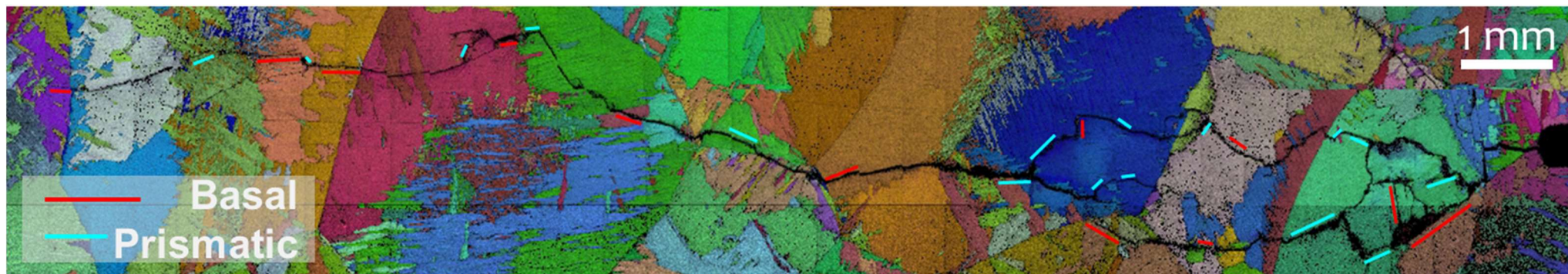


Figure 130 : Cartographie IQ + IPF du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,1$ .

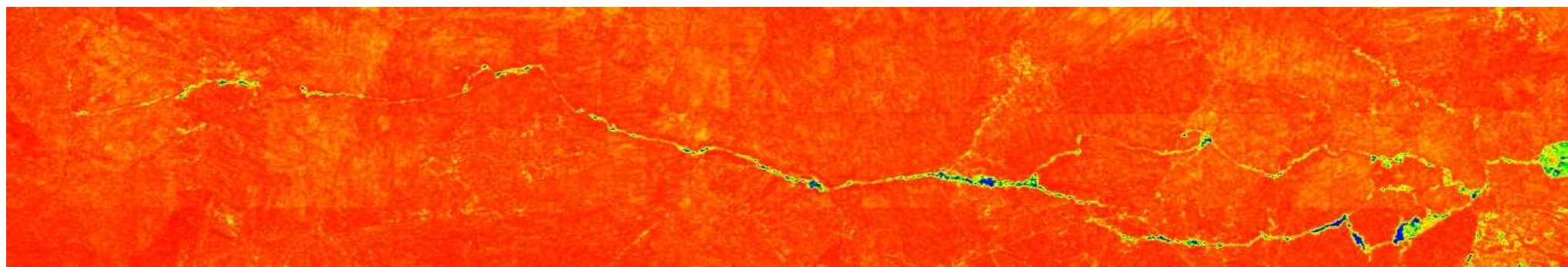
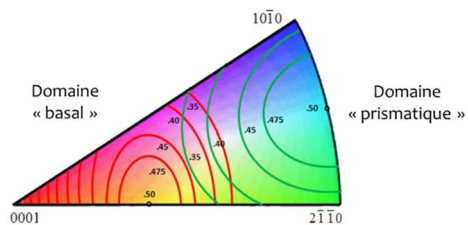
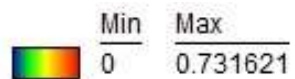
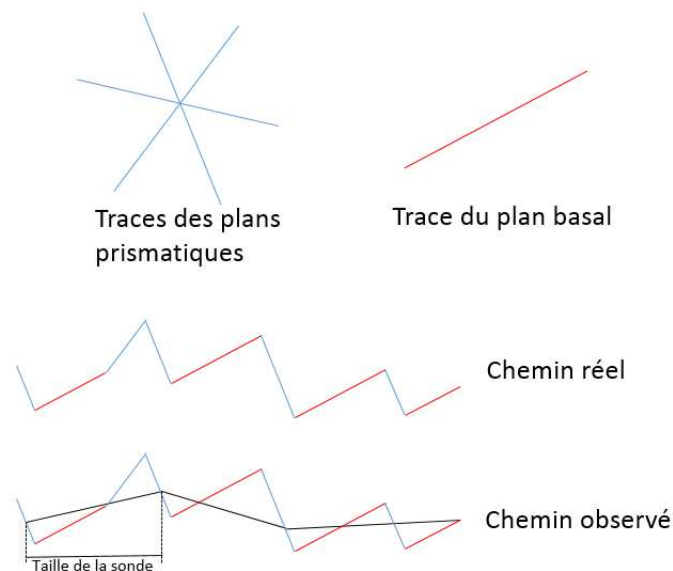


Figure 131 : Cartographie « Local Orientation Spread » du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,1$ .



L'identification des segments de propagation aux traces des plans de base ou prismatiques permet ainsi de quantifier la propension à une propagation cristallographique. Il est observé sur les [Figure 126](#) et [Figure 128](#) plusieurs segments de propagation selon les plans cristallographiques considérés. Conformément à ce qui été observé dans le [chapitre 5](#), la propagation est qualitativement plus cristallographique avant transition, avec plus de propagation selon les plans cristallographique que pour la propagation après transition.

Afin de quantifier cette différence, chacun des segments de propagation est mesurée sur les deux chemins ici considérés, celui à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  et celui à  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , en permettant ainsi de quantifier la proportion de segment suivant des traces de plans basal ou prismatique. Pour cette analyse, les fissures secondaires ne rejoignant pas la fissure principale, dans le plan d'observation, ne seront pas considérées. En outre, du fait de la résolution de l'acquisition, les segments de moins de  $15\mu\text{m}$  seront comptabilisés dans la longueur totale de la fissure mais leur appartenance à un plan cristallographique ne sera pas évaluée. Il est de ce fait possible qu'une alternance de très courts segments de propagation suivant un plan cristallographique ne soit pas identifié comme tels, car l'aspect d'une telle alternance pourrait ne pas correspondre à une trace de plan basal ou prismatique, comme illustré sur le schéma de la [Figure 130](#). Enfin, le début de propagation effectué durant la préfissuration (réalisé ici à  $\Delta K = 12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  comme lors des essais de fissuration classiques) ne sera pas comptabilisé dans cette analyse.



**Figure 132 : Schéma d'observation des segments cristallographiques courts.**

L'analyse avant transition montre une proportion de 47% des segments de propagation selon les plans basals et prismatiques. Après transition cette proportion descend à 26%. Ce résultat confirme l'aspect observé d'une propagation plus cristallographique avant la transition qu'après.

L'autre information apportée par l'analyse EBSD est le « *Local Orientation Spread* » (LOS), présenté sur les [Figure 127](#) et [Figure 129](#). On constate que pour les deux niveaux de charge, la désorientation observée est extrêmement faible. Les très légères différences observées entre les deux valeurs de  $\Delta K$  ne peuvent pas être considérées comme significatives, mais sont plus vraisemblablement dues à la qualité de diffraction et au bruit de mesure. En effet, il est difficile de considérer comme significative des valeurs inférieures à  $2^\circ$ . Cependant, il est important de préciser que le pas de mesure de l'analyse EBSD ( $4\mu\text{m}$ ) rend impossible avec ces analyses de conclure sur un potentiel écrouissage à une échelle inférieure au pas de mesure. Ainsi, un

fort écrouissage dans une lamelle au voisinage immédiat de la surface de rupture (soit environ  $1\mu\text{m}$ ) ne pourrait pas être détecté avec cette résolution.

Ces deux cartographies montrent avant tout que l'écrouissage dans le sillage de la fissure est extrêmement faible, voire nul, et que l'écrouissage, si présent, est fortement confiné dans les premiers  $\mu\text{m}$  de part et d'autre de la fissure.

### 6.1.2 $\Delta K$ constant à $R = 0,7$

Afin de valider le rôle de la plasticité cyclique sur cette transition entre un régime fortement cristallographique et un régime faiblement cristallographique, un essai similaire à ceux du paragraphe précédent est réalisé avec une propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  constant et un rapport de charge  $R = 0,7$ . Après interruption de l'essai, l'éprouvette est alors préparée comme expliqué dans le paragraphe précédent avant la réalisation d'une cartographie EBSD.

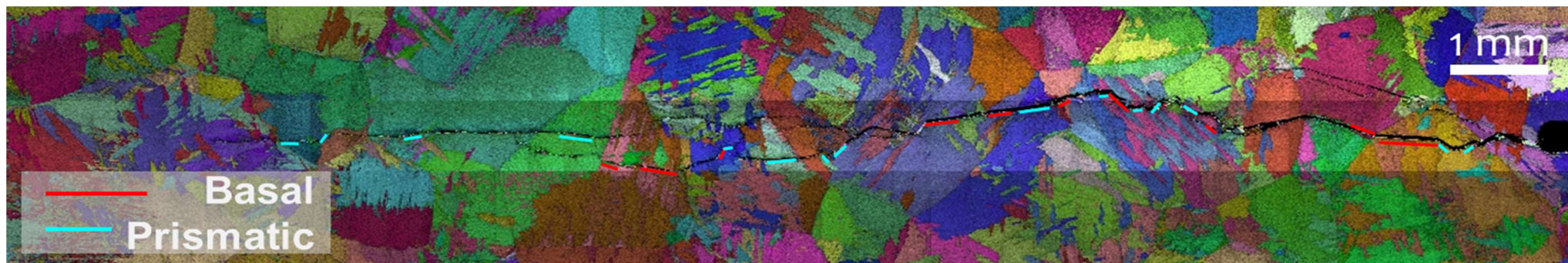


Figure 133 : Cartographie IQ + IPF du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,7$ .

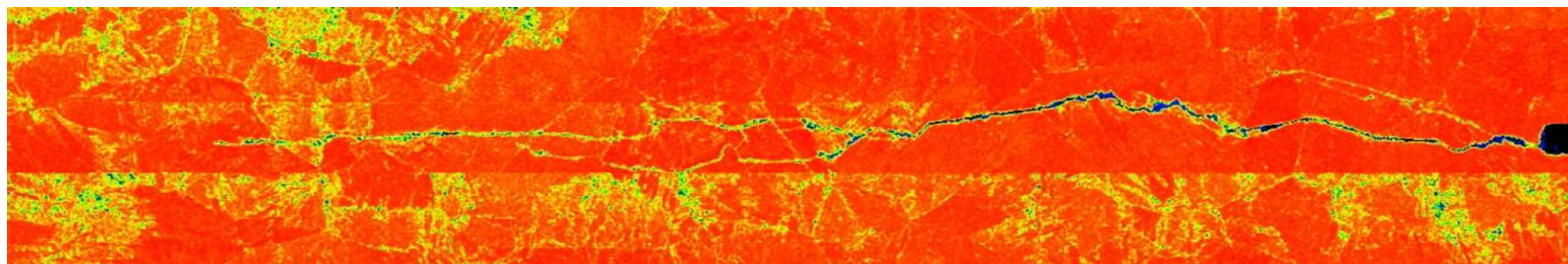
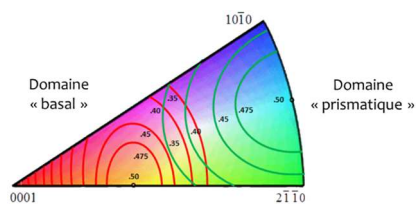
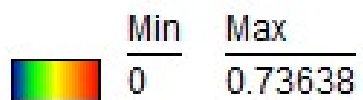


Figure 134 : Cartographie « Local Orientation Spread » du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,7$ .



La cartographie LOS de la [Figure 132](#) semble montrer une plus forte plasticité à ce rapport de charge qu'à  $R = 0,1$ . Cependant, au vu de la valeur maximale de l'indice très faible, et de la plus faible qualité de la diffraction lors de l'analyse, particulièrement sur le bandeau inférieur (voir [Figure 133](#)), dans ce cas aussi, la différence observée n'est pas représentative d'une différence significative d'écroutissage.



**Figure 135 : Indice de qualité pour la propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,7$ .**

L'identification de segments de propagation correspondants à une trace de plan cristallographique, avec des critères identiques à ceux mentionnés dans la [partie 6.1.1](#), est réalisée sur ce chemin de propagation. Une proportion de 49% des segments est identifiée à une trace de plan de base ou prismatique.

Pour les deux essais menés à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , la proportion de segments de propagation selon les plans cristallographiques observée est quasi-identique à  $R = 0,1$  et à  $R = 0,7$  avec respectivement 47% et 49%.

Cette propension identique à la propagation selon les plans cristallographiques aux deux rapports de charge montre que lors des essais à  $R = 0,7$ , l'activation recherchée de plus de sources de plasticité en pointe de fissure, du fait de la contrainte moyenne plus élevée à  $R = 0,7$  n'est pas vérifiée du fait de l'absence d'écroutissage supérieur à ce rapport de charge. Ainsi, le rapport de charge  $R=0,7$ , n'a aucun effet inhibiteur sur la tendance à la propagation cristallographique. De fait, il est confirmé que ce régime de propagation cristallographique est reliée à la plasticité cyclique (la plasticité cyclique étant identique aux deux rapports de charge) et non monotone (différente aux deux rapports de charges) et semble principalement résulter du confinement de la plasticité cyclique dans une entité microstructurale.

## 6.2 Essais In-Situ

### 6.2.1 Présentation des essais

Afin d'observer les systèmes de glissements activés, des essais in-situ sont réalisés sur des micro-éprouvettes prélevées en pointe de fissure à la suite d'essais interrompus sur des éprouvettes CT.

Le prélèvement des micros-éprouvettes, dont le plan est présenté sur la [Figure 134](#), en pointe de fissure a pour objectif de conserver l'historique de sollicitations mécaniques obtenues lors de la sollicitation de l'éprouvette CT. Ainsi, l'hypothèse est faite que les systèmes de déformation qui s'activeront et seront observés lors de l'essai in-situ sont ceux qui auront été préalablement activés au cours de la fissuration sur l'éprouvette CT initiale.



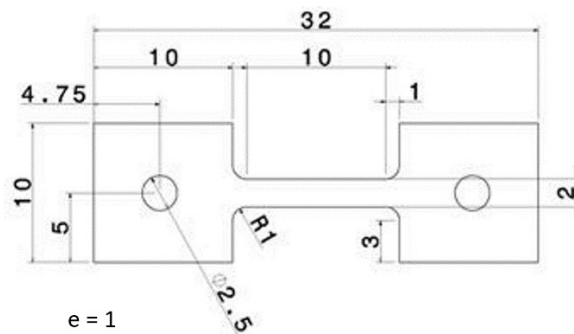


Figure 136 : plan des micros-épreuves pour essais in-situ.

Ainsi, deux essais interrompus, similaires à ceux présentés dans le [paragraphe 6.1.1](#), sont réalisés à  $\Delta K$  constant. Ici aussi, deux valeurs de  $\Delta K$  seront considérées durant ces essais interrompus,  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , représentant la propagation avant la transition, pour le premier et  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , représentant la propagation après la transition, pour le second. Pour des raisons de simplicité, les micros éprouvettes issues de ces deux éprouvettes CT seront respectivement nommée par la suite micro-épreuvette «  $\Delta K 20$  » et «  $\Delta K 40$  »

A la suite de ces essais interrompus, les éprouvettes CT sont découpées en plusieurs plaques parallèlement aux faces principales. La découpe de ces différentes plaques est illustrée par les traits pointillés sur la [Figure 135](#). Ces plaques sont alors polies une première fois jusqu'au papier SIC 2000 sur leurs deux faces pour obtenir la position de la pointe de fissure sur chacune de ces faces. Cette étape est rendue nécessaire par l'aspect très tortueux du front de fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette CT. Après polissage de chacune des 7 plaques obtenues, la localisation de la pointe de fissure sur chacune des faces permet de représenter la forme de ce front de fissure sur la [Figure 136](#), sur laquelle les barres verticales représentent la position des faces des différentes plaques découpées.

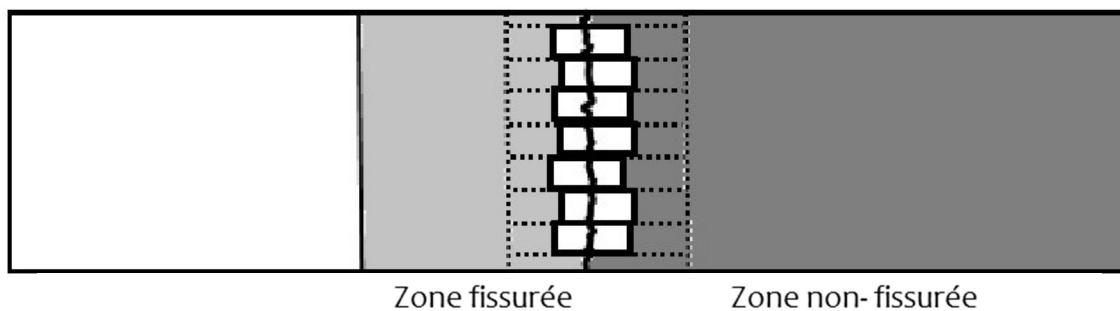
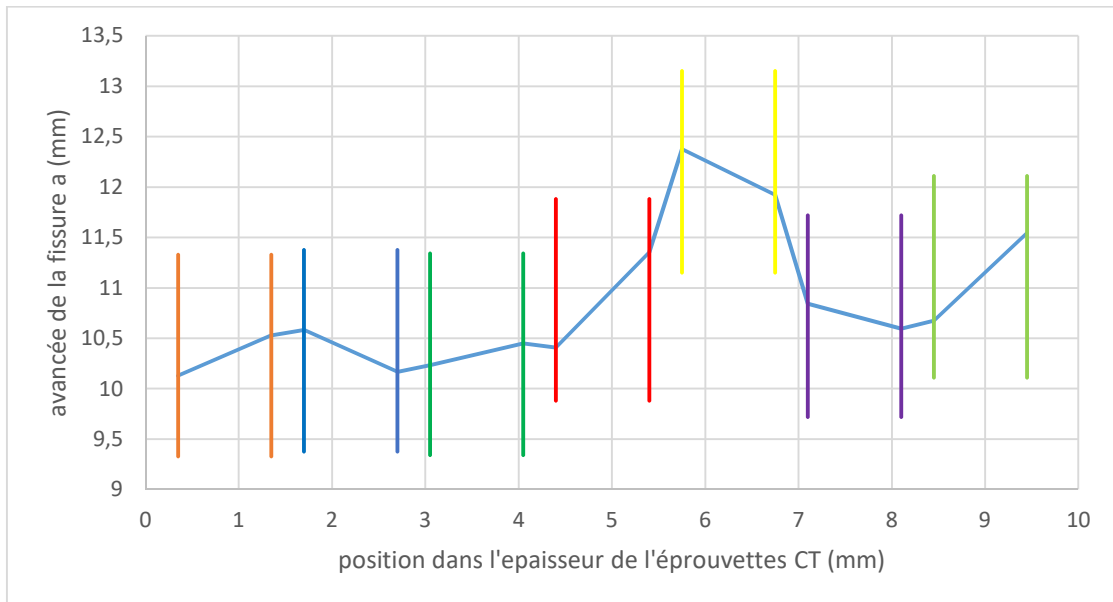
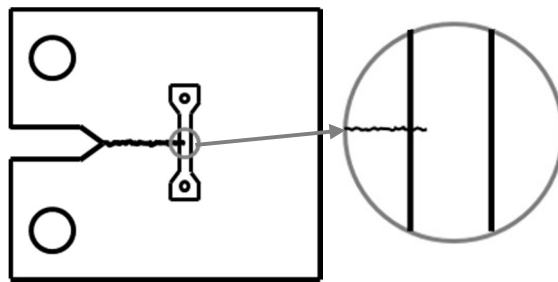


Figure 137 : Vue de dessus en coupe de l'éprouvette CT après l'essai interrompu.



**Figure 138 : Forme du front de fissure sur l'éprouvette CT avec propagation à  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  constant.**

A partir de la localisation de la pointe de fissure de chaque côté des plaques, la position à laquelle les micro-éprouvettes doivent être prélevées est déterminée afin de conserver la pointe de fissure dans la partie utile de l'éprouvette, comme illustrée sur la [Figure 137](#).



**Figure 139 : Schéma de la position de la micro-éprouvette dans l'éprouvette CT.**

Ces micro-éprouvettes sont alors re-polies jusqu'au papier SIC 4000 sur une face, jusqu'à l'OPS sur la face qui sera observée. Le polissage est effectué en s'assurant du parallélisme entre les deux faces de l'éprouvette avec un maximum de  $10\mu\text{m}$  de différence d'épaisseur entre les deux extrémités de la partie utile de la micro-éprouvette.

Afin de s'approcher au mieux des conditions de sollicitation lors de l'essai, la valeur du facteur d'intensité de contrainte  $K$  pour la géométrie de la micro éprouvette est calculée selon la formule proposée par Anderson [79] pour les éprouvettes de type SENT :

$$K_I = \frac{P}{B\sqrt{W}} \left( \frac{\sqrt{2 \tan \frac{\pi a}{2W}}}{\cos \frac{\pi a}{2W}} \left[ 0.752 + 2.02 \left( \frac{a}{W} \right) + 0.37 \left( 1 - \sin \frac{\pi a}{2W} \right)^3 \right] \right)$$

Le calcul de la valeur du facteur d'intensité de contrainte  $K$  nécessite, en plus des paramètres géométriques et de sollicitation, de connaître la longueur de la fissure. Hors, du fait du front de propagation tortueux, l'avancée de la fissure n'est pas constante dans l'épaisseur.

Deux possibilités sont envisagées pour calculer la valeur de K correspondante aux sollicitations qui seront exercées sur la micro-éprouvette. La première consiste à utiliser l'avancée de fissure sur la face qui sera observée durant l'essai, appelée  $K_{obs}$ . Cette première solution présente le problème de ne pas tenir compte de la variation d'avancée de la fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette. La seconde est d'utiliser l'avancée moyenne de la fissure sur l'épaisseur de l'éprouvette pour le calcul de K, alors noté  $K_{moy}$ . Cette valeur présente l'avantage de considérer l'intégralité de l'épaisseur de la fissure, cependant sans accorder de plus grande importance à la longueur de la fissure sur la face observée plutôt que sur la face opposée. Il est possible que la valeur de K « réelle » soit comprise entre les deux valeurs calculées.

Dans cette étude, le parti est pris d'utiliser l'avancée moyenne de la fissure pour le calcul du K sur les micro-éprouvettes.

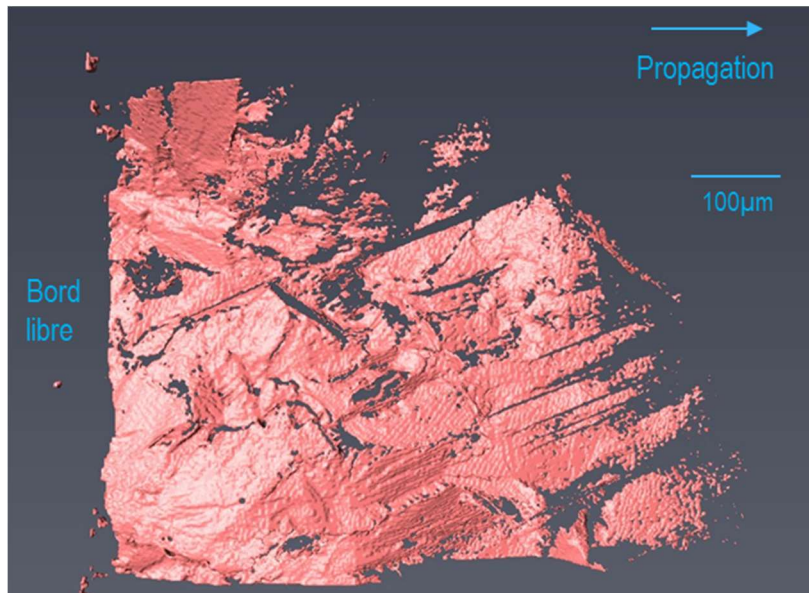
Enfin, il est important de conserver à l'esprit que les sollicitations entre l'éprouvette CT et la micro-éprouvette ne seront pas totalement équivalentes. En effet, avant la découpe, la partie utile des micro-éprouvettes est confinée dans l'éprouvette CT, confinement microstructural qui disparaît lors de la découpe de ces éprouvettes. De plus, la sollicitation à cœur de l'éprouvette CT peut être assimilée à une sollicitation en déformation plane, alors qu'elle est plus proche d'un état de contrainte plane sur la micro-éprouvette.

Ces différences entraînent à faire l'hypothèse que l'historique de sollicitations sur l'éprouvette CT permettra d'observer, lors de la mise en charge in-situ, les mécanismes de déformation qui étaient actifs dans l'éprouvette CT avant l'arrêt de l'essai sur cette dernière.

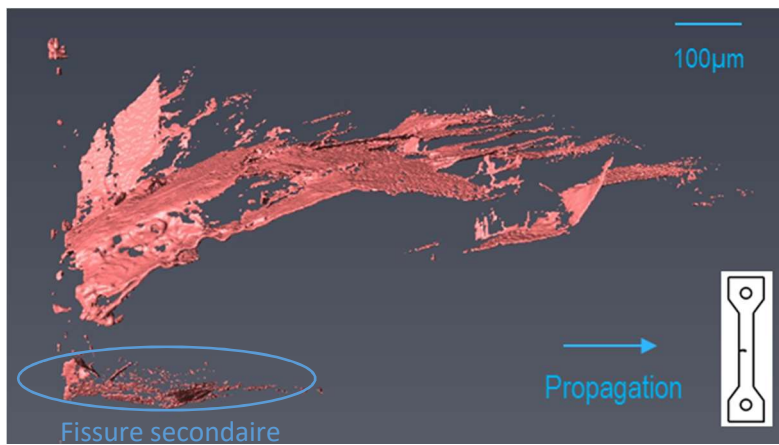
### 6.2.2 $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Le premier essai in-situ est réalisé sur une micro-éprouvette prélevée sur une éprouvette CT après un essai à  $\Delta K$  constant de  $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , au rapport de charge  $R = 0,1$  et interrompu après 15 mm de propagation de fissure.

L'avancée de la fissure sur les deux faces de l'éprouvette n'étant pas identique, la fissure est analysée à l'aide d'une image tomographique. Des illustrations issues de cette analyse sont présentées sur les [Figure 138](#) et [Figure 139](#). On observe sur ces visualisations la forme non-linéaire du front de fissure ainsi que le relief de la fissure. De plus, la [Figure 139](#) montre une fissure secondaire (en bas à gauche de l'image) qui ne rejoint pas la fissure principale. Cette fissure secondaire, située sur la face opposée à celle observée et non-traversante, est considérée comme sans influence sur l'essai in-situ qui sera réalisé par la suite.

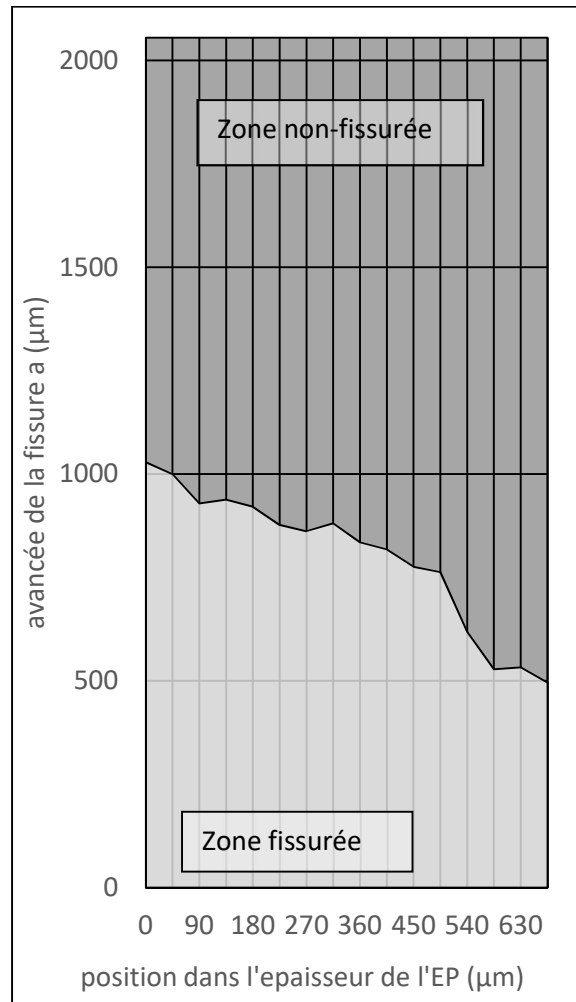


**Figure 140 : Surface fissurée vue de dessus.**



**Figure 141 : Surface fissurée vue de côté.**

L'analyse tomographique permet de tracer le front de fissure au travers de l'épaisseur dans la micro éprouvette  $\Delta K 20$ . La forme du front de fissure obtenu est présentée sur la [Figure 140](#), avec sur l'axe des abscisses 0 qui représente la position de la face observée durant l'essai in-situ.



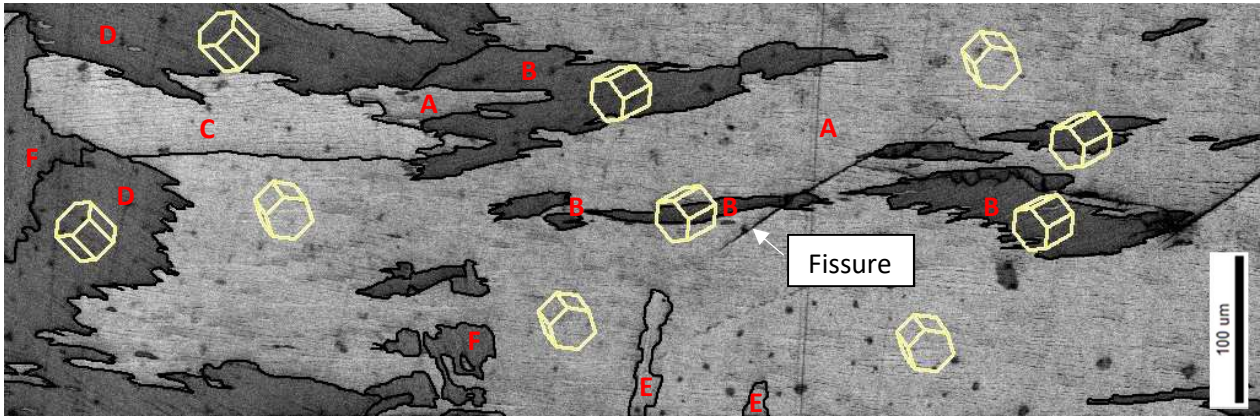
**Figure 142 : Schéma de la section de la partie utile de la micro éprouvette ΔK 20.**

Ainsi, l'ensemble des paramètres géométriques nécessaires durant l'analyse sont connus et résumés sur le [Tableau 17](#).

paramètre	valeur
B	658 μm
W	2042 μm
a face observée	1029 μm
a face opposée	479 μm
a moyen	800 μm

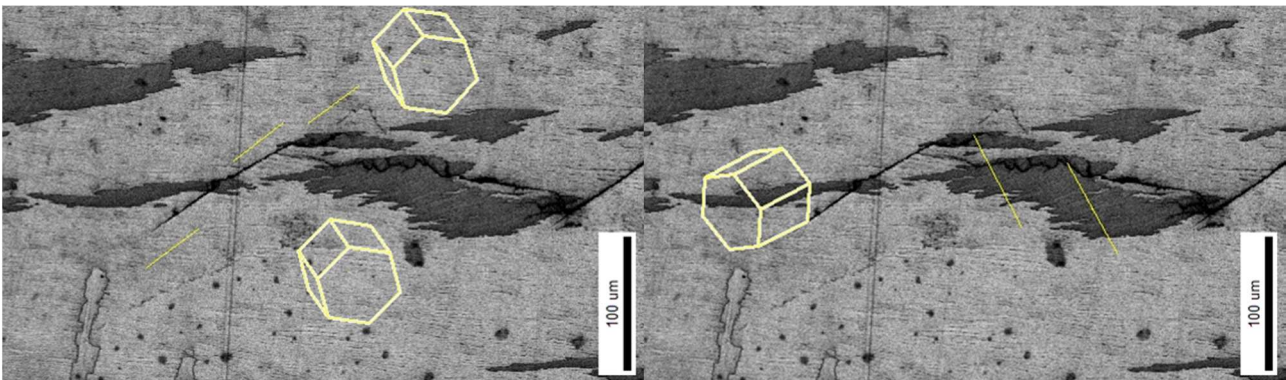
**Tableau 17 : Paramètres géométriques de la micro-éprouvette ΔK 20.**

Une première cartographie EBSD de la surface de la micro-éprouvette est réalisée sans charge. Pour cette cartographie, et les suivantes, un pas de 0,5 μm est utilisé. Elle permet d'observer l'environnement de la pointe de fissure, particulièrement le nombre et l'orientation des différentes colonies présentes en pointe de fissure. La [Figure 141](#) est issue de cette analyse. On y observe deux colonies différentes dans l'environnement immédiat de la pointe de fissure ainsi que quatre autres colonies moins proches de la pointe de fissure. Ces différentes colonies sont nommées de « A » à « F » sur la [Figure 141](#). Il est intéressant de noter que plusieurs colonies apparaissent plusieurs fois, suggérant une imbrication en 3D importante des colonies présentes.

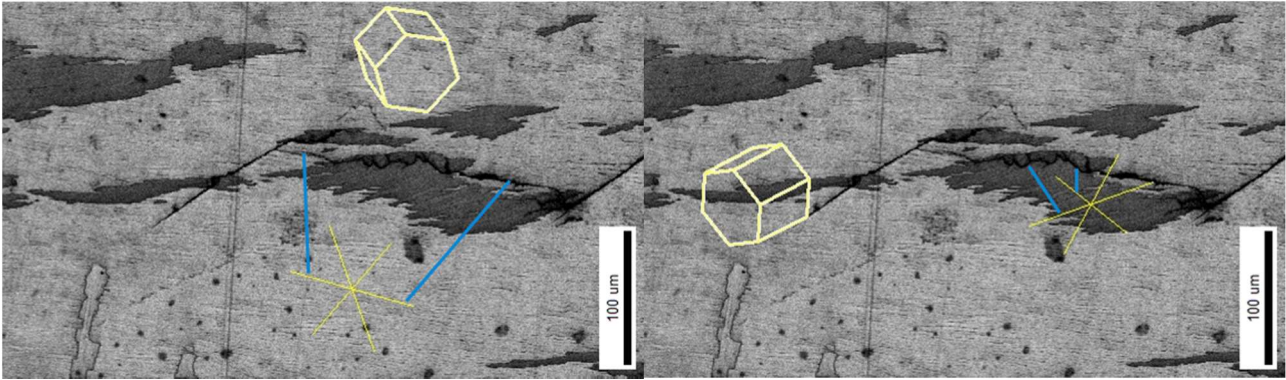


**Figure 143 : Environnement de la pointe de fissure et orientation de la maille cristalline des colonies avoisinantes pour l'éprouvette ΔK 20.**

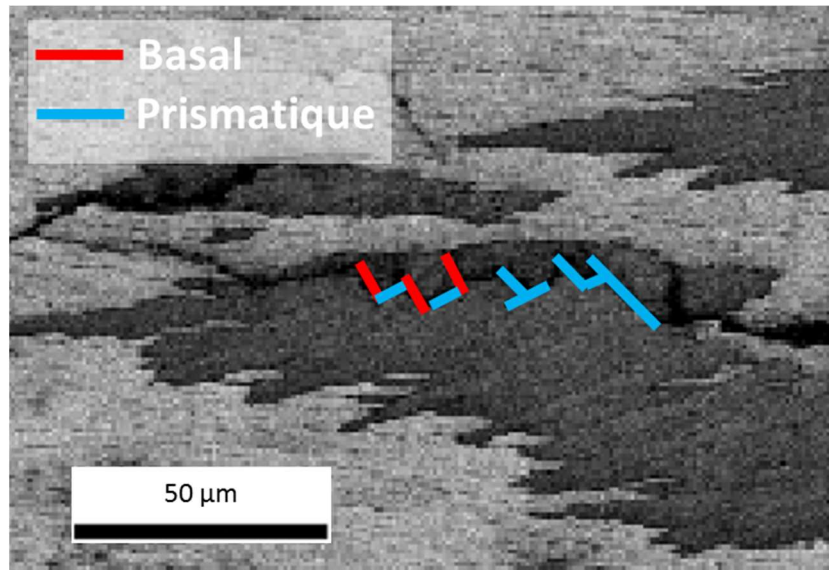
Cette figure sert aussi à déterminer les traces de plans basaux et prismatiques au sein de deux colonies présentes en pointe de fissure (*Figure 142* et *Figure 143*). Conformément à ce qui a été observé dans la partie précédente, on observe ici aussi une part importante (environ 60%) de propagation selon des plans cristallographiques. De plus, le pas de mesure plus fin et la résolution supérieure des images permettent d'observer un effet mentionné dans la partie précédente, à savoir une propagation suivant une alternance rapide entre plusieurs plans cristallographiques visibles dans la colonie B. Une vue agrandie de cet effet est présentée sur la *Figure 144*. Même avec le pas et la résolution de cette acquisition, supérieurs à ceux des acquisitions de la *partie 6.1*, il est toujours possible que certains des segments, ici non-identifiés à une trace de plan cristallographique, soient une succession de courts segments correspondant à une trace cristallographique à une échelle inférieure.



**Figure 144 : traces des plans basaux des deux colonies en pointe de fissure.**



**Figure 145 : traces des plans prismatiques des colonies en pointe de fissure.**



**Figure 146 : Propagation par succession de petits segments selon le plan de base ou un des plans prismatiques.**

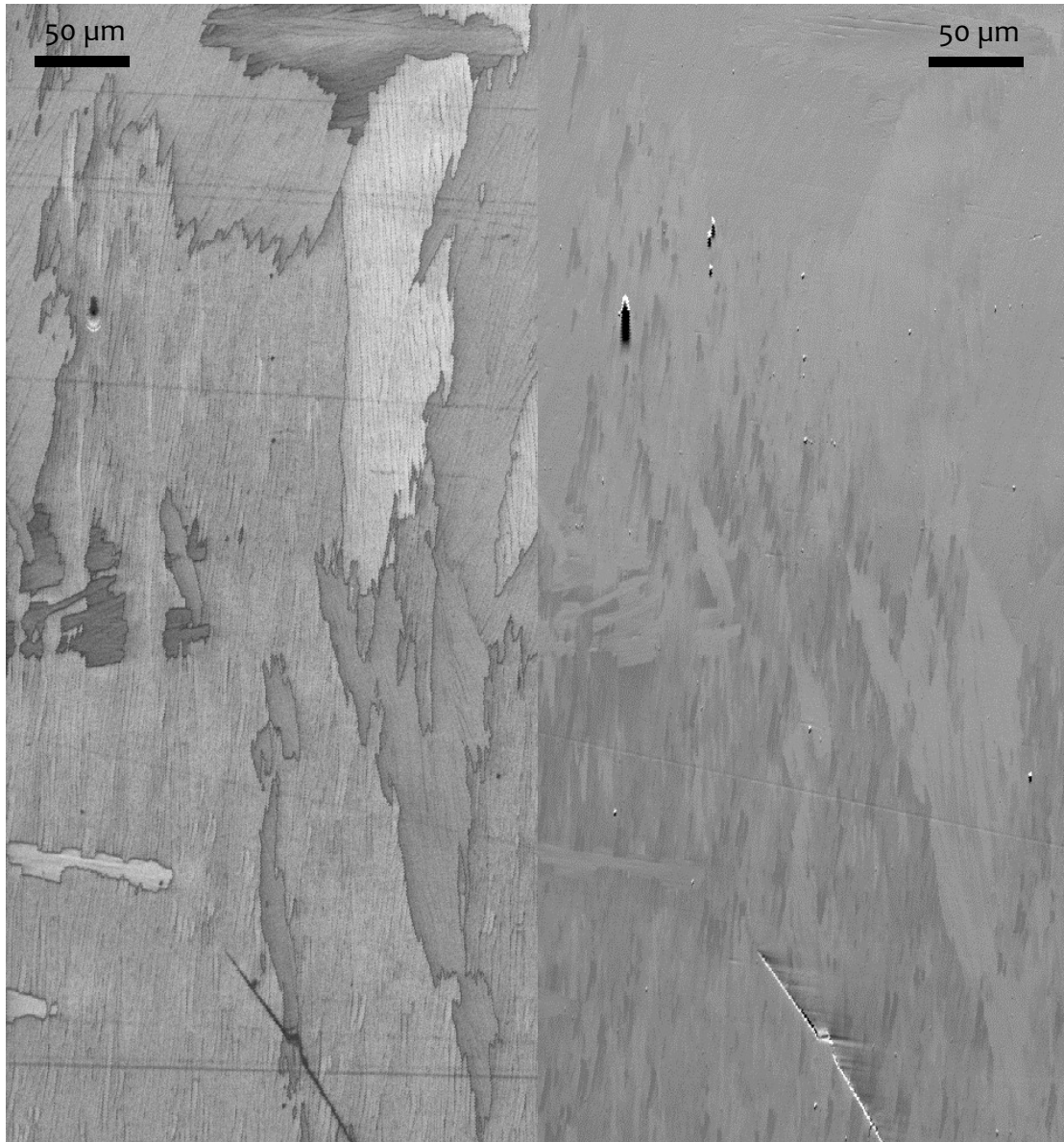
Suite à ces analyses, la micro-éprouvette est installée dans une micromachine de traction (*Figure 145*) permettant de réaliser des analyses EBSD in-situ au cours du chargement. On constate sur la *Figure 145* que la micro éprouvette est installée sur un plan à 70°.



**Figure 147 : Micromachine de traction in-situ.**

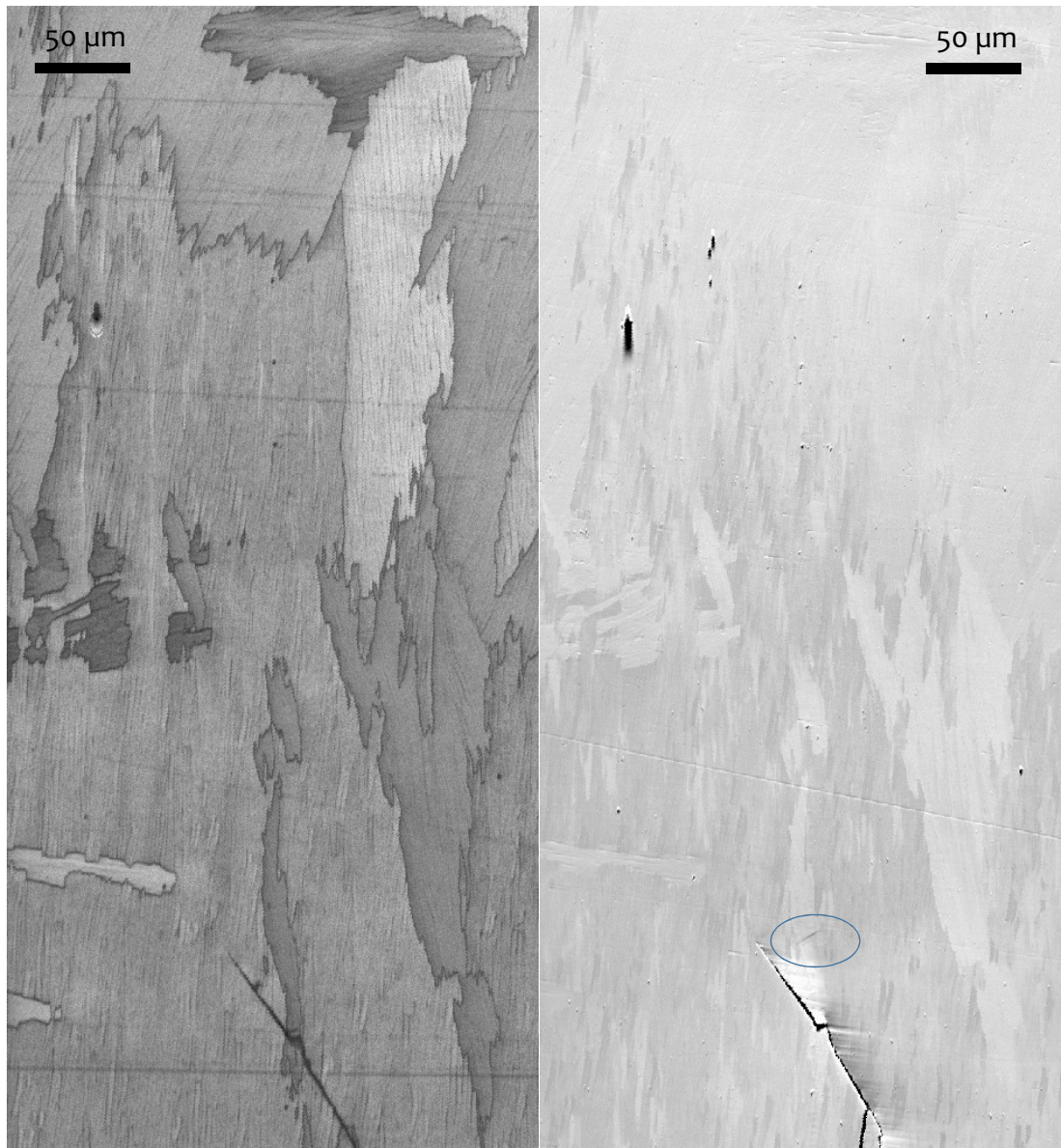
Une première acquisition est réalisée à un niveau de charge nul pour différencier les traces de glissement qui apparaîtront au cours du chargement des rayures liées au polissage.





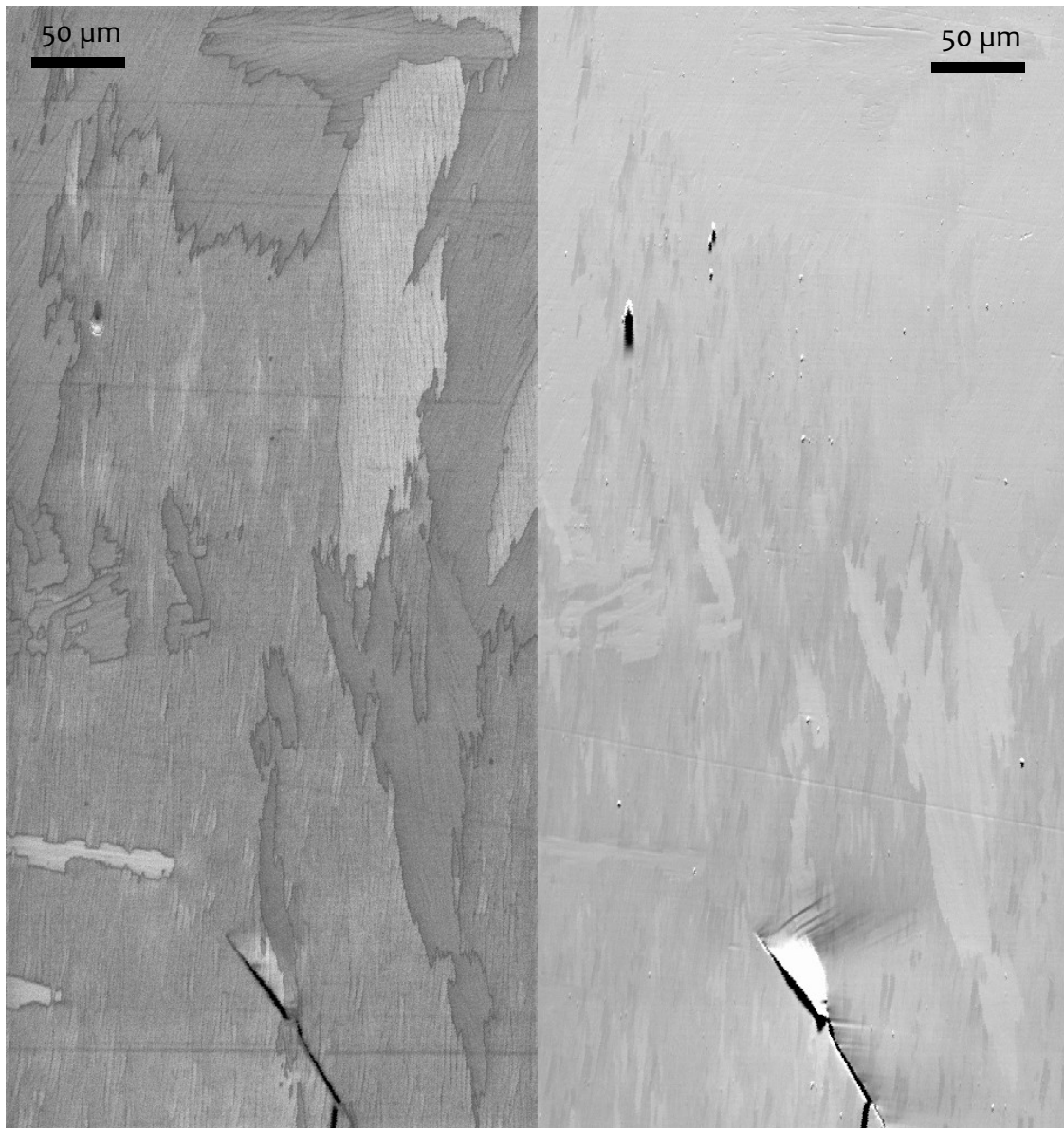
**Figure 148 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 0N correspondant à une charge nulle.**

On constate sur la [Figure 146](#) les traces de polissage, particulièrement à proximité de la fissure. Ces traces sont notamment dues à l'accumulation de particules dans la fissure durant le polissage qui s'agglomèrent et provoquent des rayures durant le polissage et le nettoyage de l'éprouvette. L'identification de ces traces à un niveau de charge nulle permet par la suite de ne pas les confondre avec des systèmes de glissement.



**Figure 149 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 220N correspondant à  $K = 17\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

La [Figure 147](#) présente la première bande de glissement observée (entourée sur l'image), pour une charge de 220N, correspondant à un  $K$  de  $17\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Celle-ci n'apparaît pas dans une colonie au contact immédiat de la fissure et n'est pas transmise via la colonie présente entre la pointe de fissure et la colonie où elle est visible, illustrant ici encore les interactions 3D entre la microstructure et la fissure. Il est en effet possible d'envisager que la colonie dans laquelle ce glissement est observé soit au contact direct de la fissure sous la surface observée, dans l'épaisseur de l'éprouvette. Ainsi, l'effet observé ici en surface serait provoqué par l'interaction entre la fissure et la colonie dans l'épaisseur de l'éprouvette et non en surface.



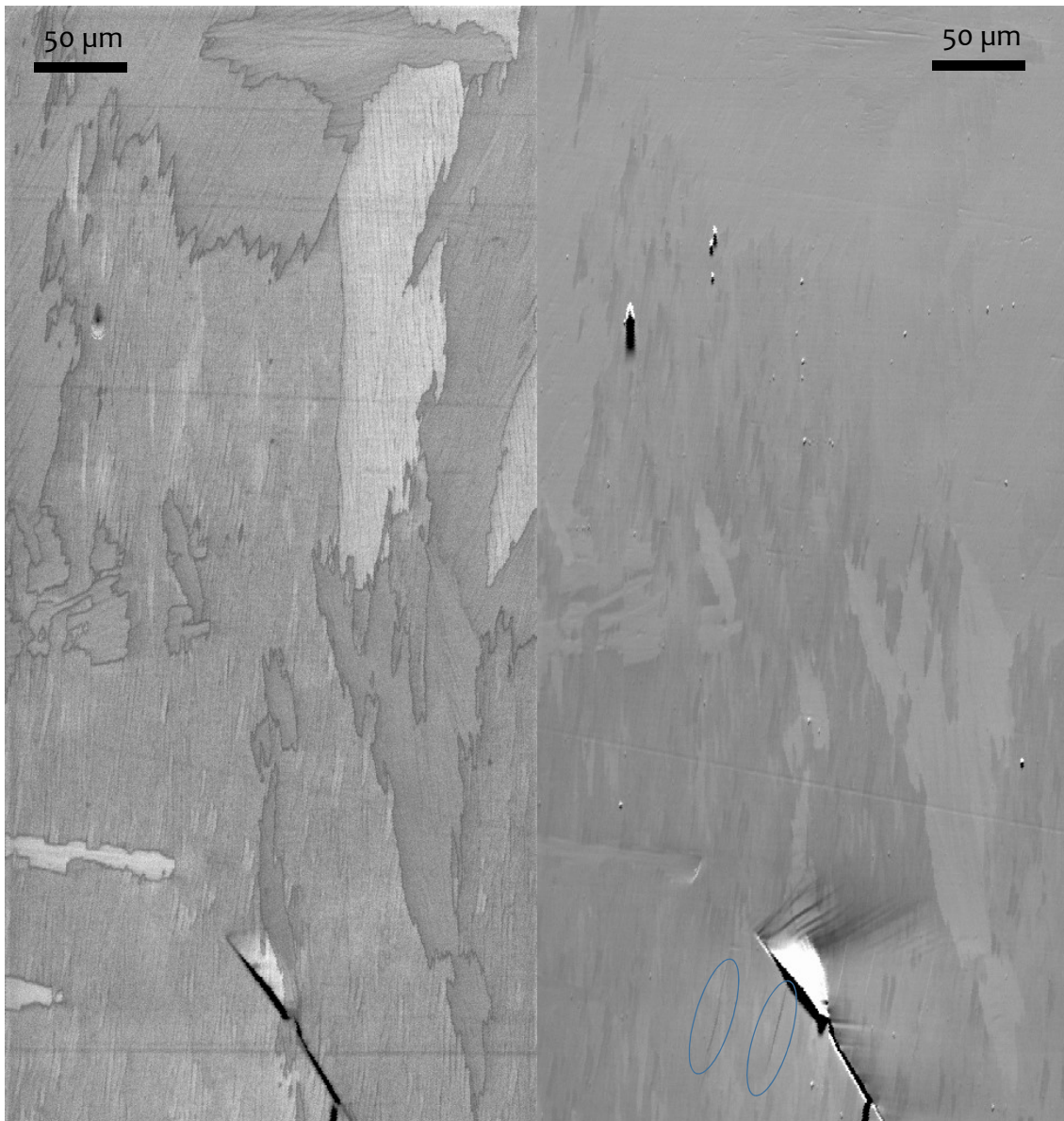
**Figure 150 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 290N correspondant à  $K = 22,3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$**

La [Figure 148](#), présente la micro-éprouvette pour une valeur de  $K$  évalué à  $22,3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , soit la valeur de  $K_{\text{max}}$  lors de l'essai à  $\Delta K$  constant sur l'éprouvette CT. De nouvelles bandes de glissement, parallèles à la première bande de glissement observée, sont observées. Il est aussi visible que certaines de ces bandes de glissement sont transmises entre deux colonies différentes, quasiment sans déviation, et reliées à la fissure principale. La partie blanche visible à droite de la fissure est liée à un effet de déplacement hors plan qui perturbe la mise au point et implique cette augmentation de luminosité.

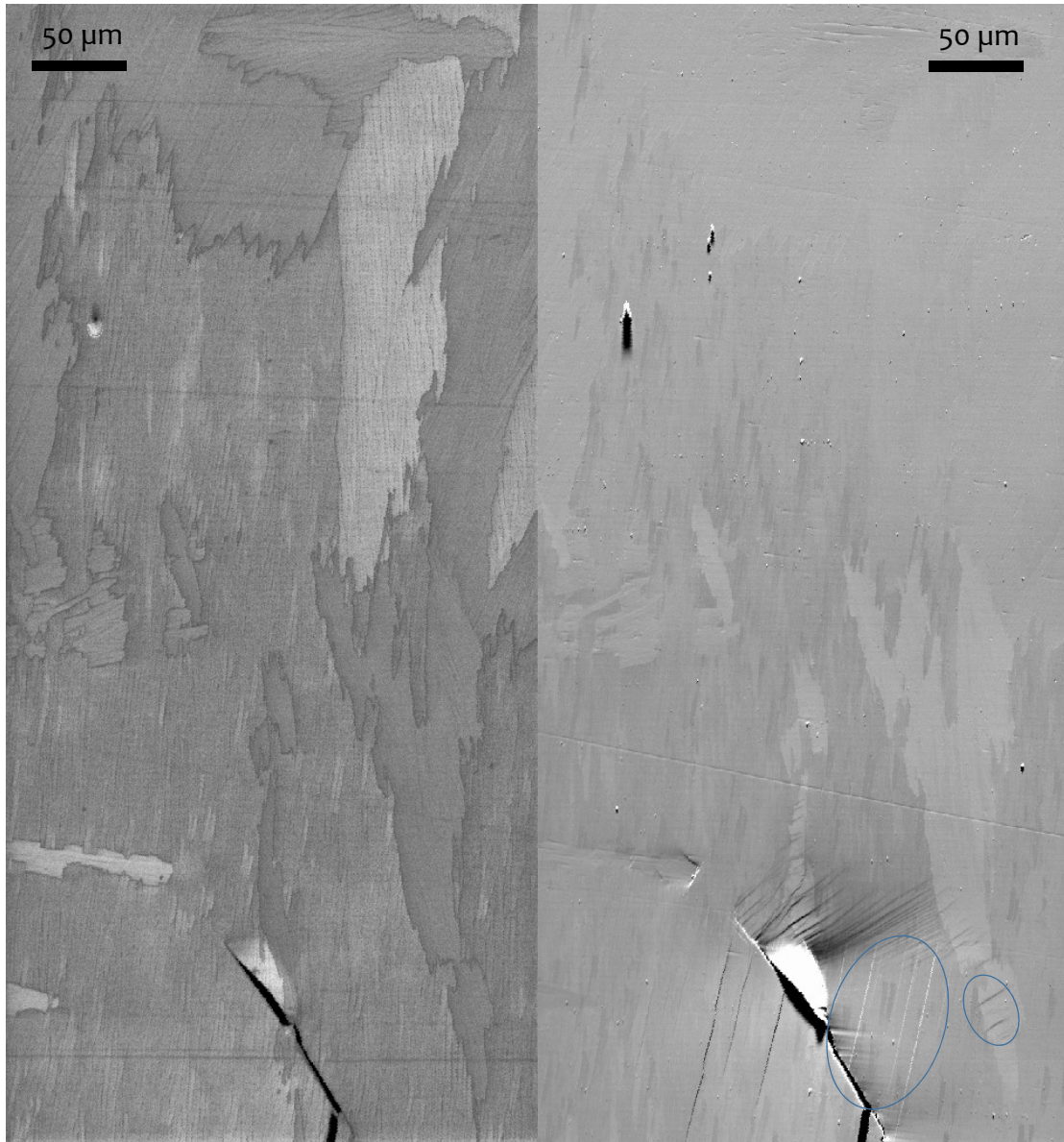
Malgré le fait que la charge équivalente à celle de l'essai sur éprouvette CT a été atteinte à ce niveau de sollicitation, la traction a été poursuivie afin d'observer la suite de l'évolution des déformations.

Les figures suivantes ([Figure 149](#), [Figure 150](#), [Figure 151](#), [Figure 152](#) et [Figure 153](#)) présentent les apparitions des bandes de glissement suivantes autour de la pointe de fissure. Il est à noter que sur plusieurs de ces clichés, l'apparition de bandes de glissement non liées en surface avec la pointe de fissure, comme l'était la première bande de glissement observée. L'apparition de ces bandes de glissement non liée à la pointe de

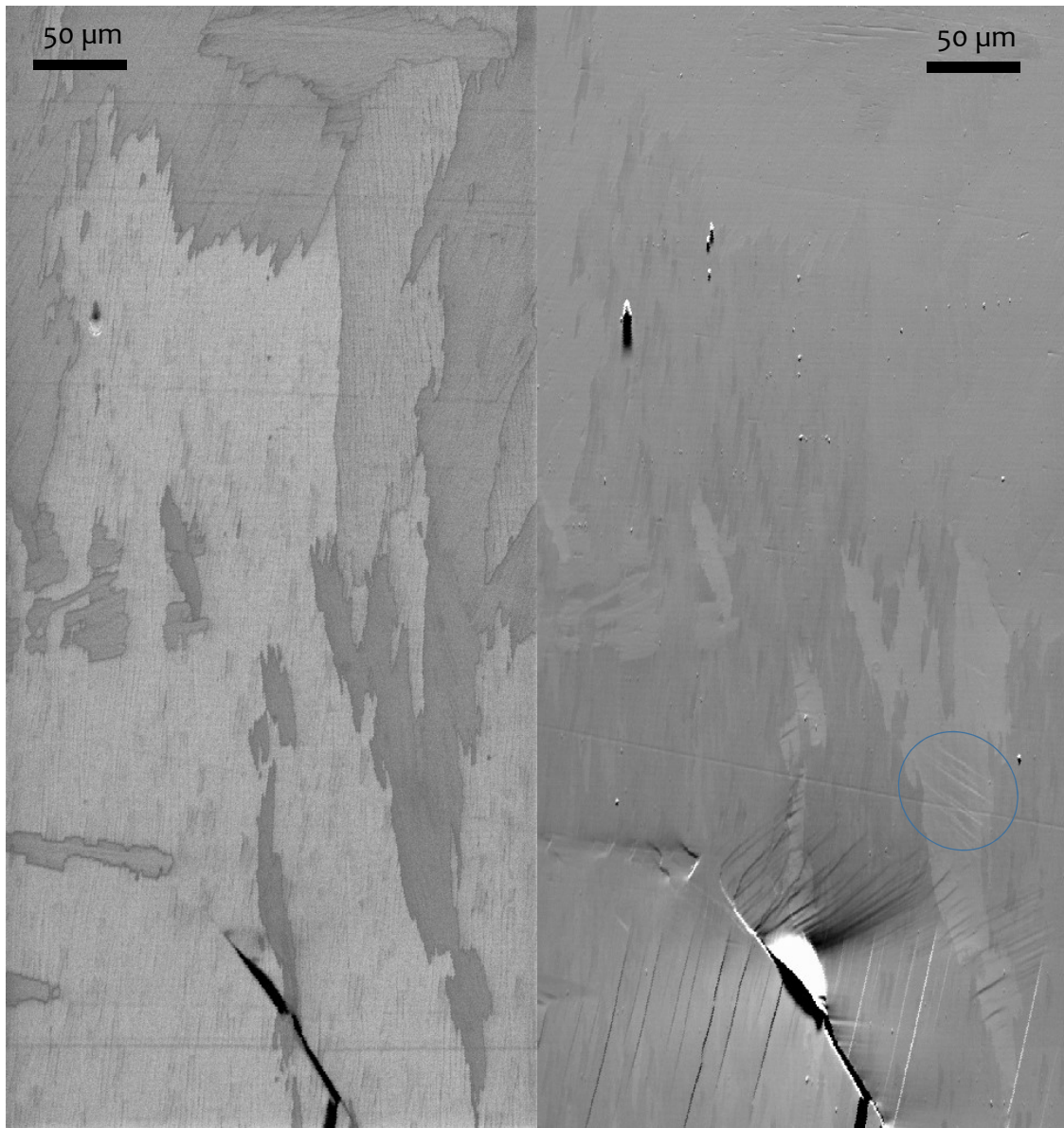
fissure traduit elle aussi la forte imbrication 3D des différentes colonies, précédemment mentionnée, cet effet étant lié à la transmission du glissement dans une colonie sous la surface.



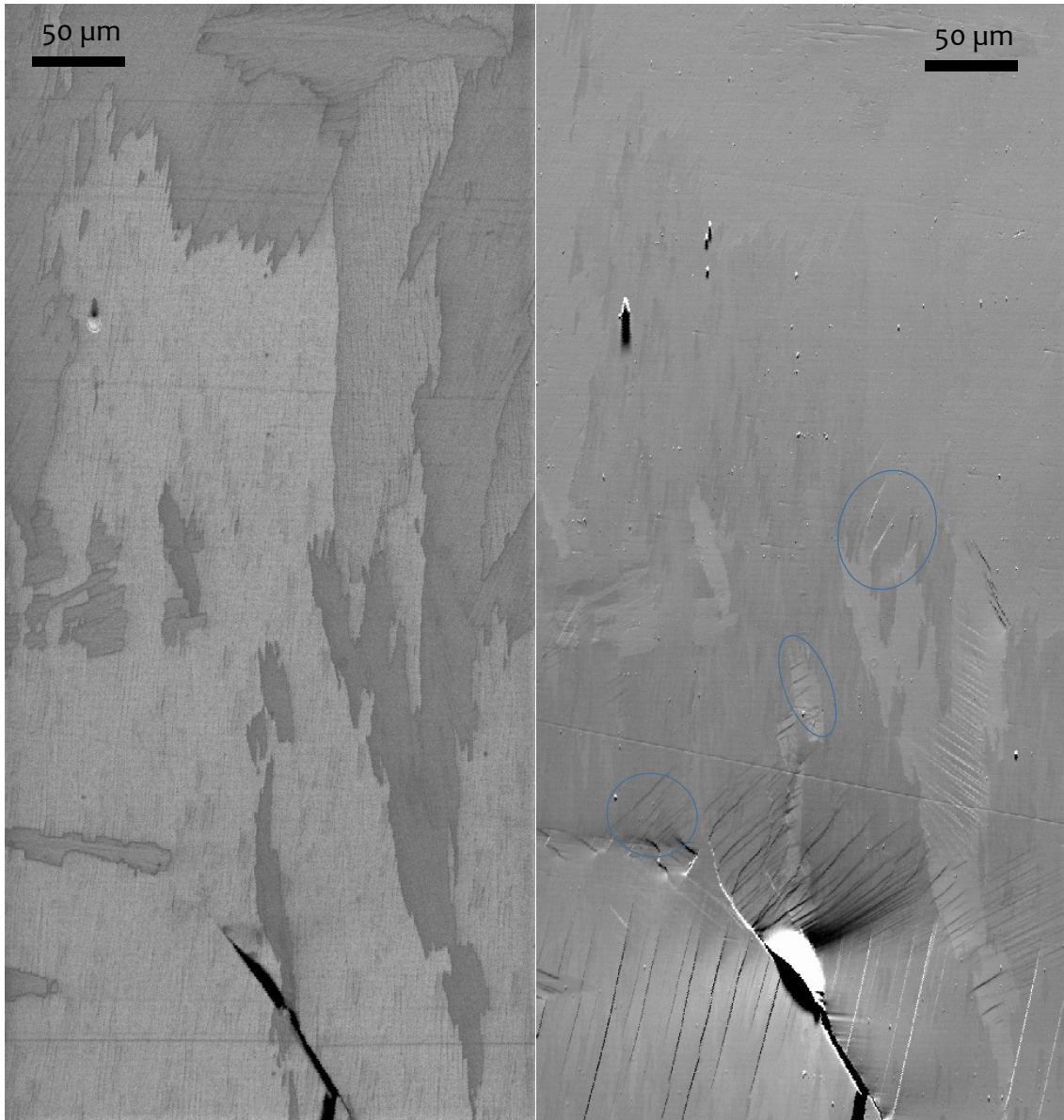
**Figure 151 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 310N correspondant à  $K = 23,9\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$**



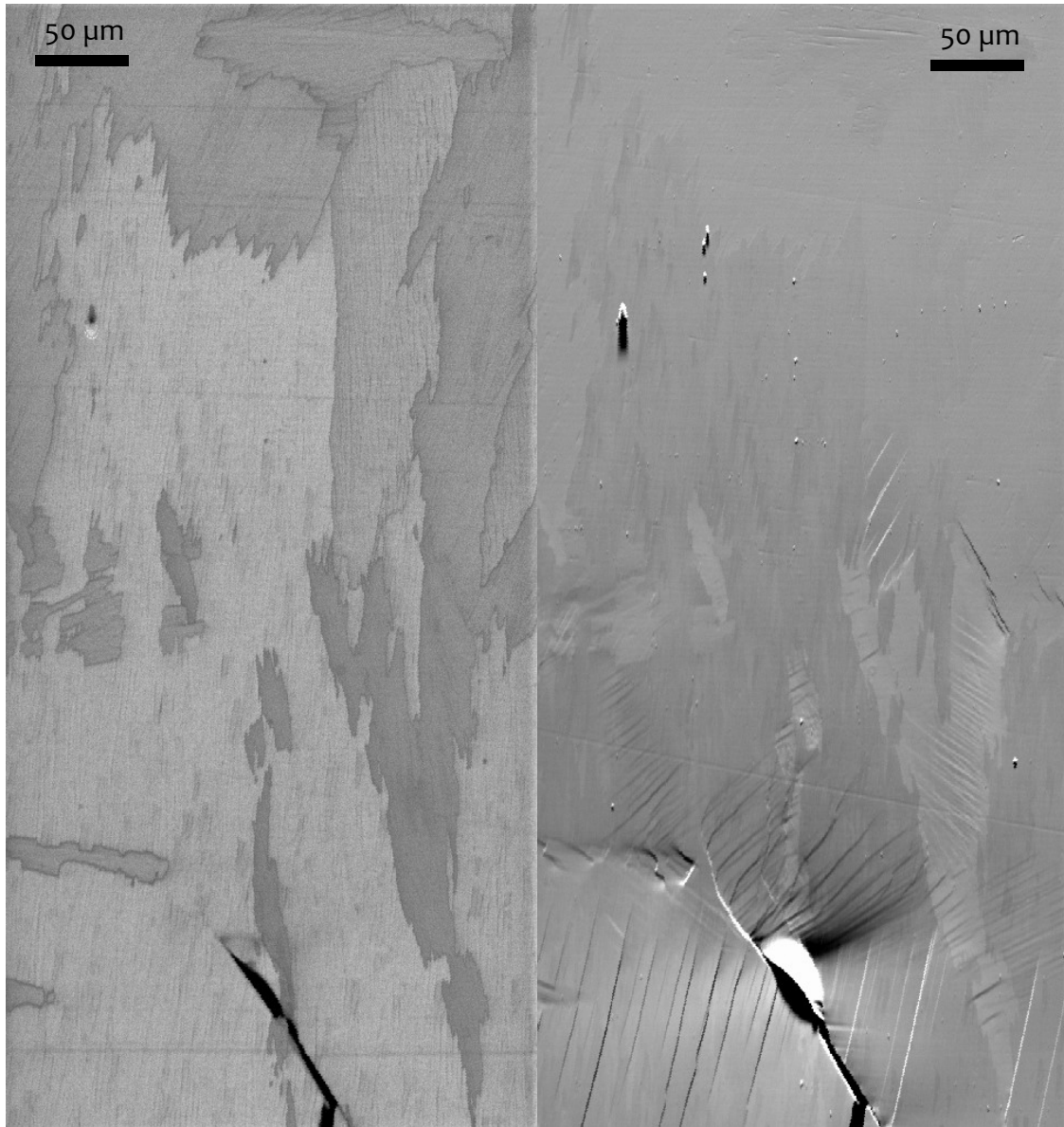
**Figure 152 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 340N correspondant à  $K = 26,2\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$**



**Figure 153 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 370N correspondant à  $K = 28,5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$**

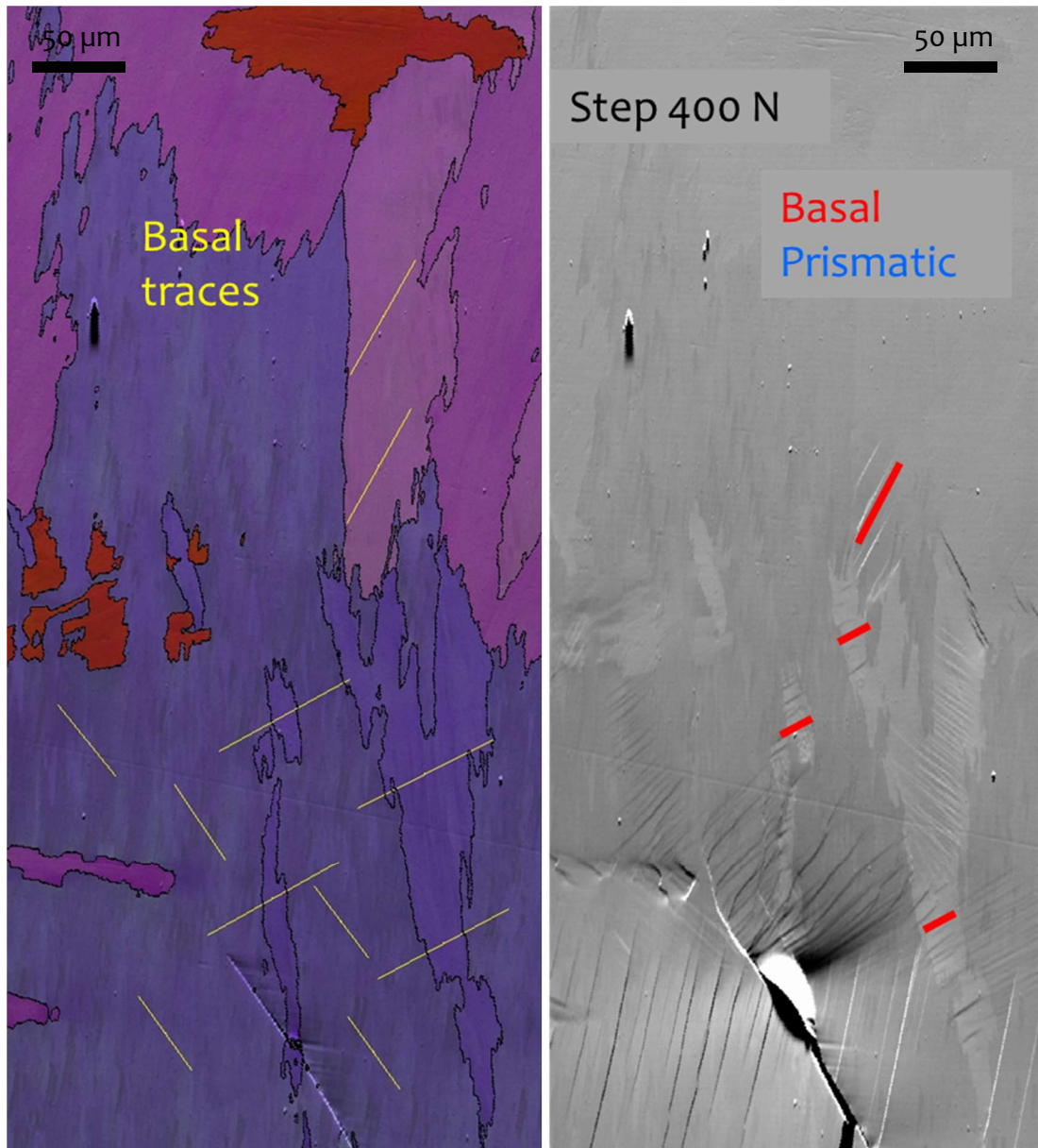


**Figure 154 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 390N correspondant à  $K = 30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$**



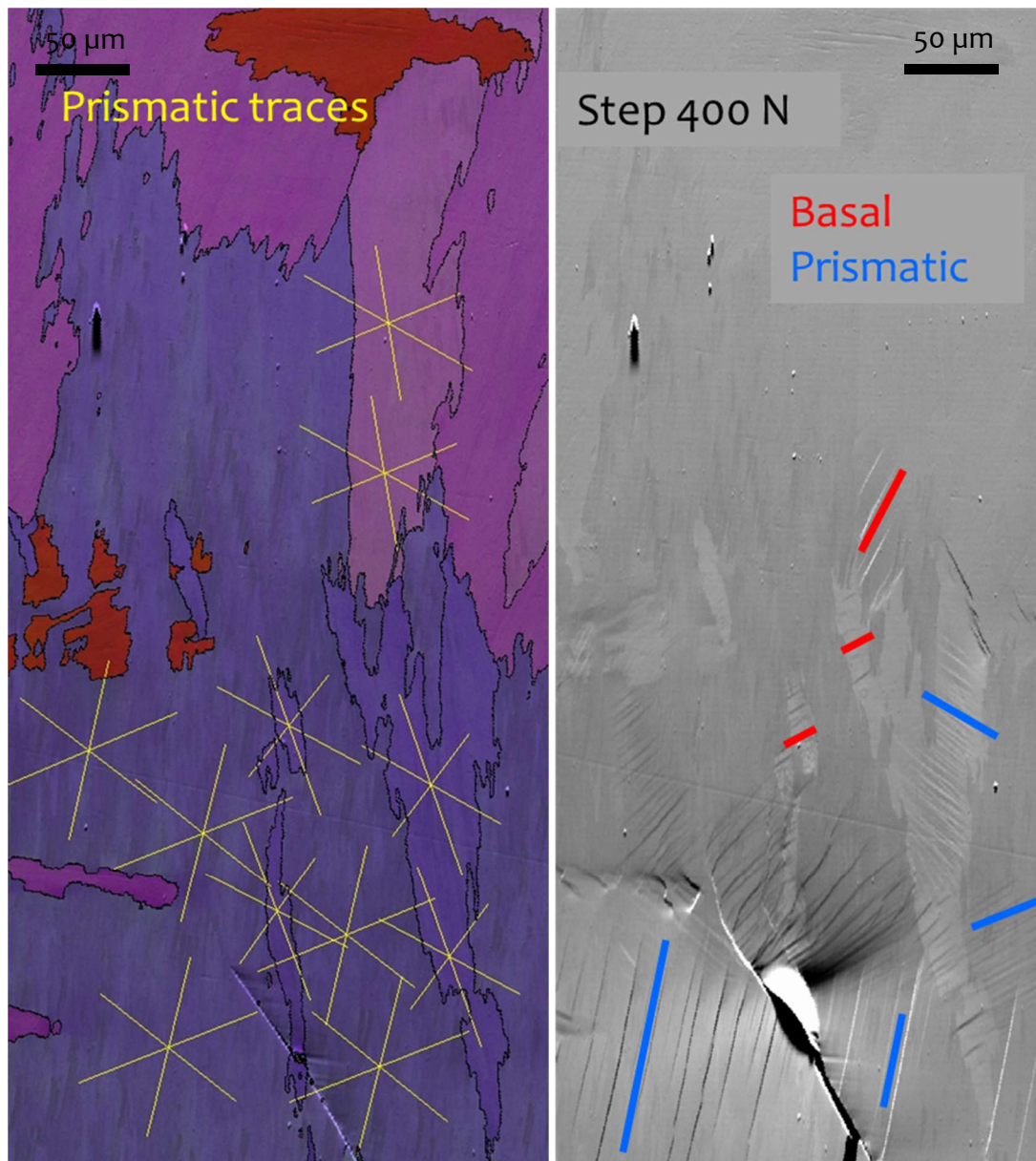
**Figure 155 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  20 ; 400N correspondant à  $K = 31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$**





**Figure 156 : systèmes de glissement selon un plan basal activés au cours de l'essai in-situ.**

A partir des bandes de glissement visibles sur le dernier niveau de chargement, chaque système de glissement visible est identifié au plan cristallographique correspondant. La [Figure 154](#) permet d'identifier les systèmes basals activés en comparant les bandes de glissements visibles avec les traces des plans basals visibles sur la cartographie de gauche.



**Figure 157 : systèmes de glissement selon un plan basal ou prismatique activés au cours de l'essai in-situ.**

A l'identification faite des systèmes de glissement selon les plans de base, la [Figure 155](#) ajoute l'identification des systèmes selon des plans prismatiques.

A l'aide de ces deux analyses, on constate que tous les systèmes de glissement activés correspondent à un plan basal ou prismatique. On observe aussi la transmission du glissement entre le plan basal d'une colonie et le plan prismatique de la colonie adjacente. Ces résultats confirment une fois de plus le régime fortement cristallographique de la propagation avant transition. En effet, la forte activation de systèmes de glissement pourra « guider » la fissure et générer la propagation très cristallographique observée.

### 6.2.3 $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

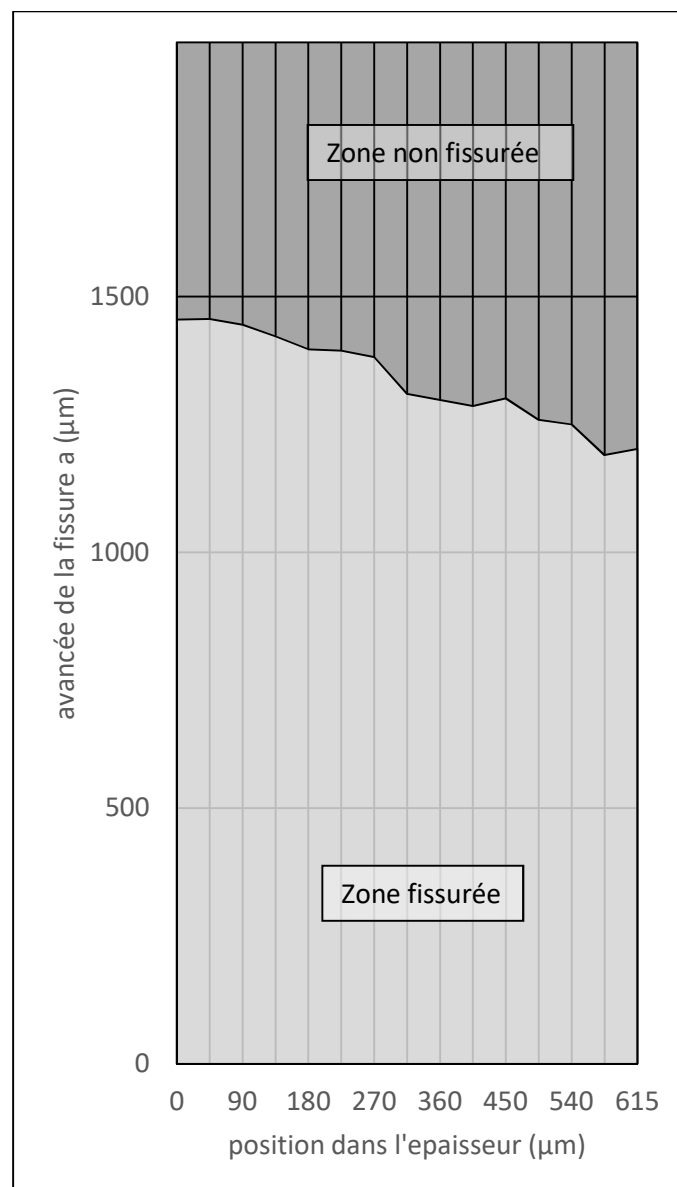
Le second essai in-situ est réalisé sur une micro-éprouvette prélevé sur une éprouvette CT après un essai à  $\Delta K$  constant de  $40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , au rapport de charge  $R = 0,1$  et interrompu après 15mm de propagation de fissure.

Les paramètres géométriques de la micro-éprouvette  $\Delta K 40$  sont présentés sur le [Tableau 18](#).

paramètre	valeur
B	616 $\mu\text{m}$
W	1997 $\mu\text{m}$
a face observé	1453 $\mu\text{m}$
a face opposée	1239 $\mu\text{m}$
a moyen	1336 $\mu\text{m}$

**Tableau 18 : Paramètres géométriques de la micro-éprouvette  $\Delta K 40$ .**

Comme pour l'éprouvette  $\Delta K 20$ , le front de fissure de l'éprouvette  $\Delta K 40$  n'est pas droit. De ce fait, une analyse tomographique est réalisée sur cette éprouvette. Cette analyse permet d'obtenir la forme précise du front de fissure, représenté sur la [Figure 156](#). On constate que cette éprouvette présente une avancée de fissure plus importante que celle de l'essai  $\Delta K 20$ .



**Figure 158 : Schéma de la section de la partie utile de la micro éprouvette  $\Delta K 40$ .**

Du fait de cette différence d'avancée des fissures entre les deux éprouvettes, les charges appliquées lors de l'essai  $\Delta K 20$  ne peuvent pas être appliquées à l'identique pour cet essai. De ce fait, les charges sont calculées en fonction de la géométrie de la micro-éprouvette et des coefficients d'intensité de contrainte K des différents niveaux de charge de l'essai sur la micro-éprouvette  $\Delta K 20$ , ceci afin de pouvoir comparer les différentes cartographies à « iso-K ».

Charge sur l'essai de la micro-éprouvette $\Delta K 20$ (N)	K calculé pour l'essai de la micro-éprouvette $\Delta K 20$ , objectif pour la micro-éprouvette $\Delta K 40$ (MPa $\sqrt{m}$ )	Charge déduite pour l'essai de la micro-éprouvette $\Delta K 40$ (N)
220	17	59
290	22	78
310	24	83
340	26	91
370	28	99
390	30	104
400	31	108

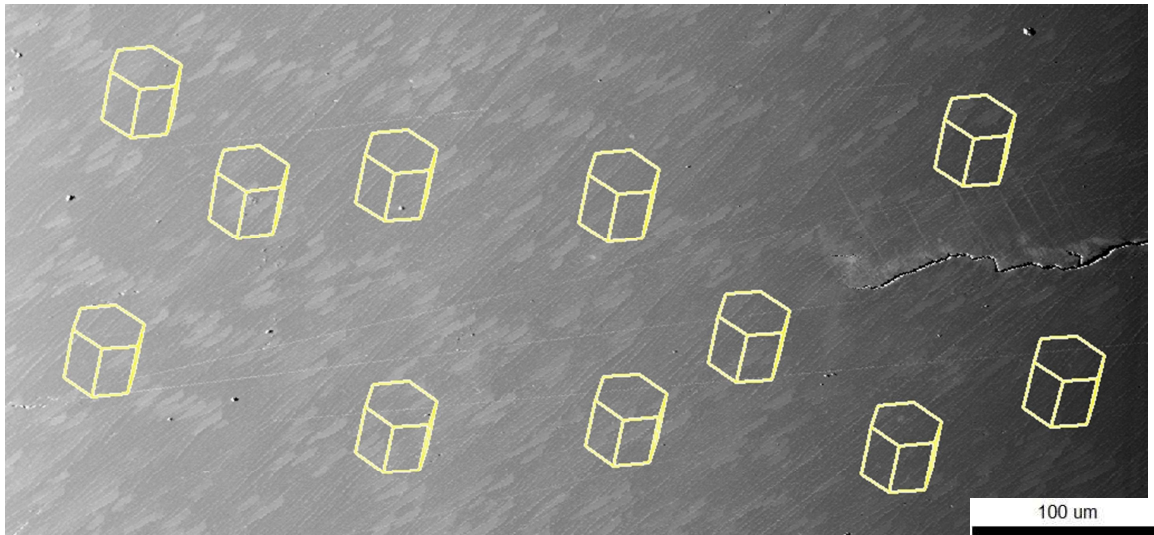
**Tableau 19 : Equivalence des charges entre les deux essais in-situ.**

Suite à la reproduction des niveaux de charge appliqués sur l'essai  $\Delta K 20$ , l'essai de l'éprouvette  $\Delta K 40$  est poursuivi avec cinq niveaux de charge supplémentaires permettant d'atteindre un facteur d'intensité de contrainte identique au facteur d'intensité de contrainte maximum lors de la propagation sur l'éprouvette CT. Le détail des niveaux de charge ainsi appliqués est mentionné dans le [Tableau 20](#) suivant.

K objectif pour la micro-éprouvette $\Delta K 40$ (MPa $\sqrt{m}$ )	Charge déduite pour l'essai de la micro-éprouvette $\Delta K 40$ (N)
33	115
35	122
38	132
40	139
44	153

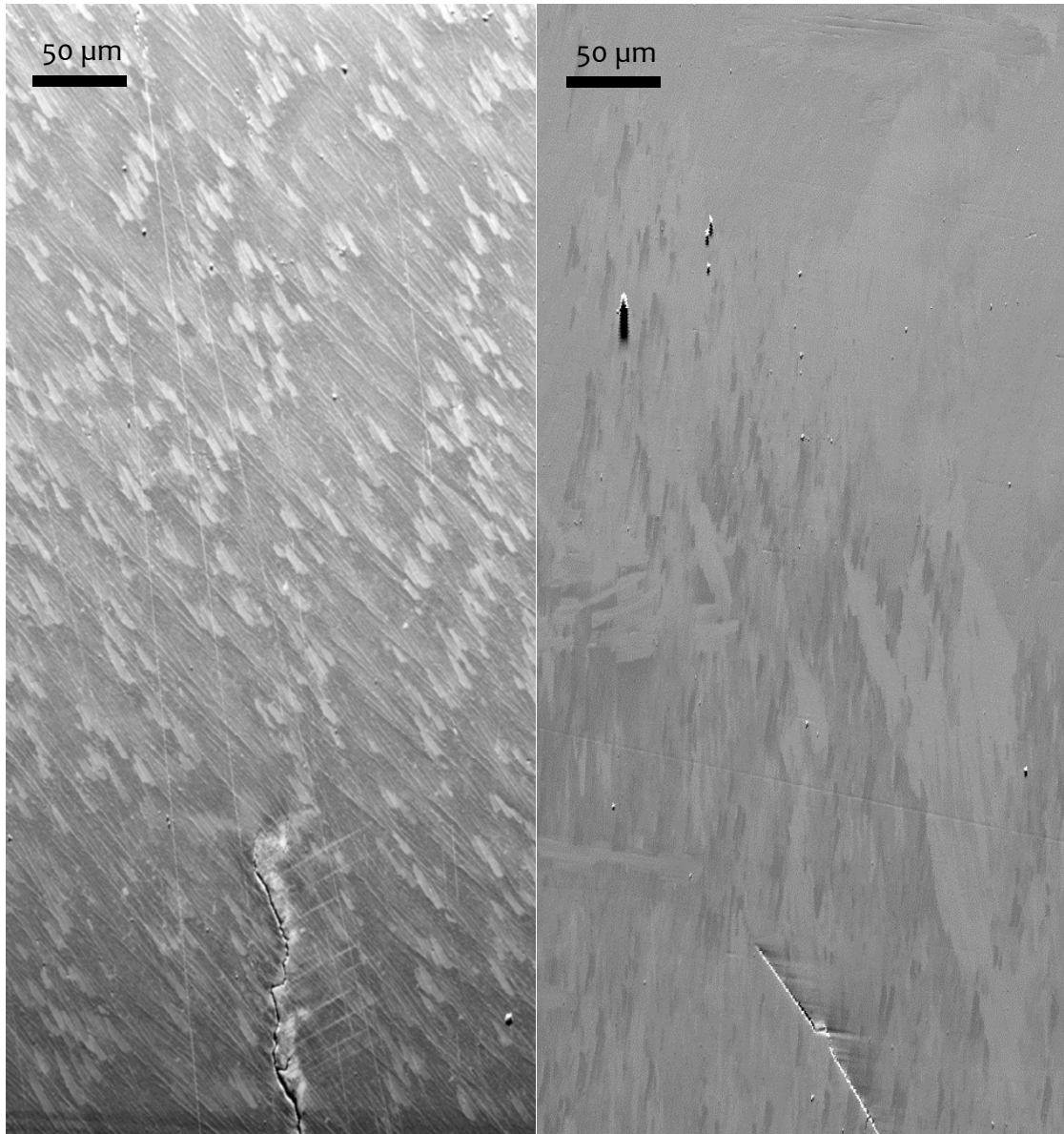
**Tableau 20 : charges supplémentaires de l'essai in-situ  $\Delta K 40$ .**

Comme pour l'essai  $\Delta K 20$ , la première étape permet de caractériser l'environnement de la fissure, ainsi que de repérer les imperfections de la préparation.



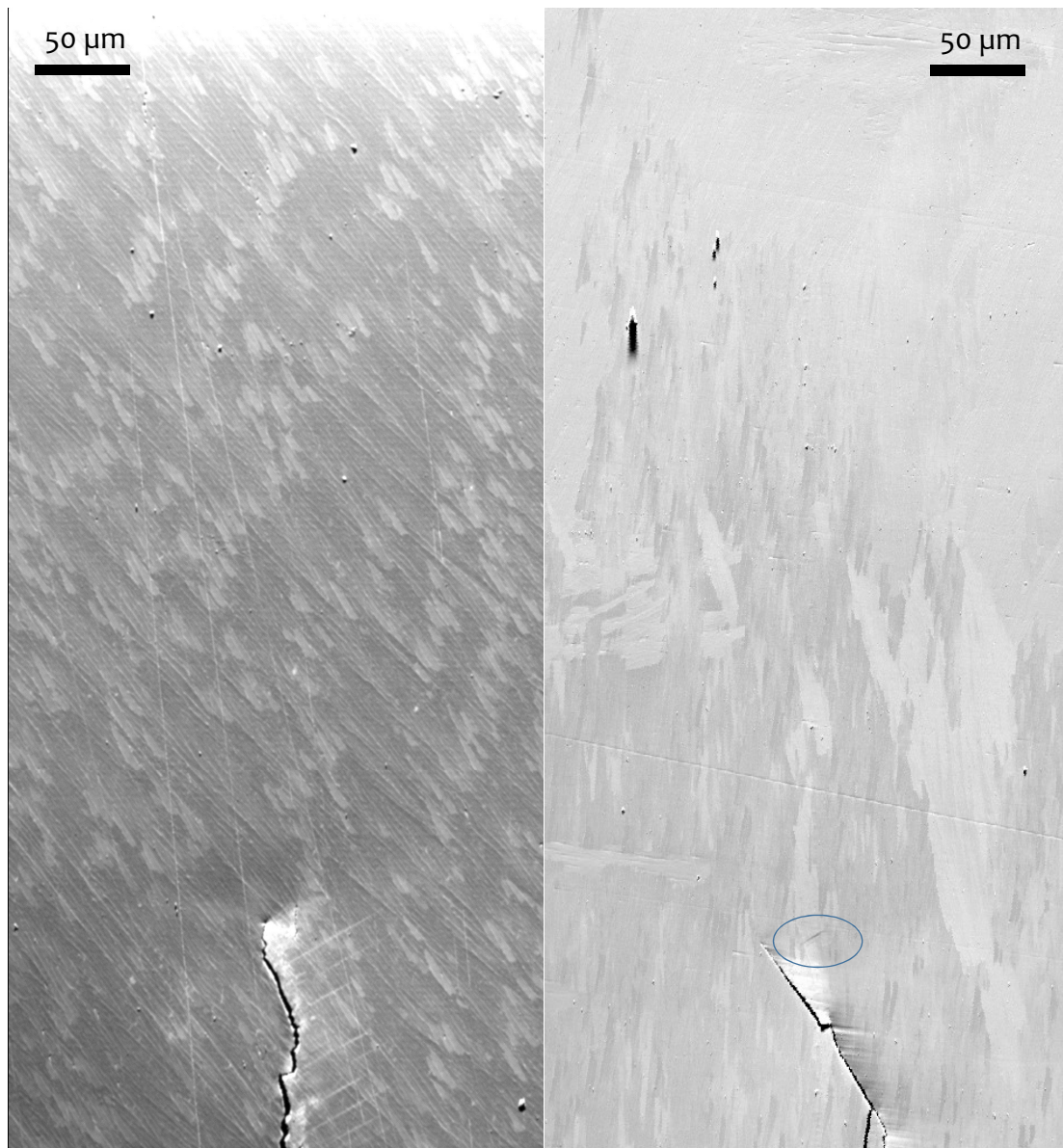
**Figure 159 : Environnement de la pointe de fissure et orientation de la maille cristalline de la colonie pour l'éprouvette  $\Delta K 40$ .**

On constate sur la [Figure 157](#) que l'environnement cristallographique de l'éprouvette  $\Delta K 40$  est beaucoup plus simple que celui de l'éprouvette  $\Delta K 20$ , avec une seule colonie en pointe de fissure. Cette différence est de nature à modifier localement le comportement de la microstructure face à la déformation, en limitant les interactions entre colonies. Cependant, l'observation de l'environnement de la pointe de fissure en surface seulement ne permet pas de conclure quant à la microstructure et aux potentielles autres colonies dans l'environnement de la pointe de fissure sur l'épaisseur de la micro-éprouvette. Ainsi, les deux essais  $\Delta K 20$  et  $\Delta K 40$  seront comparés qualitativement afin d'observer les potentielles différences de comportement entre ces deux niveaux de charges. Ainsi dans cette partie, afin de faciliter la comparaison, les différentes images obtenues par électrons rétrodiffusés lors de l'essai  $\Delta K 40$  seront mises en parallèles à celles de l'essai  $\Delta K 20$  à K similaire.



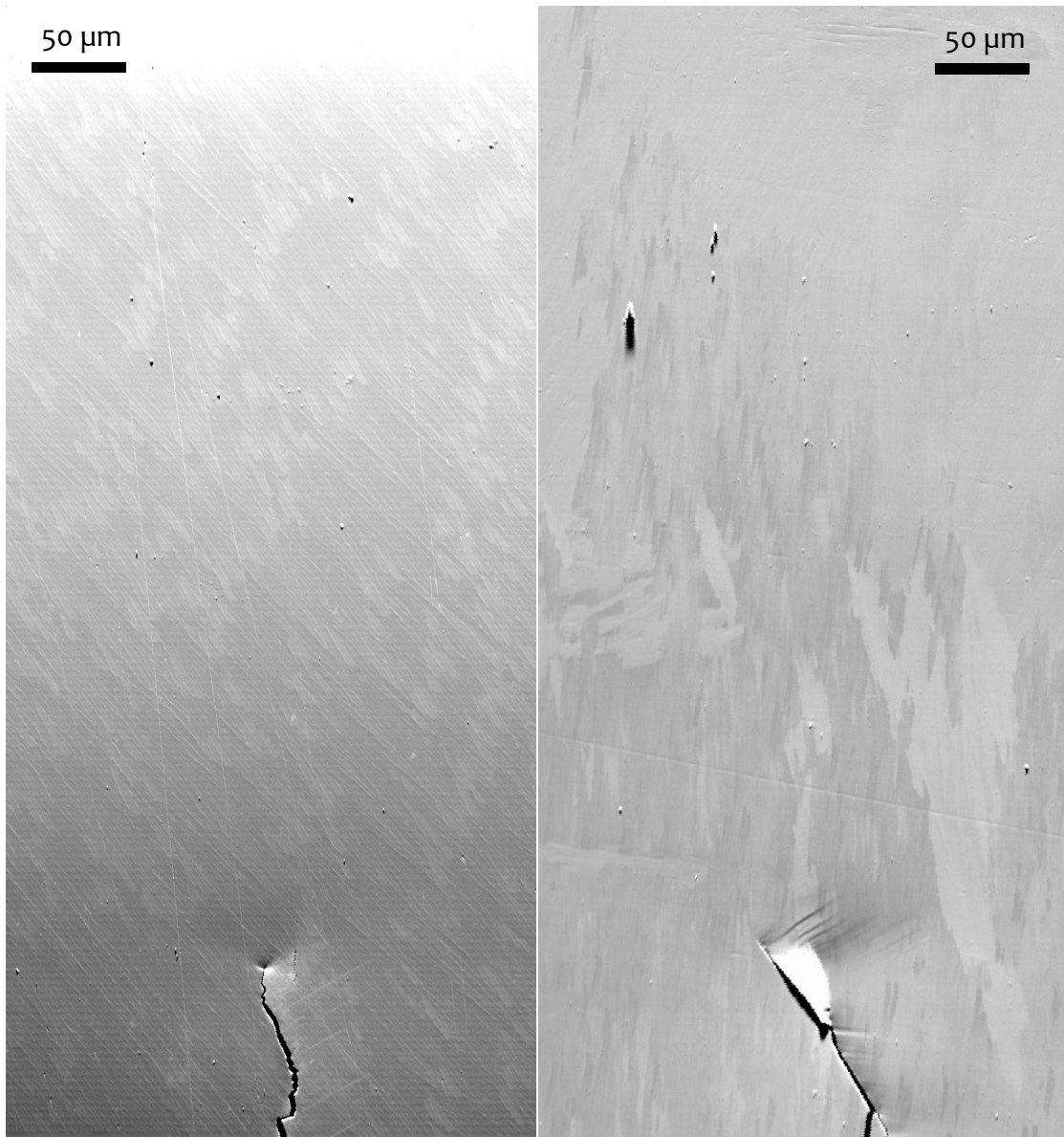
**Figure 160 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

On observe sur la [Figure 158](#) que les traces de polissage, déjà observées pour l'essai  $\Delta K$  20, sont aussi présentes sur l'éprouvette  $\Delta K$  40, toujours situées principalement le long du sillage de la fissure et dues à l'accumulation de particules dans la fissure lors du polissage, qui rayent ensuite la surface lors du nettoyage.



**Figure 161 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 17\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

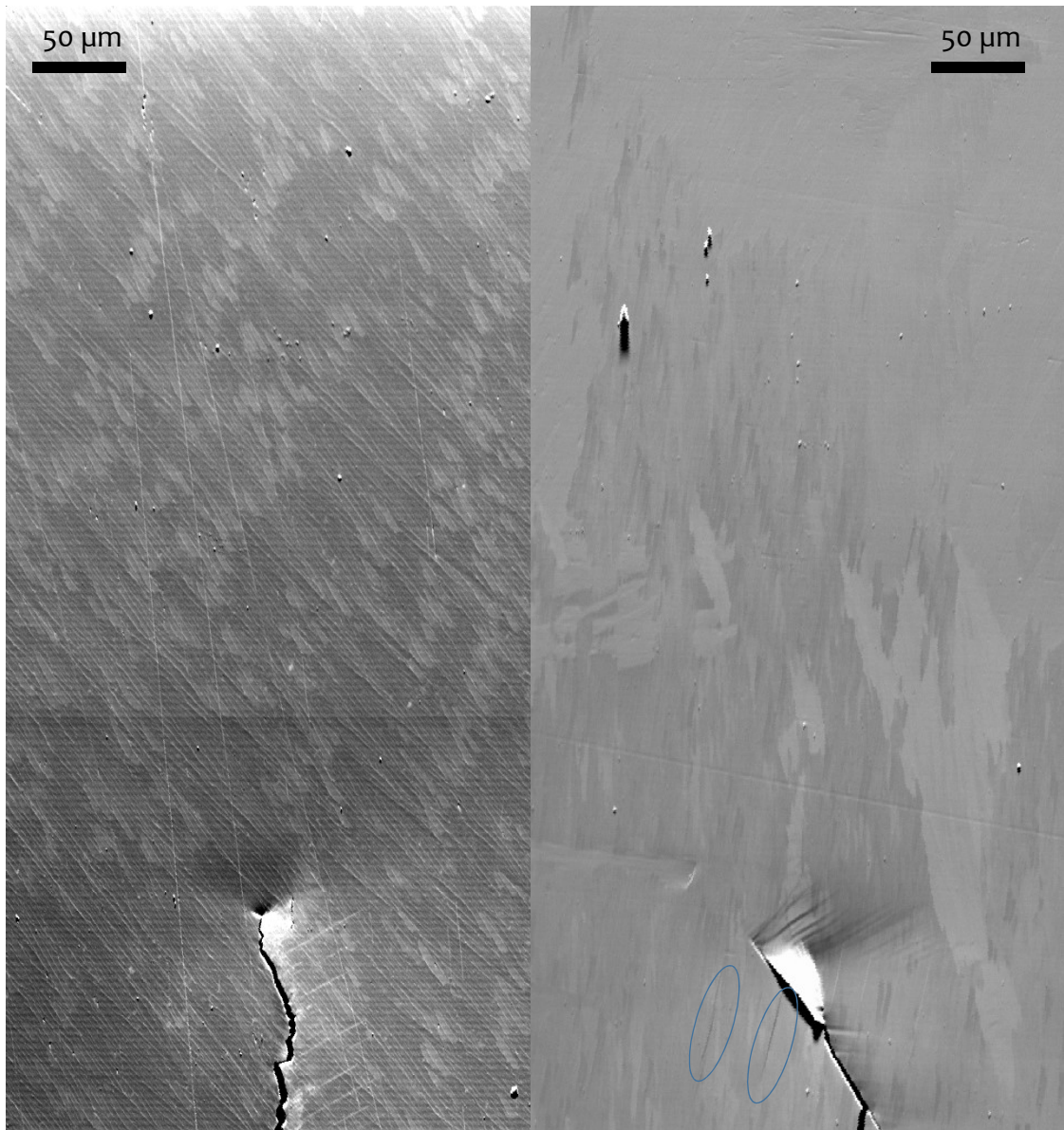
La [Figure 159](#) présente le niveau de charge ( $K$  de  $17\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) auquel la première bande de glissement a été observée lors de l'essai  $\Delta K$  20. A ce niveau de charge, on constate qu'aucune trace de glissement n'est visible sur la surface de l'éprouvette  $\Delta K$  40. Cependant, contrairement à l'essai  $\Delta K$  20, une zone de contraste important semble apparaître en pointe de fissure, ce qui peut être provoqué par un déplacement hors plan.



**Figure 162 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 22\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

Pour un niveau de coefficient de concentration de contrainte de  $22\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  (*Figure 160*), aucune trace de glissement n'est observée sur l'essai  $\Delta K$  40. En comparaison, à ce même niveau de contrainte lors de l'essai  $\Delta K$  20, le premier système de glissement actif est répandu dans une zone plus importante et un déplacement hors plan est visible le long du sillage de fissure. Les *Figure 161*, *Figure 162*, *Figure 163*, *Figure 164*, *Figure 165* et *Figure 166* montrent en parallèle l'évolution des deux essais au cours de l'augmentation de la charge.





**Figure 163 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 24\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

On observe qu'en parallèle de l'apparition de plusieurs systèmes de glissement sur l'essai  $\Delta K$  20, jusqu'à un facteur d'intensité de contrainte  $K = 31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , aucun système de glissement n'apparaît sur l'essai  $\Delta K$  40.

Cependant, on observe clairement une différence de contraste en pointe de fissure sur l'essai  $\Delta K$  40 de  $K = 22\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  à  $K = 31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Cette zone sombre, en forme d'aile de papillon, est interprétée comme une traduction visuelle de la zone plastique en pointe de fissure. On constate l'augmentation de la taille de cette zone plastique avec l'augmentation de la charge, alors qu'elle n'est pas visible en pointe de fissure sur l'essai  $\Delta K$  20, ceci jusqu'à la fin de la sollicitation de l'éprouvette  $\Delta K$  20, à  $K = 31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .



Figure 164 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 26\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

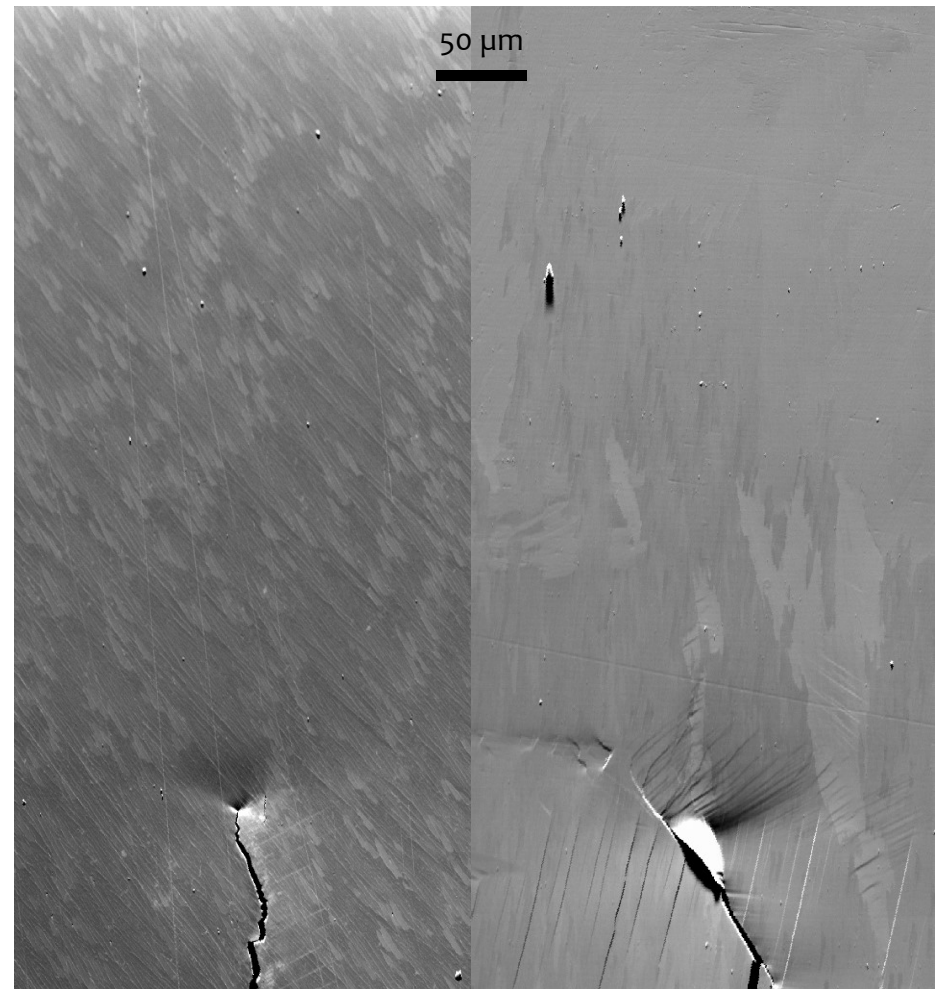
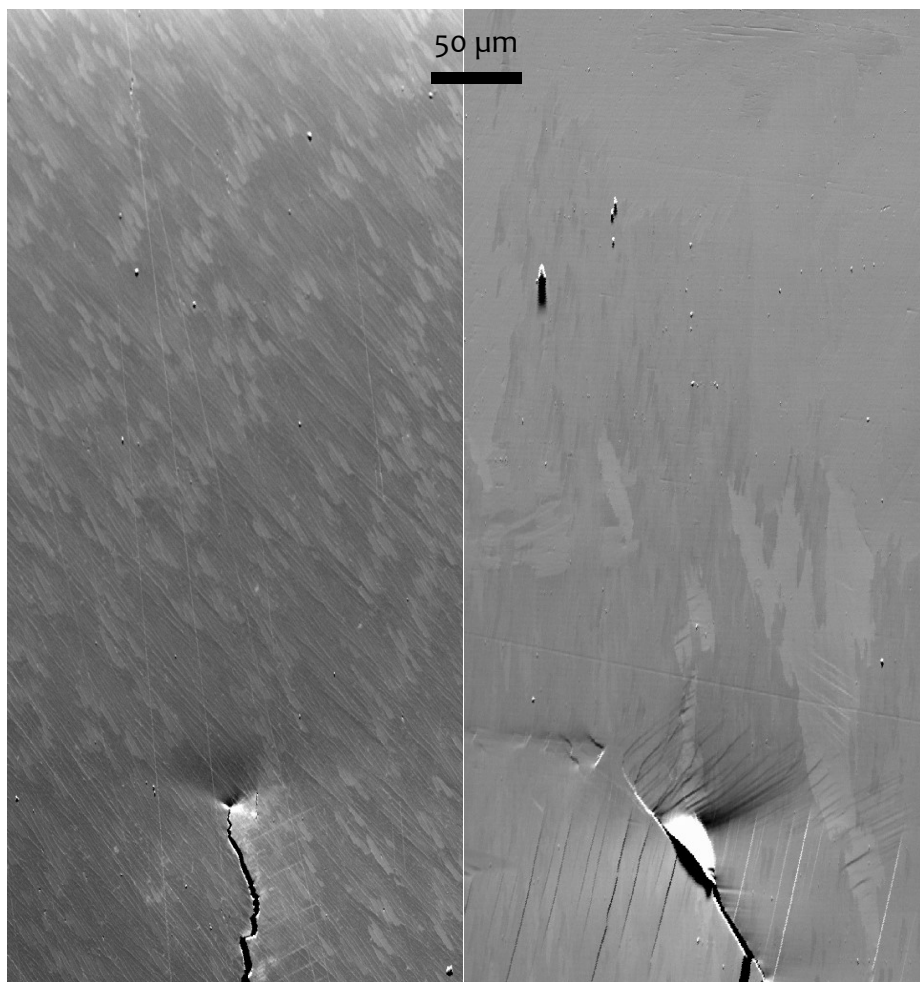
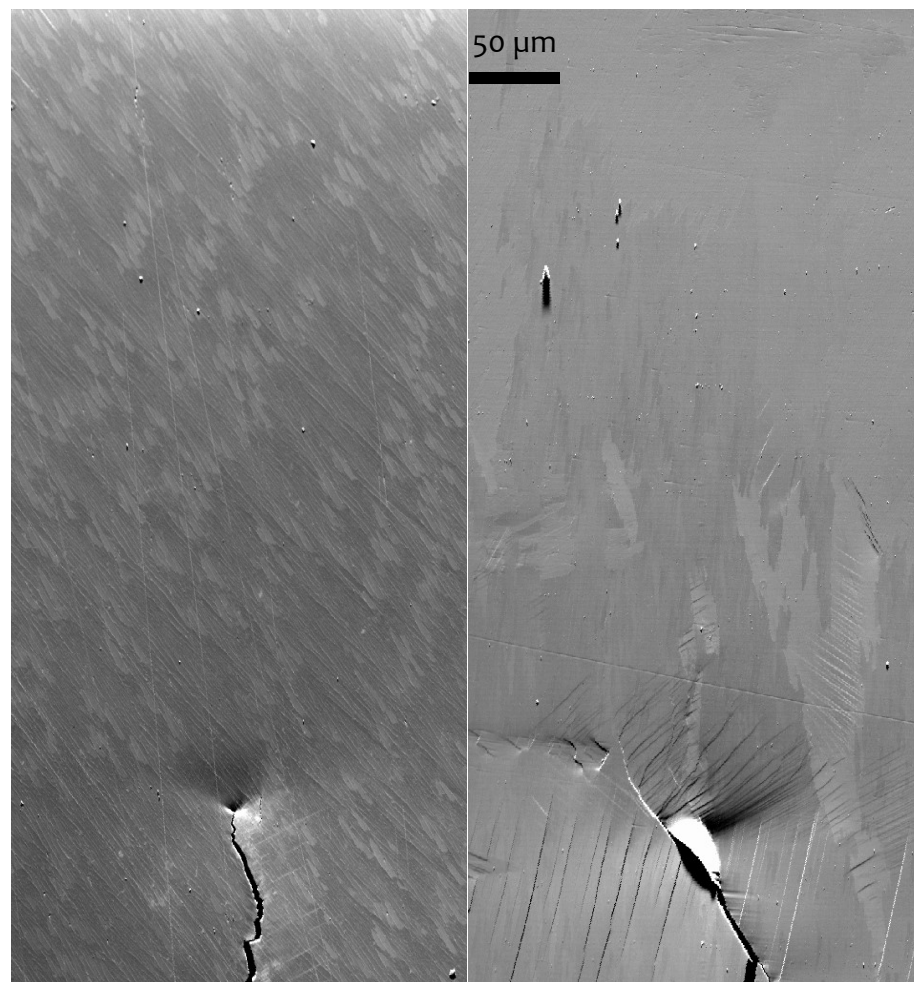


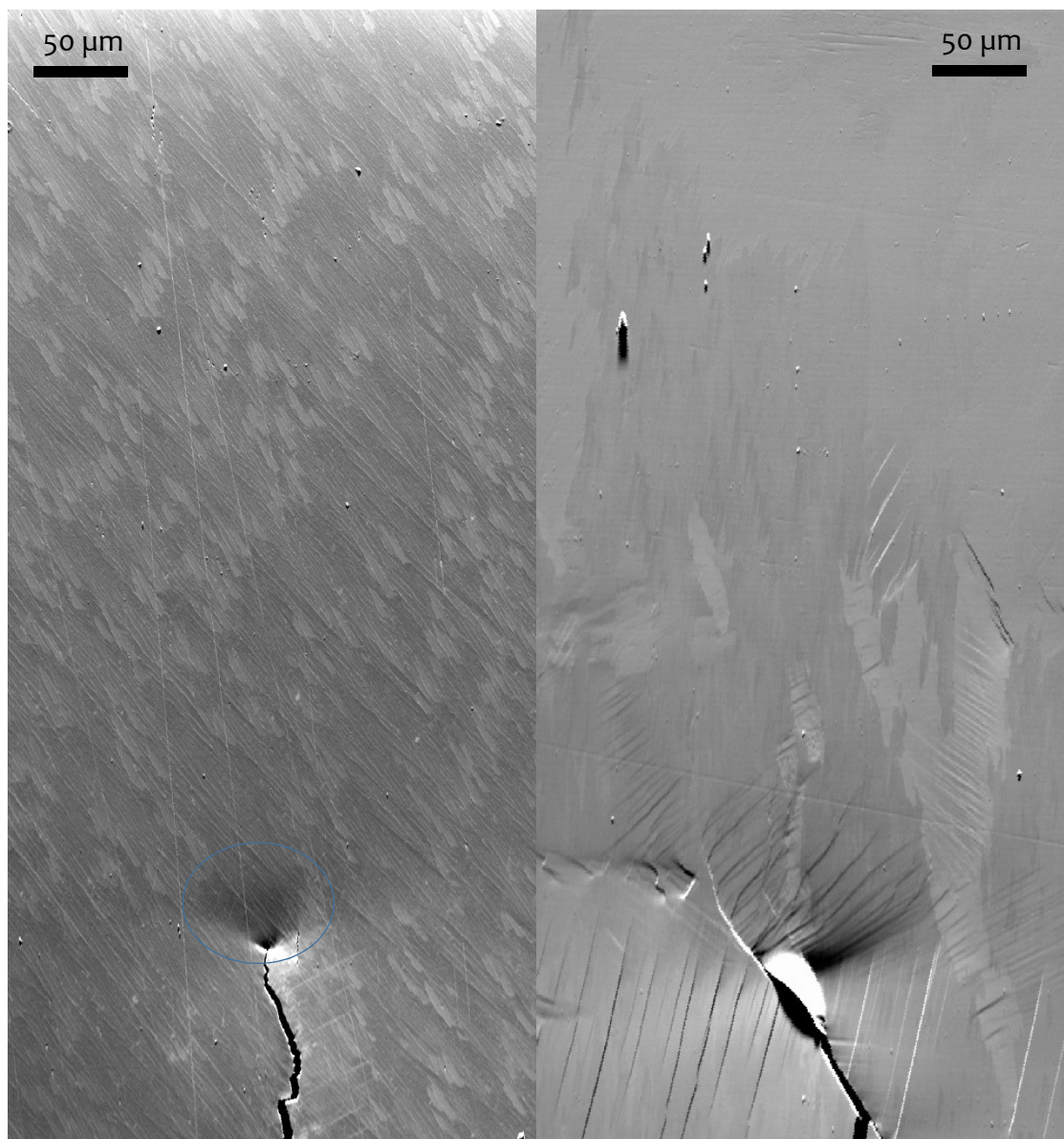
Figure 165 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 28\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .



**Figure 166 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 28\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

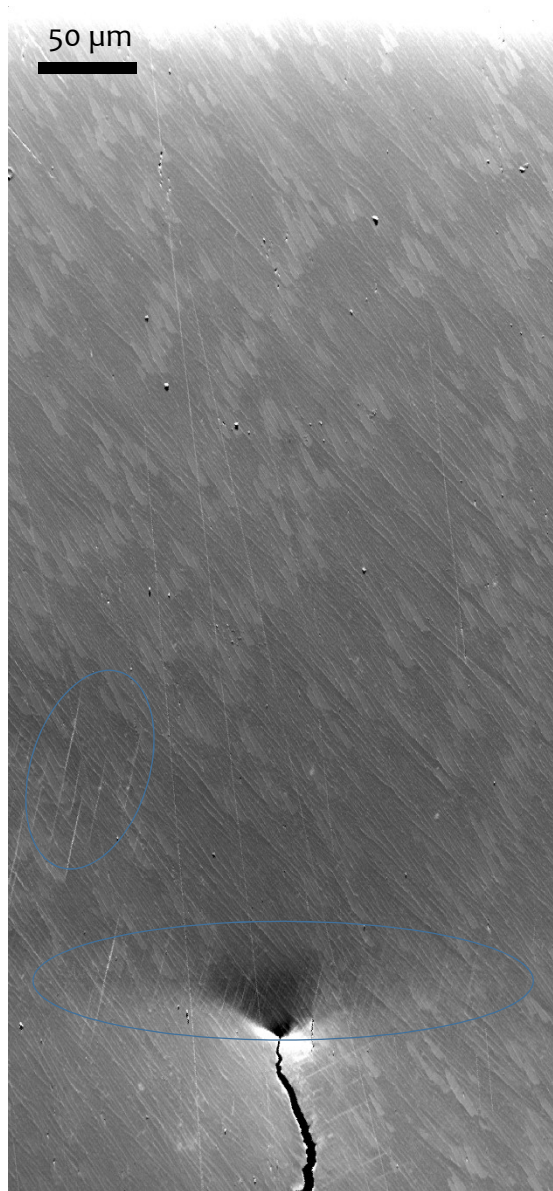


**Figure 167 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**



**Figure 168 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 (gauche) et  $\Delta K$  20 (droite), à  $K = 31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

La [Figure 166](#) représente le dernier niveau de chargement réalisé sur l'essai  $\Delta K$  20. La comparaison avec le même niveau de chargement sur l'essai  $\Delta K$  40 illustre parfaitement l'existence d'une différence forte de régime de propagation entre avant et après la transition. En effet, alors que de très nombreux systèmes de glissement sont visibles tout autour de la pointe de fissure de l'éprouvette  $\Delta K$  20, aucun système n'est activé sur l'éprouvette  $\Delta K$  40. A ce stade, la zone plastique en pointe de fissure est mesurée à environ  $37\mu\text{m}$ .



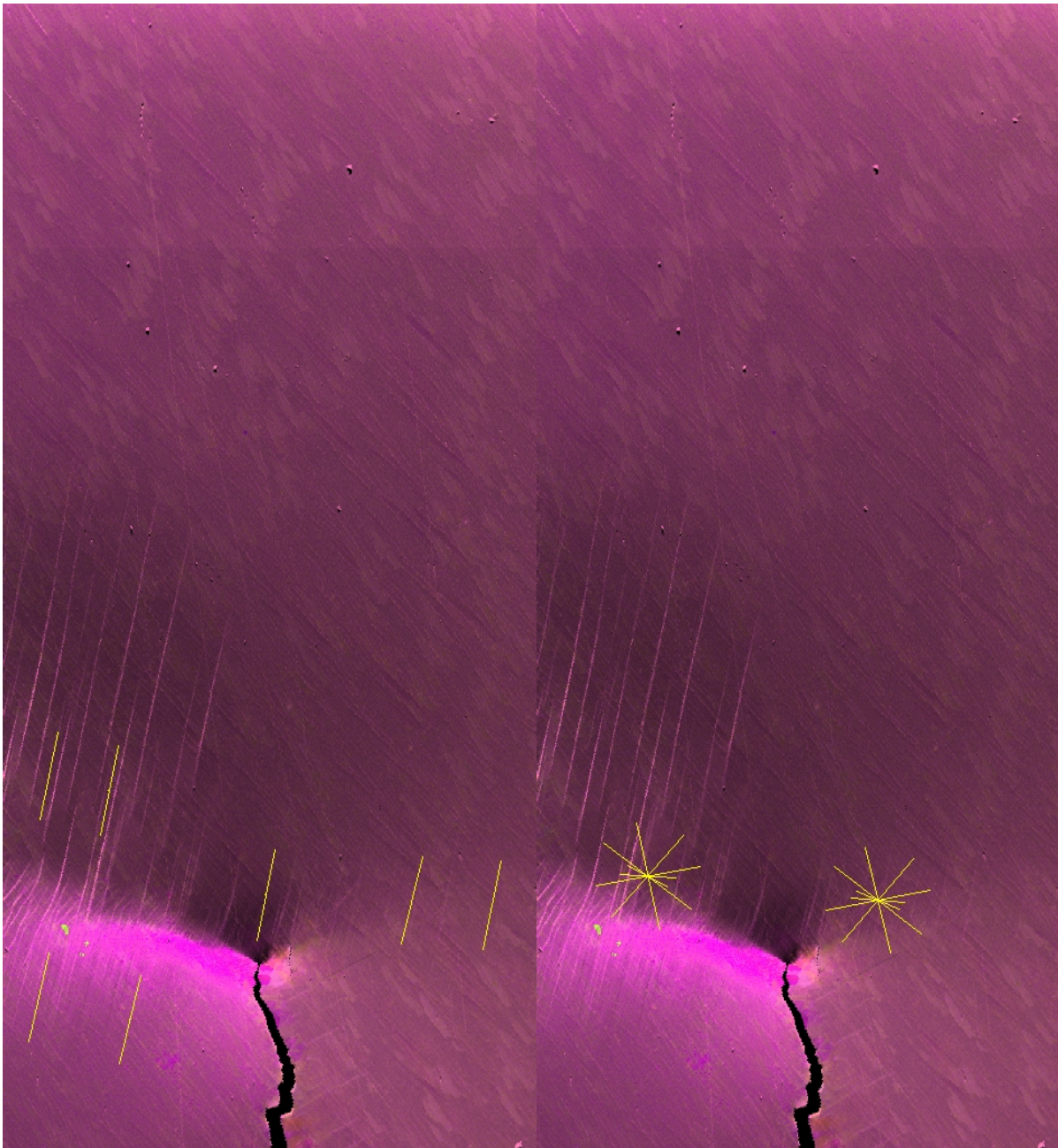
**Figure 169 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 à  $K = 38\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

La [Figure 167](#), montre, pour  $K = 38\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ , l'apparition des premières bandes de glissement en pointe de fissure, qui apparaissent de chaque côté de la pointe de fissure ainsi que plus en avant de la propagation. L'analyse EBSD permet d'identifier ces bandes de glissement comme appartenant au plan basal de la colonie observée.



**Figure 170 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ  $\Delta K$  40 à  $K = 45\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .**

L'état final de chargement in-situ est présenté sur la [Figure 168](#) qui correspond au chargement maximum rencontré lors de l'essai à  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  constant sur l'éprouvette CT. On constate sur cette image l'apparition d'une deuxième famille de bandes de glissement, de type pyramidales, principalement autour de la zone de forte luminosité à gauche de la pointe de fissure. Les traces des différents plans cristallographiques (de base et pyramidaux) sont présentées sur la [Figure 169](#).



**Figure 171 : Traces du plan basal et des plans pyramidaux au cours de l'essai in-situ  $\Delta K$  40.**

Une analyse de la rotation de la maille cristalline en pointe de fissure a été tenté via des cartographies de type « LOS », comme celles présentées dans la partie 6.1. Ce type d'analyse ayant ici pour objectif de rendre compte de la zone de contraste sombre en pointe de fissure, considéré comme zone plastique, avec une approche plus précise de la cause de cette variation. Cependant, la qualité de la diffraction lors de cet essai n'est pas suffisante pour obtenir des informations sur cette rotation.

La comparaison de l'évolution de la déformation au cours des deux essais permet de constater que l'apparition des bandes de glissement est fortement retardée lors de l'essai  $\Delta K$  40 par rapport à l'essai  $\Delta K$  20. Ce retard dans l'apparition des bandes de glissements est attribué à une déformation plus diffuse aux forts niveaux de charge. La déformation n'est donc plus confinée aux bandes de glissement au-delà de la transition, expliquant l'aspect moins cristallographique de la propagation après la transition.

### 6.3 Conclusion chapitre 6

Dans ce chapitre, la différence entre les deux régimes de propagation a été étudiée par l'observation du lien entre cristallographie, déformation et propagation.

Dans un premier temps, via l'analyse des traces de propagation, la tendance à une propagation cristallographique est quantifiée avant et après la transition. Ces résultats confirment la tendance à une propagation nettement plus cristallographique avant transition qu'après, comme observé dans le chapitre précédent.

Ces essais ont aussi permis de confirmer l'importance de la plasticité cyclique, et donc du  $\Delta K$  plutôt que du  $K_{max}$ , dans le changement du régime de propagation. Ce résultat est obtenu en constatant que pour deux chemins de propagation issus d'essai à même  $\Delta K$  mais à deux rapports de charge différents ( $R = 0,1$  et  $R = 0,7$ ) et donc différents  $K_{max}$  les proportions de propagation selon les plans cristallographiques sont identiques.

Dans une dernière partie, les essais in-situ, sur des éprouvettes prélevées en pointe de fissure, permettent d'observer la différence forte dans les mécanismes de déformation en pointe de fissure entre les deux régimes. En effet, la déformation avant transition se localise dans des bandes de glissements. Ainsi, la propagation de la fissure se fait en suivant ces bandes de glissement et donc selon les plans cristallographiques contenant ces bandes de glissements.

Cependant, l'apparition de ces bandes de glissement après la transition est considérablement retardée par rapport à avant la transition. De plus, on y observe une déformation importante en pointe de fissure et non-localisée dans les plans cristallographiques. Ainsi, comme envisagé dans le chapitre précédent, après la transition, la déformation plus homogène en pointe de fissure ne limite pas la propagation de la fissure dans les plans cristallographiques.



## 7 Conclusions

Ces travaux avaient pour objectif d'améliorer la compréhension des interactions entre les traitements thermiques, la microstructure et les propriétés de tolérance aux dommages afin de proposer des voies d'optimisations de ces alliages. Dans ce but, plusieurs traitements thermiques ont été réalisés sur l'alliage TA6V ELI, l'influence de ces traitements thermiques sur la propagation de fissure a été étudiée ainsi que les interactions entre la microstructure et la propagation de fissure.

La durée et la température de mise en solution au-dessus du transus ont un impact sur la microstructure résultante limitée à la taille des ex-grains  $\beta$ . Aucune variation significative des tailles de colonies ou de lamelles n'a été observée durant ces travaux. Cette modification de la taille des ex-grains  $\beta$  n'a toutefois pas d'impact sur les propriétés de résistance à la propagation de fissures de fatigue.

La différence entre les microstructures bimodales et lamellaires a été étudiée afin d'aider à la compréhension du gain en terme de propriétés de résistance à la propagation de fissures. La différence entre ces deux types de microstructures a pu être expliquée par la conjugaison de deux effets. Le premier effet est la diminution de la valeur du  $\Delta K_{\text{effectif}}$  provoquée par la fermeture de la fissure. Afin d'expliquer totalement la différence entre ces deux microstructures, le deuxième effet à prendre en considération est l'apparition de propagation selon un mode mixte mode I/mode II. La prise en considération simultanée de ces deux effets permet de rendre compte de la différence entre les deux microstructures.

La transition entre deux régimes de propagation dans les microstructures lamellaires a été étudiée. Il a été montré que le changement de régime de propagation s'accompagne d'une diminution significative de la rugosité des surfaces de rupture. Ce changement de régime et de rugosité est lié à une diminution de la tendance à une propagation suivant les plans cristallographiques au passage de la transition, diminution de la propagation cristallographique qui a été quantifiée par analyse EBSD du chemin de propagation. En outre, il a été montré que la propension à la propagation cristallographique n'est pas modifiée à fort rapport de charge.

Enfin, des remises en charge de micro-éprouvettes prélevées en pointe de fissure ont permis, sous certaines hypothèses, d'observer la différence de mode de déformation en pointe d'une fissure de fatigue avant et après la transition. Il a été observé que la déformation reste confinée dans des bandes de glissements avant transition, alors qu'elle est plus homogène et diffuse après la transition, expliquant la diminution de l'aspect cristallographique de la propagation.

L'ensemble de ces observations a ainsi permis de proposer une explication à la différence entre les deux types de microstructures étudiées, différence due à la rugosité et à la déviation du chemin de propagation, provoquées par le régime cristallographique dans les microstructures lamellaires. Enfin, un scénario expliquant la différence entre les deux régimes de propagation des fissures dans les microstructures lamellaires a été présenté, cette différence est expliquée par une déformation en pointe de fissure différente entre les deux régimes.



## 8 Perspectives

Les perspectives de suite ouverte par ce travail se regroupent principalement en quatre axes :

Les travaux réalisés au cours de ce travail de thèse ont permis uniquement la modification de la taille des ex-grains  $\beta$ , la maîtrise de la taille des lamelles pouvant elle être obtenue via la vitesse de refroidissement. Un axe de travail pour de futurs travaux serait la recherche d'une maîtrise de la taille des colonies afin de pouvoir étudier l'influence de cette échelle microstructurale sur la propagation des fissures. Ceci permettrait par la suite l'optimisation des propriétés de tolérance au dommage des alliages TA6V ELI et Ti54M.

L'alliage Ti54M n'a pas pu être étudié de façon aussi exhaustive que l'alliage TA6V ELI durant ces travaux. Il pourrait être intéressant de reproduire les travaux réalisés sur l'alliage TA6V ELI sur cet alliage, afin d'observer si la « double transition » entre un régime de propagation pseudo stade I et un régime de propagation stade II, visible sur les courbes de propagation, peut ainsi être expliquée.

Les essais sous vide ont permis de mettre en lumière un comportement inattendu qu'aucune hypothèse ne permet actuellement d'expliquer. Des investigations du comportement sous vide pourraient permettre une meilleure caractérisation de ce comportement. Ainsi, une meilleure compréhension du comportement sous vide permettrait, en comparant au comportement dans l'air, d'apporter de nouveaux éléments sur le rôle de l'environnement.

Enfin, les essais in-situ ont permis d'observer qualitativement la différence de comportement, en matière de localisation de la plasticité, entre les deux régimes de propagation dans l'alliage lamellaire. Cependant, le nombre d'essais réalisés est faible et l'environnement cristallographique tout comme la géométrie des éprouvettes comparées présentent certaines différences. La réalisation d'un plus grand nombre d'essais, permettrait d'obtenir une plus grande variété d'environnements et donc potentiellement de comparer des environnements plus proches aussi bien d'un point de vue cristallographique que géométrique, tout en augmentant la représentativité statistique des résultats obtenus.

Cependant et au-delà de ces axes de travail, l'investigation du comportement de ces microstructures en température ainsi que sous chargement de type spectre ou à des fréquences faibles pourrait être une voie d'étude intéressante. Cela permettrait de se rapprocher des conditions réelles d'utilisation des alliages de titane lamellaires dans l'industrie aéronautique et donc d'améliorer la confiance dans les modèles de prédiction de durée de vie.



## 9 Table des figures

Figure 1 : Différentes réactions d'un matériau face à un chargement cyclique. ....	14
Figure 2 : Exemple de courbe de Wöhler. ....	15
Figure 3 : Différents modes de sollicitations [5]. ....	16
Figure 4 : Exemple de courbe de propagation en fonction du nombre de cycle. ....	17
Figure 5 : Courbe de vitesse de propagation $da/dn \Delta K$ d'une fissure de fatigue [7]. ....	18
Figure 6 : Principaux mécanismes de fermeture, par plasticité (A), par oxydation (B) et par rugosité (C) [15]. .....	20
Figure 7 : Cycle de chargement tenant compte des effets de fermeture. ....	20
Figure 8 : Schéma de Burgers (transformation $\beta$ (c.c.) vers $\alpha$ (h.c.) [20]. ....	22
Figure 9 : Synthèse des types d'alliages [24]. ....	24
Figure 10 : Microstructure lamellaire de TA6V ELI [25]. ....	25
Figure 11 : Traitement thermomécanique afin d'obtenir une microstructure équiaxe [26]. ....	26
Figure 12 : Schéma d'une microstructure équiaxe (nodule $\alpha$ en gris clair, phase $\beta$ résiduelle en gris foncé). ....	26
Figure 13 : Structure bimodale du TA6V [27]. ....	27
Figure 14 : Traitement thermique pour obtenir une microstructure bimodale [28]. ....	27
Figure 15 : Microstructure bimodale du Ti-6-22-22-S [28]. ....	27
Figure 16 : Microstructures du TA6V ELI après forge $\alpha+\beta$ et refroidissement lent (a), intermédiaire (b) et rapide (c)[29]. ....	28
Figure 17 : Influence des paramètres de traitement thermique sur les paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques [30]. ....	29
Figure 18 : Courbes de fissuration $da/dN \Delta K$ de l'alliage TA6V, traité $\alpha + \beta$ et traité $\beta$ , essais à 20°C [34]. ....	30
Figure 19 : Comparaison entre microstructure lamellaire et bimodale de l'alliage TA6V, essais à 25°C [35]. ....	31
Figure 20 : Courbe de propagation à R=0.4 dans un alliage TA6V ELI traité $\beta$ [39]. ....	33
Figure 21 : Influence de la microstructure et de la taille de la microstructure (taille de grain $\alpha$ ou de colonie de lamelles) pour un alliage TA6V [41]. ....	34
Figure 22 : Influence de la taille des colonies sur les vitesses de propagations [43]. ....	34
Figure 23 : Surface de fissure de l'alliage TA6V ELI traité $\beta$ [45]. ....	35

Figure 24 : Mise en évidence d'une transition entre régime de propagation sensible puis insensible à la microstructure pour différentes tailles de microstructure (variation du taux d'oxygène, de la taille des ex-grains $\beta$ et des colonies de lamelles) [46].	36
Figure 25 : Mise en évidence d'une transition entre régime de propagation sensible puis insensible à la microstructure pour différents types de microstructure [33].	36
Figure 26 : Effet du rapport de charge sur les vitesses de propagation dans un alliage TA6V [47].	37
Figure 27 : Influence du rapport de charge sur le Ti-6-22-22-S [28].	38
Figure 28 : Courbe $\sigma$ -N du TA6V ELI $\alpha+\beta$ équiaxe à 20°C [48].	38
Figure 29 : influence de la fréquence sur le seuil de propagation et sur la propagation.[49].	39
Figure 30 : Zone d'amorçage des fissures de fatigue [25].	40
Figure 31 : Propagation trans-granulaire dans un alliage de TA6V bimodal à $\Delta K=12 \text{ MPam}$ [50].	41
Figure 32 : Propagation inter-colonies dans un alliage TA6V lamellaire à $\Delta K=6.5 \text{ MPam}$ [33].	41
Figure 33 : Comparaison des compositions chimiques nominales des alliages TA6V, TA6V ELI et Ti54M. ....	43
Figure 34 : Macrographie sens long de l'alliage TA6V ELI coulée 901650C.	46
Figure 35 : Macrographie sens travers de l'alliage TA6V ELI coulée 901650C.	47
Figure 36 : Macrographie sens long de l'alliage Ti54M coulée 307553C.	47
Figure 37 : Macrographie sens travers de l'alliage Ti54M coulée 307553C.	48
Figure 38 : Microstructure bimodale du TA6V ELI coulée 901650C sur le plan C-R de la billette observée au MEB.	49
Figure 39 : Méthode d'analyse d'image pour déterminer la proportion de phase lamellaire.	49
Figure 40 : Microstructure lamellaire du TA6V ELI coulée 306266C sur le plan C-R de la billette observée au MEB.	50
Figure 41 : Microstructure lamellaire du TA6V ELI coulée 306266C sur le plan C-R de la billette observée au microscope optique en lumière polarisée.	51
Figure 42 : Microstructure bimodale du TA6V ELI coulée 307553C sur le plan C-R de la billette observée au MEB.	52
Figure 43 : Plan de prélèvement des ébauches et éprouvettes CT.	53
Figure 44 : Lamelle utilisée pour l'analyse de microstructure.	53
Figure 45 : Plan de prélèvement des ébauches et éprouvettes de traction.	54
Figure 46 : Position du barreau prélevé pour les coupes de microstructures.	54
Figure 47 : Four Nabertherm LHT 04/17 avec la tablette d'acquisition.	55

Figure 48 : Microscope optique ZEISS Imager vario Z2. ....	56
Figure 49 : MEB JEOL 6400 utilisé pour cette étude. ....	57
Figure 50 : MEB JEOL 6100 équipé d'un capteur EBSD. ....	57
Figure 51 : Alicona InfiniteFocus Z5.....	58
Figure 52 : RX solution UltraTom.....	58
Figure 53 : Eprouvette M12 L56 pour essais de traction. ....	59
Figure 54 : Eprouvette CT40B10 pour essais de fissuration avec suivi de potentiel.....	60
Figure 55 : Méthodes de détection de la charge à l'ouverture de Elber (a) et Kikukawa (b) [63] .....	60
Figure 56 : Supports de traitements thermiques pour coupons de microstructure, ébauches d'éprouvettes de traction et ébauches d'éprouvettes CT. ....	63
Figure 57 : Exemple de traitement à $T_{\beta} + 25^{\circ}\text{C}$ avec 1h30 de maintien sur une ébauche d'éprouvettes CT..	64
Figure 58 : Microstructure du TA6V ELI après traitement thermique (3h $T_{\beta} + 25^{\circ}\text{C}$ + 1h $730^{\circ}\text{C}$ ) et refroidissement air sur coupon.....	65
Figure 59 : Microstructure du TA6V ELI après traitement thermique (1h30 $T_{\beta} + 50^{\circ}\text{C}$ + 1h $730^{\circ}\text{C}$ ) et refroidissement air sur coupon.....	65
Figure 60 : Microstructure du TA6V ELI avec refroidissement ralenti. ....	66
Figure 61 : Comparaison entre les refroidissements à mi-rayon de billette et l'ébauche dans le four. ....	67
Figure 62 : Cales d'ouverture du four.....	68
Figure 63 : Comparaison entre deux refroidissements réalisés dans les mêmes conditions que le refroidissement mi-rayon de billette. ....	69
Figure 64 : Traitements thermiques réalisées sur le TA6V ELI. ....	70
Figure 65 : Comparaison des profils de refroidissement depuis $1005^{\circ}\text{C}$ et $1055^{\circ}\text{C}$ .....	71
Figure 66 : Traitements thermiques réalisées sur le Ti54M.....	72
Figure 67 : Microstructure TA6V ELI avec maintien de 1h30 à $T_{\beta} + 25^{\circ}\text{C}$ .....	73
Figure 68 : Microstructure TA6V ELI avec maintien de 3h à $T_{\beta} + 25^{\circ}\text{C}$ .....	74
Figure 69 : Microstructure TA6V ELI avec maintien de 1h30 à $T_{\beta} + 75^{\circ}\text{C}$ .....	77
Figure 70 : Microstructure Ti54M avec maintien de 1h à $T_{\beta} + 50^{\circ}\text{C}$ .....	78
Figure 71 : Microstructure Ti54M avec maintien de 1h à $T_{\beta} + 90^{\circ}\text{C}$ .....	78
Figure 72 : Histogrammes des tailles de paramètres microstructuraux, ex-grain $\beta$ (A), colonies (B) et lamelles (C). ....	81
Figure 73 : Courbes de traction conventionnelles TA6V ELI.....	82

Figure 74 : Courbes de traction rationnelles TA6V ELI .....	83
Figure 75 : Modules d'Young estimés à partir des essais de traction. ....	84
Figure 76 : Limite élastique estimées à partir des essais de traction.....	84
Figure 77 : Contrainte maximale estimées à partir des essais de traction. ....	85
Figure 78 Allongement à rupture estimés à partir des essais de traction. ....	85
Figure 79 : courbes de propagation du TA6V ELI bimodal et lamellaire. ....	87
Figure 80 : Surface de rupture de l'état bimodal pour $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . ....	88
Figure 81 : Surface de rupture de l'état bimodal pour $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . ....	89
Figure 82 : Surface de rupture de l'état bimodal pour $\Delta K = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . ....	89
Figure 83 : Surface de rupture de l'état bimodal pour $\Delta K = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . ....	90
Figure 84 : Position de la coupe transversale.....	90
Figure 85 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour $\Delta K 15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	91
Figure 86 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour $\Delta K 20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	92
Figure 87 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour $\Delta K 25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	93
Figure 88 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour $\Delta K 30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	94
Figure 89 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) pour $\Delta K 40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	95
Figure 90 : Chemins de propagation pour $\Delta K 15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (A), $\Delta K 25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (B), $\Delta K 35\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (C), $\Delta K 45\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (D).....	96
Figure 91 : Courbes de propagation des états lamellaires traités de l'alliage TA6V ELI comparés à l'état bimodal et à l'AIMS. ....	97
Figure 92 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ du traitement 3h T $\beta$ +25°C. ....	98
Figure 93 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ du traitement 3h T $\beta$ +25°C. ....	99
Figure 94 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à $\Delta K = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ du traitement 3h T $\beta$ +25°C. ....	99
Figure 95 : Faciès de rupture (A) et chemin de propagation (B) à $\Delta K = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ du traitement 3h T $\beta$ +25°C. ....	99
Figure 96 : Courbes de propagation de l'état bimodal et des états lamellaires traités de l'alliage Ti54M comparés à l'AIMS.....	101
Figure 97 : Faciès de rupture à $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ du traitement de l'alliage Ti54M de 1h T $\beta$ +90°C .....	102



Figure 98 : Faciès de rupture à $\Delta K = 20$ MPa $\sqrt{m}$ du traitement de l'alliage Ti54M de 1h T $\beta$ +90°C .....	102
Figure 99 : Faciès de rupture à $\Delta K = 25$ MPa $\sqrt{m}$ du traitement de l'alliage Ti54M de 1h T $\beta$ +90°C .....	102
Figure 100 : Faciès de rupture à $\Delta K = 35$ MPa $\sqrt{m}$ du traitement de l'alliage Ti54M de 1h T $\beta$ +90°C .....	103
Figure 101 : Faciès de rupture à $\Delta K = 45$ MPa $\sqrt{m}$ du traitement de l'alliage Ti54M de 1h T $\beta$ +90°C .....	103
Figure 102 : Courbes de propagation de l'alliage Ti54M comparé à l'alliage TA6V ELI.....	104
Figure 103 : Evolution du facteur U avec $\Delta K$ pour des essais à R = 0,1. ....	105
Figure 104 : Vitesses de propagation en fonction de $\Delta K$ (points pleins) et $\Delta K$ effectif (points ouverts) pour l'alliage TA6V ELI. ....	107
Figure 105 : Vitesses de propagation en fonction de $\Delta K$ (points pleins) et $\Delta K$ effectif (points ouverts) pour l'alliage Ti54M. ....	108
Figure 106 : schéma de propagation cristallographique, de type pseudo-stade I dans 4 colonies. ....	109
Figure 107 : schéma de propagation non cristallographique, de type stade II dans 4 colonies. ....	109
Figure 108 : Surface de rupture d'éprouvette CT, traitement 1h30 à T $\beta$ +25°C. ....	110
Figure 109 : Schéma de principe du dégauchissement des surfaces acquises en topographie 3D. ....	110
Figure 110 : Relief de la surface dégauchie. ....	111
Figure 111 : Zones et profils de mesure de rugosité sur une surface de rupture d'éprouvette CT.....	111
Figure 112 : Variabilité des paramètres Ra, Rz et Rc avant et après transition au cours des mesures. ....	112
Figure 113 : Variation des paramètres Rz et Rc pour les 4 microstructures considérées.....	114
Figure 114 : Vitesses de propagation en fonction de $\Delta K$ (points pleins), $\Delta K$ effectif (points ouverts) et $\Delta K_{effs}$ (croix) pour une microstructure lamellaire et la microstructure bimodale de l'alliage TA6V. ....	115
Figure 115 : Evolution de Kmax et Kmin lors de l'essai à rapport de charge variable. ....	117
Figure 116 : Vitesses de propagation pour différentes valeurs de R, avec K $_{max}$ = 30MPa $\sqrt{m}$ . ....	117
Figure 117 : Vitesse de propagation au rapport de charge R 0,7.....	118
Figure 118 : Comparaison R = 0,1 avec $\Delta K$ effectif et R = 0,7.....	119
Figure 119 : Paramètres R $_c$ et R $_z$ obtenus par mesure de rugosité sur les faciès des essais à R=0,7. ....	120
Figure 120 : courbes de propagations sous vide des microstructures bimodale et lamellaire.....	121
Figure 121 : Comparaison des vitesses de propagation sous vide et sous air. ....	122
Figure 122 : Comparaison des vitesses de propagation par rapport au $\Delta K_{effectif}$ sous vide et sous air. ....	122
Figure 123 : comparaison des niveaux de fermeture sous vide et sous air pour une microstructure bimodale et une microstructure lamellaire. ....	123

Figure 124 : Comparaison des essais à $R = 0,7$ sous vide et sous air.....	124
Figure 125 : Comparaison d'essais sous vide, sous air et avec changement d'environnement.....	125
Figure 126 : Zone plastifiée avant transition.....	127
Figure 127 : Zone plastifiée après transition.....	127
Figure 128 : Cartographie IQ + IPF du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , $R = 0,1$ .....	131
Figure 129 : Cartographie « Local Orientation Spread » du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , $R = 0,1$ . ....	131
Figure 130 : Cartographie IQ + IPF du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , $R = 0,1$ .....	132
Figure 131 : Cartographie « Local Orientation Spread » du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à $\Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , $R = 0,1$ .....	132
Figure 132 : Schéma d'observation des segments cristallographiques courts.....	133
Figure 133 : Cartographie IQ + IPF du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , $R = 0,7$ .....	135
Figure 134 : Cartographie « Local Orientation Spread » du chemin de fissuration à cœur pour la propagation à $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , $R = 0,7$ . ....	135
Figure 135 : Indice de qualité pour la propagation à $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , $R = 0,7$ .....	136
Figure 136 : plan des micros-éprouvettes pour essais in-situ.....	137
Figure 137 : Vue de dessus en coupe de l'éprouvette CT après l'essai interrompu. ....	137
Figure 138 : Forme du front de fissure sur l'éprouvette CT avec propagation à $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ constant. ....	138
Figure 139 : Schéma de la position de la micro-éprouvette dans l'éprouvette CT. ....	138
Figure 140 : Surface fissurée vue de dessus.....	140
Figure 141 : Surface fissurée vue de côté.....	140
Figure 142 : Schéma de la section de la partie utile de la micro éprouvette $\Delta K 20$ .....	141
Figure 143 : Environnement de la pointe de fissure et orientation de la maille cristalline des colonies avoisinantes pour l'éprouvette $\Delta K 20$ .....	142
Figure 144 : traces des plans basals des deux colonies en pointe de fissure.....	142
Figure 145 : traces des plans prismatiques des colonies en pointe de fissure. ....	143
Figure 146 : Propagation par succession de petits segments selon le plan de base ou un des plans prismatiques.....	143
Figure 147 : Micromachine de traction in-situ.....	144

Figure 148 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 0N correspondant à une charge nulle.....	145
Figure 149 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 220N correspondant à $K = 17\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	146
Figure 150 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 290N correspondant à $K = 22,3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	147
Figure 151 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 310N correspondant à $K = 23,9\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	148
Figure 152 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 340N correspondant à $K = 26,2\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	149
Figure 153 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 370N correspondant à $K = 28,5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	150
Figure 154 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 390N correspondant à $K = 30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	151
Figure 155 : Indice de qualité et photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 20 ; 400N correspondant à $K = 31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	152
Figure 156 : systèmes de glissement selon un plan basal activés au cours de l'essai in-situ.....	153
Figure 157 : systèmes de glissement selon un plan basal ou prismatique activés au cours de l'essai in-situ.....	154
Figure 158 : Schéma de la section de la partie utile de la micro éprouvette $\Delta K$ 40.....	155
Figure 159 : Environnement de la pointe de fissure et orientation de la maille cristalline de la colonie pour l'éprouvette $\Delta K$ 40.....	157
Figure 160 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	158
Figure 161 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 17\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	159
Figure 162 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 22\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	160
Figure 163 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 24\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	161
Figure 164 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 26\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	162
Figure 165 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 28\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	162

Figure 166 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 28\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .	163
Figure 167 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .	163
Figure 168 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 (gauche) et $\Delta K$ 20 (droite), à $K = 31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .	164
Figure 169 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 à $K = 38\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .	165
Figure 170 : Photo en électron rétrodiffusés lors de l'essai in-situ $\Delta K$ 40 à $K = 45\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .	166
Figure 171 : Traces du plan basal et des plans pyramidaux au cours de l'essai in-situ $\Delta K$ 40.	167
Figure 172 : Paramètres microstructuraux de la microstructure lamellaire d'alliage de titane.	199
Figure 173 : Prélèvement du barreau de coupons de microstructure.	200
Figure 174 : Prélèvement des ébauches d'éprouvettes CT.	200
Figure 175 : Positionnement des éprouvettes CT dans l'ébauche et de la plaque d'analyse.	201
Figure 176 : Recollement d'image.	203
Figure 177 : Positionnement des images optiques : sur une lamelle issue de l'ébauche d'une éprouvette CT à gauche, sur un coupon de microstructure à droite.	203
Figure 178 : mesure de l'épaisseur de colonies	205
Figure 179 : positionnement des images MEB sur la surface à observer : sur une lamelle issue de l'ébauche d'une éprouvette CT à gauche, sur un coupon de microstructure à droite.	206
Figure 180 : mesure de l'épaisseur de « paquets » de lamelles.	206
Figure 181 : Schéma de l'éprouvette CT avec jauge.	208
Figure 182 : préparation du scotch de jauge.	210
Figure 183 : préparation de la face arrière.	211
Figure 184 : mise en place du scotch de jauge.	211
Figure 185 : collage de la jauge.	212
Figure 186 : retrait du scotch de jauge.	213
Figure 187 : Jauge et cosse avec soudure des fils.	213
Figure 188 : Détermination de la complaisance d'ouverture totale C.	215
Figure 189 : Détermination de complaisance sur chaque segment.	215
Figure 190 : Détermination de la force d'ouverture.	216

## 10 Table des tableaux

Tableau 1 Eléments d'alliages et leurs effets sur l'équilibre relatif des phases [22].	23
Tableau 2 : Influence des conditions de forgeage et traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de l'alliage TA6V à 20°C [36].	32
Tableau 3 : Valeurs de ténacité et exposant de la loi de Paris de l'alliage TA6V à 20°C [38].	33
Tableau 4 : Comparaison des compositions des TA6V et TA6V ELI selon ASTM B348 (grade 5 et 23) [51].	44
Tableau 5 : Propriétés mécaniques et physiques à température ambiante de l'alliage TA6V ELI bimodal [56].	44
Tableau 6 : Comparaison de la composition du TA6V et du Ti54M [57].	45
Tableau 7 : Propriétés mécaniques et physiques à température ambiante de l'alliage Ti54M bimodal [60].	45
Tableau 8: Comparaison des compositions chimiques mesurées des alliages TA6V ELI et Ti54M utilisés.	45
Tableau 9: Paramètres microstructuraux de la coulée 901650C sous forme bimodale après forge.	50
Tableau 10: Paramètres microstructuraux de la coulée 306266C sous forme lamellaire.	51
Tableau 11: Paramètres microstructuraux de la coulée 307553C sous forme bimodale après forge.	52
Tableau 12: Comparaison des paramètres microstructuraux en fonction de la durée de maintien.	75
Tableau 13: Comparaison des paramètres microstructuraux en fonction de la température de maintien pour l'alliage TA6V ELI.	79
Tableau 14: Comparaison des paramètres microstructuraux en fonction de la température de maintien pour l'alliage Ti54M.	80
Tableau 15 : Propriétés statiques du TA6V ELI suite aux différents traitements.	84
Tableau 16 : Résultats des analyses de rugosité pour les 4 microstructures.	113
Tableau 17 : Paramètres géométriques de la micro-éprouvette $\Delta K$ 20.	141
Tableau 18 : Paramètres géométriques de la micro-éprouvette $\Delta K$ 40.	155
Tableau 19 : Equivalence des charges entre les deux essais in-situ.	156
Tableau 20 : charges supplémentaires de l'essai in-situ $\Delta K$ 40.	156

## 11 Bibliographie

- [1] C. BATHIAS et J.-P. BAILON, *La fatigue des matériaux et des structures*, Hermes-Lavoisier. 1997.

- [2] G. HENAFF et F. MOREL, *Fatigue des structures: endurance, critères de dimensionnement, propagation des fissures, rupture*, Ellipses. 2005.
- [3] M. A. Miner, « Cumulative damage in fatigue », *J. Appl. Mech.*, vol. 12, n° 3, p. 159-164, 1945.
- [4] B. Bhattacharya et B. Ellingwood, « Continuum damage mechanics analysis of fatigue crack initiation », *Int. J. Fatigue*, vol. 20, n° 9, p. 631-639, 1998.
- [5] « Les bétons de fibre (3/8) – Mécanismes d'action des fibres dans le béton », *GenieCVL*, 30-mars-2012.
- [6] P. Paris et F. Erdogan, « A Critical Analysis of Crack Propagation Laws », *J. Basic Eng.*, vol. 85, n° 4, p. 528-533, déc. 1963.
- [7] A. Trudel, « Étude expérimentale de la propagation de fissures de fatigue dans la zone affectée thermiquement de joints soudés de roues de turbines hydrauliques », Ecole Polytechnique de Montréal, déc. 2013.
- [8] M. Klesnil et P. Lukáš, « Effect of stress cycle asymmetry on fatigue crack growth », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 9, p. 231-240, 1972.
- [9] A. J. McEvily et T. L. Johnston, « The role of cross-slip in brittle fracture and fatigue », *Int. J. Fract. Mech.*, vol. 3, n° 1, p. 45–74, 1967.
- [10] R. G. Forman et S. R. Mettu, « Behavior of surface and corner cracks subjected to tensile and bending loads in Ti-6Al-4V alloy », 1990.
- [11] J. C. Newman, « A crack opening stress equation for fatigue crack growth », *Int. J. Fract.*, vol. 24, n° 4, p. R131–R135, 1984.
- [12] C. Kaynak, A. Ankara, et T. J. Baker, « Effects of short cracks on fatigue life calculations », *Int. J. Fatigue*, vol. 18, n° 1, p. 25-31, 1996.
- [13] W. Elber, « Fatigue crack closure under cyclic tension », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 2, n° 1, p. 37-45, juill. 1970.
- [14] W. Elber, « The significance of fatigue crack closure, ASTM STP 486 ». American Society for Testing and Materials, 1971.
- [15] S. Suresh et R. O. Ritchie, « A geometric model for fatigue crack closure induced by fracture surface roughness », *Metall. Trans. A*, vol. 13, n° 9, p. 1627-1631, 1982.
- [16] N. WALKER et C. J. BEEVERS, « A fatigue crack closure mechanism in titanium », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 1, n° 1, p. 135–148, 1979.
- [17] L. E. Murr *et al.*, « Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications », *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 2, n° 1, p. 20-32, janv. 2009.
- [18] Y. Combres, « Propriétés du titane et de ses alliages | Techniques de l'Ingénieur », *Technique de l'ingénieur*.

- [19] C. Leppin, H. Shercliff, J. Robson, et J. Humphreys, « Property Charts: Specific Strength ». *AluMatter*.
- [20] K. Le Biavant-Guerrier, « Etude de l'amorçage de fissures de fatigue dans le Ti-6Al-4V », Centrale Paris, 2000.
- [21] W. G. Burgers, « On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium », *Physica*, vol. 1, n° 7, p. 561-586, 1934.
- [22] B. DE GELAS, M. ARMAND, L. SERAPHIN, et R. TRICOT, « M557 Titane et alliages de titane », in *Techniques de l'ingénieur*, 1976.
- [23] J. . Gregory, « Fatigue crack propagation in titanium alloys », in *Handbook of Fatigue Crack Propagation in Metallic Structures*, 1994, p. 281-322.
- [24] R. TRICOT, « Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique », in *Matériaux et Techniques*, 1988, p. 47-64.
- [25] R. Wanhill et S. Barter, *Fatigue of Beta Processed and Beta Heat-treated Titanium Alloys*. Dordrecht: Springer Netherlands, 2012.
- [26] B. Dumanowski, « Simulation de traitements thermomécaniques de l'alliage de titane TA6V dans le domaine biphasé  $\alpha+\beta$  », INP Grenoble, 1997.
- [27] F. BRIDER, « Analyse expérimentale des modes de déformation et d'endommagement par fatigue à 20°C d'alliage de titane. Aspects cristallographiques à différentes échelles. », Université de Poitiers, Poitiers, 2006.
- [28] L. Krüger, N. Grundmann, et P. Trubitz, « Influence of Microstructure and Stress Ratio on Fatigue Crack Growth in a Ti-6-22-22-S alloy », *Mater. Today Proc.*, vol. 2, p. S205-S211, 2015.
- [29] S. Maya-Johnson et D. López, « Effect of the cooling rate in the corrosion behavior of a hot worked Ti-6Al-4V extra-low interstitial alloy », *Mater. Des.*, vol. 58, p. 175-181, juin 2014.
- [30] G. Lütjering, « Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ( $\alpha+\beta$ ) titanium alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, n° 1-2, p. 32-45, 1998.
- [31] J. Delfosse, « Forgeage  $\beta$  du Ti17 Propriétés en fatigue », Centrale Paris, 2005.
- [32] R. J. H. Wanhill, « Microstructural influences on fatigue and fracture resistance in high strength structural materials », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 10, n° 2, p. 337-357, 1978.
- [33] P. E. Irving et C. J. Beevers, « Microstructural influences on fatigue crack growth in Ti-6Al-4V », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 14, n° 3, p. 229-238, 1974.
- [34] B. Hadj Sassi et P. Lehr, « Ténacité et résistance à la propagation des fissures de fatigue de l'alliage de titane TA6V », *J. Common Met.*, vol. 56, n° 2, p. 157-165, déc. 1977.
- [35] R. K. Nalla, B. L. Boyce, J. P. Campbell, J. O. Peters, et R. O. Ritchie, « Influence of microstructure on high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V: bimodal vs. lamellar structures », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33, n° 13, p. 899-918, 2002.

- [36] R. K. Nalla, J. P. Campbell, et R. O. Ritchie, « Mixed-mode, high-cycle fatigue-crack growth thresholds in Ti-6Al-4V: Role of small cracks », *Int. J. Fatigue*, vol. 24, n° 10, p. 1047-1062, 2002.
- [37] R. K. Nalla, J. P. Campbell, et R. O. Ritchie, « Effects of microstructure on mixed-mode, high-cycle fatigue crack-growth thresholds in Ti-6Al-4V alloy », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 25, n° 6, p. 587-606, 2002.
- [38] J. . Laziou, « Influence de la structure sur les propriétés mécaniques, la ténacité et la tenue à la fatigue de l'alliage de titane TA6V », *J. Common Met.*, vol. 46, p. 229-249, 1976.
- [39] K. F. Walker et J. C. Newman, « Improved test method and analytical modelling for fatigue crack growth in coarse-grain titanium alloy with rough fatigue surfaces: CRACK GROWTH IN COARSE-GRAIN TITANIUM ALLOY », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 37, n° 6, p. 659-670, juin 2014.
- [40] « ASTM-E647-05\_Standard\_Test\_Method\_for\_Measurement\_of\_Fatigue\_Crack\_Growth\_Rates.pdf ».
- [41] G. Lütjering et L. Wagner, « Influence of texture on fatigue properties of titanium alloys », *Dir. Prop. Mater.*, 1988.
- [42] J. Qiu *et al.*, « Fatigue crack growth behavior of beta-annealed Ti-6Al-2Sn-4Zr-xMo (x=2, 4 and 6) alloys: Influence of microstructure and stress ratio », *Int. J. Fatigue*, vol. 83, p. 150-160, févr. 2016.
- [43] G. R. Yoder, L. A. Cooley, et T. W. Crooker, « Quantitative analysis of microstructural effects on fatigue crack growth in widmanstätten Ti-6Al-4V and Ti-8Al-1Mo-1V », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 11, n° 4, p. 805-816, 1979.
- [44] D. Eylon, « Faceted fracture in beta annealed titanium alloys », *Metall. Trans. A*, vol. 10, n° 3, p. 311-317, 1979.
- [45] K. Walker, C. H. Wang, et J. C. Newman Junior, « Fatigue Crack Closure due to Surface Roughness and Plastic Deformation », *Adv. Mater. Res.*, vol. 891-892, p. 319-324, mars 2014.
- [46] G. R. Yoder, L. A. Cooley, et T. W. Crooker, « Fatigue Crack Propagation Resistance of Beta-Annealed Ti-6Al-4V Alloys of differing interstitial oxygen contents », *Metall. Trans. A*, vol. 9A, p. 1413-1420, 1978.
- [47] V. Sinha, C. Mercer, et W. O. Soboyejo, « An investigation of short and long fatigue crack growth behavior of Ti-6Al-4V », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 287, n° 1, p. 30-42, 2000.
- [48] Y. Ono, T. Yuri, T. Ogata, S. Matsuoka, et H. Sunakawa, « Effect of stress ratio on high-cycle fatigue properties of Ti-6Al-4V ELI alloy forging at low temperature », 2014, p. 23-26.
- [49] B. L. Boyce et R. O. Ritchie, « Effect of load ratio and maximum stress intensity on the fatigue threshold in Ti-6Al-4V », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 68, n° 2, p. 129-147, févr. 2001.
- [50] J. Petit, W. Berata, et B. Bouchet, « Fatigue crack growth behaviour of Ti-6Al-4V at elevated temperature in high vacuum », *Scr. Metall. Mater.*, vol. 26, n° 12, p. 1889-1894, 1992.
- [51] ASTM international, « ASTM B348-13, Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Bars and Billets », West Conshohocken, PA, 2013.
- [52] ARCAM, « Ti6Al4V ELI Titanium Alloy ».



- [53] Y.-S. Lee, M. Niinomi, M. Nakai, K. Narita, et K. Cho, « Predominant factor determining wear properties of  $\beta$ -type and ( $\alpha$ + $\beta$ )-type titanium alloys in metal-to-metal contact for biomedical applications », *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 41, p. 208-220, 2015.
- [54] S. J. Li *et al.*, « Influence of cell shape on mechanical properties of Ti-6Al-4V meshes fabricated by electron beam melting method », *Acta Biomater.*, vol. 10, n° 10, p. 4537-4547, 2014.
- [55] G. LAURENT, G. CAILLETAUD, et L. REMY, « Mechanical behaviour and failure criterion of Ti-6Al-4V alloy at room and cryogenic temperature », in *Advances in Fracture Research*, B. Karihaloo, Y.-W. Mai, M. Ripley, et R. Ritchie, Éd. Oxford: Pergamon, 1997, p. 243-250.
- [56] Aubert & Duval, « Alliage de titane TA6V ELI.pdf ». .
- [57] M. Armendia, A. Garay, L.-M. Iriarte, et P.-J. Arrazola, « Comparison of the machinabilities of Ti6Al4V and TIMETAL® 54M using uncoated WC-Co tools », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 210, n° 2, p. 197-203, 2010.
- [58] N. Khanna, A. Garay, L. M. Iriarte, D. Soler, K. S. Sangwan, et P. J. Arrazola, « Effect of heat Treatment Conditions on the Machinability of Ti64 and Ti54 M Alloys », *Procedia CIRP*, vol. 1, p. 477-482, 2012.
- [59] N. Khanna et J. P. Davim, « Design-of-experiments application in machining titanium alloys for aerospace structural components », *Measurement*, vol. 61, p. 280-290, 2015.
- [60] B. Tranchant, C. Larignon, et S. Pérusin, « Recherche d'une alternative au TA6V-Relation entre microstructures et propriétés de deux alliages de titane  $\alpha\beta$  », in *CFM 2017 (23ème Congrès Français de Mécanique)*, 2017, p. 0.
- [61] ASTM international, « ASTM E112-12 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size ». .
- [62] M. Kikukawa, M. Jono, et S. Mikami, « Fatigue Crack Propagation and Crack Closure Behavior Under Stationary and Varying Loadings(Test Results of Aluminum Alloy) », *J Soc Mater Sci Jpn*, vol. 31, n° 344, p. 483-487, 1982.
- [63] K. Vor, « Etude expérimentale et modélisation numérique de la fermeture de fissures longues et courtes dans un acier inoxydable 304L », ENSMA, 2009.
- [64] B. Tranchand, « Characterization of Ti575 and Ti54M titanium alloys », IRT Saint Exupéry, 2016.
- [65] G. Lütjering, « Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ( $\alpha$ +  $\beta$ ) titanium alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, n° 1, p. 32-45, 1998.
- [66] P. E. Carrion, N. Shamsaei, S. R. Daniewicz, et R. D. Moser, « Fatigue behavior of Ti-6Al-4V ELI including mean stress effects », *Int. J. Fatigue*, vol. 99, p. 87-100, juin 2017.
- [67] TIMET, « TIMET TIMETAL® 64 ELI Titanium Alloy (Ti6Al4V ELI; ASTM Grade 23) ». .
- [68] B. Tranchand, « TEST REPORT: CHARACTERIZATION OF TA6V ELI TITANIUM ALLOY », IRT Saint Exupéry, Toulouse, nov. 2016.
- [69] AIRBUS S.A.S., « AIMS03-20-001 issue 2 ». 2010.

- [70] S. Suresh, « Crack deflection: Implications for the growth of long and short fatigue cracks », *Metall. Trans. A*, vol. 14, n° 11, p. 2375-2385, nov. 1983.
- [71] A. L. Pilchak, « Fatigue crack growth rates in alpha titanium: Faceted vs. striation growth », *Scr. Mater.*, vol. 68, n° 5, p. 277-280, mars 2013.
- [72] K. S. Ravichandran et E. S. Dwarakadasa, « Fatigue Crack Growth Transition In Ti-6Al-4V Alloy », *Scr. Metall.*, vol. 23, p. 1685-1690, 1989.
- [73] P. E. Irving et C. J. Beevers, « The effect of air and vacuum environments on fatigue crack growth rates in Ti-6Al-4V », *Metall. Trans.*, vol. 5, n° 2, p. 391-398, févr. 1974.
- [74] M. Sugano, S. Kanno, et T. Satake, « Fatigue behavior of titanium in vacuum », *Acta Metall.*, vol. 37, n° 7, p. 1811-1820, juill. 1989.
- [75] T. Takeda, Y. Shindo, et F. Narita, « Vacuum crack growth behavior of austenitic stainless steel under fatigue loading », *Strength Mater.*, vol. 43, n° 5, p. 532-536, sept. 2011.
- [76] R. . Cooke, P. . Irving, G. . Booth, et C. . Beevers, « The slow fatigue crack growth and threshold behaviour of a medium carbon alloy steel in air and vacuum », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 7, n° 1, p. 69-77, mars 1975.
- [77] A. T. Stewart, « The influence of environment and stress ratio on fatigue crack growth at near threshold stress intensities in low-alloy steels », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 13, n° 3, p. 463-478, janv. 1980.
- [78] B. R. Kirby et C. J. Beevers, « SLOW FATIGUE CRACK GROWTH AND THRESHOLD BEHAVIOUR IN AIR AND VACUUM OF COMMERCIAL ALUMINIUM ALLOYS », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 1, n° 2, p. 203-215, mars 1979.
- [79] T. L. Anderson, *Fracture Mechanics, Fundamentals and Applications, second edition*, CRC Press. 2005.

## 12 Annexes

### 12.1 Certificats matières



**TIMET SAVOIE**  
62 avenue Paul Girard, 73400 UGINE FRANCE  
Telephone 33-4-79-89-73-00, Fax 33-4-79-37-57-24

Déclaration de Conformité et Procès Verbal de Recette

Page 1 de 2

**N° de certificat**  
305735C-AP  
**Coulée**  
305735C

**Client**  
Aubert & Duval (P)  
**Nuance**  
TIMETAL®6-4 ELI

**Commande client:**  
PA07508  
**Description du produit**  
Ø 180 mm

#### Spécifications

Le produit livré est conforme aux exigences du contrat et aux spécifications suivantes:  
ABM 8-4062 2; ETTC 2 2; ETTC 3 Autumn 1981; IGC 04.25.118 6/84; MIL-STD-2154 Org; AMS 4931 B  
AMS-STD-2154 Org (Reaffirmed SEP 2005); BMS 7-269 G; P MPM 023 C05; DQG 06-01 F F02  
STM T0600A C00; AMS 6932 Org; TE 6003 FO 3; TE 1293 FO 4; AMS 2631 B (2007)

#### Etat de livraison

Chaque billette: forgée, usinée, décapée.  
Poids Net = 4120 kg  
Nombre de produit = 8  
No de lot de production: 10388434

#### Analyses chimiques lingot (%)

	Fe	V	Al	C	O	N	Y
Min Lim		3.50	5.50				
Max Lim	0.2500	4.50	6.30	0.0800	0.1200	0.0300	0.0050
Bot	0.1272	3.85	6.25	0.0090	0.1040	0.0048	<0.0010
Top	0.1703	3.95	6.14	0.0108	0.1060	0.0057	<0.0010

AUTRES ELEMENTS: Chaque  $\leq$  0.10% - Total  $\leq$  0.30%  
H billette garanti  $<$  0.0060%

#### Propriétés physiques

Macrostructure selon ETTC 3. Attaque acide.

	Macro Maer	Etat métallurgique du prélèvement
Min Lim	10	
Max Lim	50	
LOT	30	Etat de Livraison

STM: T0600 A / C00  
Réception métal  
BPF le: 9/05/07  
ADP  
AQS

Microstructure selon ETTC2 - Sens long - BRC

	Micro L Micr	Etat métallurgique du prélèvement
Min Lim		
Max Lim		
LOT	C1-C4	Etat de Livraison



N° 140334

Ce certificat ne peut être reproduit, sauf entièrement, sans l'approbation écrite de TIMET.

Selon NF EN 10204-3.1 (01/05) et NF L00-15C



N° 183701



AS7114: Non Destructive Testing  
AS7108: Chemical processing

First in Titanium Worldwide

**TIMET SAVOIE**62 avenue Paul Girod, 73400 Ugine FRANCE  
Telephone 33-4-79-89-73-00, Fax 33-4-79-37-57-24

Déclaration de Conformité et Procès Verbal de Recette

Page 2 de 2

**N° de certificat**  
305735C-AP  
**Coulée**  
305735C**Client**  
Aubert & Duval (P)  
**Nuance**  
TIMETAL®6-4 ELI**Commande client:**  
PA07508  
**Description du produit**  
Ø 180 mm**Spécifications**Le produit livré est conforme aux exigences du contrat et aux spécifications suivantes:  
ABM 8-4062 2; ETTC 2 2; ETTC 3 Autumn 1981; IGC 04.25.118 6/84; MIL-STD-2154 Org; AMS 4931 B  
AMS-STD-2154 Org (Reaffirmed SEP 2005); BMS 7-269 G; P MPM 023 C05; DQG 06-01 F F02  
STM T0600A C00; AMS 6932 Org; TE 6003 FO 3; TE 1293 FO 4; AMS 2631 B (2007)**Conformités**

- 1 Métal capable des normes et spécifications autres qu' A&D et TIMET Savoie.
- 2 N° d'approbation BAe SYSTEMS: BAe/AG/30320/AERO.
- 3 N° d'approbation AIRBUS UK: AUK/SA/30286.
- 4 Elaboreur de la fusion: CEZUS
- 5 Essai de Traction à l'ambiante: Garanti conforme.
- 6 Essai de Ténacité: Garanti conforme.
- 7 CONTROLE ULTRASONORE CONFORME A:
- 8 - Méthode par immersion.
- 9 - AMS 2631 cl.A1.
- 10 - AMS STD 2154 cl.AA.
- 11 - IGC 04.25.118 cl.AA.
- 12 - MIL STD 2154 cl.AA.
- 13 - TE 6003FO.
- 14 Bon de livraison: 80304454

Résultats contrôlés par le Service Qualité TIMET Savoie  
Commande 211861 Poste 10  
Date: 27- AVR-2007  
Heure: 08:44:20  
v.1

Certificat approuvé par



N° 140334

Ce certificat ne peut être reproduit, sauf entièrement, sans l'approbation écrite de TIMET.  
Selon NF EN 10204-3.1 (01/05) et NF L00-15C

N° 183701

AST114: Non Destructive Testing  
AS7108: Chemical processing*First in Titanium Worldwide*



**TIMET SAVOIE**

**Déclaration de Conformité et Procès Verbal de Recette**

62 avenue Paul Girod, 73400 Ugine FRANCE  
Telephone 33-4-79-89-73, Fax 33-4-79-37-57-24

Page 1 de 3

**N° de certificat**  
10455668/306266C-AP  
06-JUN-2008 08:22:33 GMT

**Commande client**  
PA08499

**Adresse de facturation**  
Aubert & Duval (P)  
75 Bd de la Libération, Pamiers Cedex,  
09100

**Coulée**  
306266C

**Nuance**  
TIMETAL@6-4 ELI

**Adresse de livraison**  
Aubert & Duval (P)  
75 Bd de la Libération, Pamiers Cedex,  
09100

**Description du produit**  
Ø 180 mm +/-3.17

**Etat de livraison**  
Chaque billette: forgée, usinée, décapée.

**Poids net**  
4002

**Unité**  
kg

**Nombre de produits**  
8

**Spécifications**

Le produit livré est conforme aux exigences du contrat et aux spécifications suivantes:

ABM 8-4062 2	DQG 06-01 F F02
AMS 2631 B (2007)	ETTC 2 2
AMS 4931 C	ETTC 3 Autumn 1981
AMS 6932 Org	MIL-STD-2154 Org
AMS-STD-2154 Org (2005)	P MPM 023 Rev C06
BAEM 4039 1	STM T0600A Rev D00
BMS 7-269 G	

**Recette**

- Métal capable des normes et spécifications autres qu' A&D et TIMET Savoie.
- Fiche de fabrication déposée: TE 1293FO rev.5 - Fiche de contrôle déposée: TE 6003FO rev.4..

**Type de fusion**  
2-VAR

**Elaborateur de la fusion**  
TIMET Savoie CEZUS

**Conformités**

- Essai de Traction à l'ambiante: Garanti conforme.
- Essai de Ténacité: Garanti conforme.

70600 Al D00  
**Réception métal**  
 BPF le : 16/06/08



N° 140334

Ce certificat ne peut être reproduit, sauf entièrement, sans l'approbation écrite de TIMET.

Selon NF EN 10204-3.1 (01/05) et NF L00-15C



N° 183701



AST114: Non Destructive Testing  
AST108: Chemical processing

*First in Titanium Worldwide*

N° de certificat  
10455668/306266C-AP  
06-JUN-2008 08:22:33 GMTCommande client  
PA08499Adresse de facturation  
Aubert & Duval (P)  
75 Bd de la Libération, Pamiers Cedex,  
09100**Analyses chimiques lingot**  
(%)

Sauf indication contraire, Analyses chimiques lingot réalisés à TIMET Savoie CEZUS, 62 avenue Paul Girod, UGINE, 73400, FR

Echantillon	Fe	V	Al	C	O	N	Y
Min Lim	-	3.50	5.50	-	-	-	-
Max Lim	0.25	4.50	6.30	0.08	0.1200	0.0300	0.0050
Bot	0.15	3.89	6.16	0.01	0.1107	0.0042	<0.0010
Top	0.16	3.88	6.06	0.01	0.1105	0.0052	<0.0010

**Conformités chimiques**

- AUTRES ELEMENTS: Chaque  $\leq$  0.10% - Total  $\leq$  0.30%
- H billette garanti  $<$  0.0030%

**Propriétés métallographiques**

Sauf indication contraire, essais réalisés à TIMET Savoie, 62 avenue Paul Girod, UGINE, 73400, FR

Macrostructure selon ETTC 3. Attaque acide.

Echantillon	Macro	Traitement thermique
Min Lim	10	
Max Lim	50	
LOT	10-20	Etat de Livraison

Microstructure selon ETTC2 - Sens long - BRC

Echantillon	Micro L PRD Micr	Micro L OCC Micr	Traitement thermique
Min Lim	-	-	
Max Lim	-	-	
LOT	C3	C7	Etat de Livraison

Transus bêta calculé

Echantillon	T oC	P / B oC	Traitement thermique
Min Lim	-	-	
Max Lim	-	-	
LOT	978	980	Etat de Livraison

**Conformités métallographiques**

- CONTROLE ULTRASONORE CONFORME A:
- Méthode par immersion.
- AMS 2631 cl.A1.
- AMS STD 2154 cl.AA.
- MIL STD 2154 cl.AA.
- TE 6003FO.



N° 140334

Ce certificat ne peut être reproduit, sauf entièrement, sans l'approbation écrite de TIMET.

Selon NF EN 10204-3.1 (01/05) et NF L00-15C



N° 183701

AS7114: Non Destructive Testing  
AS7108: Chemical processing*First in Titanium Worldwide*

**TIMET SAVOIE****Déclaration de Conformité et Procès Verbal de Recette**

62 avenue Paul Girôd, 73400 Ugine FRANCE  
Telephone 33-4-79-89-73, Fax 33-4-79-37-57-24

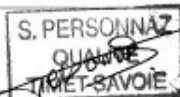
Page 3 de 3

**N° de certificat**  
10455668/306266C-AP  
06-JUN-2008 08:22:33 GMT

**Commande client**  
PA08499

**Adresse de facturation**  
Aubert & Duval (P)  
75 Bd de la Libération, Pamiers Cedex,  
09100

Résultats contrôlés par le Service Qualité TIMET Savoie  
Commande 236157 Poste 10  
v.1



Certificat approuvé par



N° 140334

Ce certificat ne peut être reproduit, sauf entièrement, sans l'approbation écrite de TIMET.

Selon NF EN 10204-3.1 (01/05) et NF L00-15C



N° 183701

AS7114: Non Destructive Testing  
AS7108: Chemical processing*First in Titanium Worldwide*



**N° de certificat**  
11059325/901650C-IRT  
21- AVR-2016 10:08:22 GMT

**Commande client**  
201600628

**Adresse de facturation**  
IRT AESE SAINT EXUPERY  
118 route de Narbonne - CS 44248, TOULOUSE Cedex 4,  
31432

**Coulée**  
901650C

**Nuance**  
TIMETAL®6-4 ELI

**Adresse de livraison**  
ISAE-ENSMA-INSTITUT PI  
Professeur Gilbert HENAFF - 1 avenue Clément ADER -  
BP40109 - 86961 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL

**Description du produit**

Ø 180 mm +/-3.17

**Etat de livraison**

Chaque billette: forgée, usinée, découpée.

Poids net	Nombre
111.9 kg	1

**Spécifications**

Nous déclarons que la fourniture citée est conforme aux exigences du contrat et que, après vérifications et essais, elle répond en tout point, aux exigences spécifiées, aux normes et règlements applicables, sauf exceptions, réserves ou dérogations énumérées dans la présente déclaration de conformité.

AMS 2380 F (2013) Macrostructure seulement.

AMS 2631 D

AMS 6932 B

AMS-STD-2154 A

**Type de fusion**

2-VAR

**Date de fusion**

04-FEV-2016

**Pays d'origine**

FR

**Elaborateur de la fusion**

TIMET Savoie CEZUS

**Analyses chimiques produit**

(%)

Sauf indication contraire, Analyses chimiques produit réalisé(e)s à TIMET Savoie CEZUS, 62 avenue Paul Girod, UGINE, 73400, FR.

	Al	B	C	Fe	N	O	V	Y
<b>ID Echant</b>								
<b>Min Lim</b>	5.50	-	-	-	-	-	3.50	-
<b>Max Lim</b>	6.50	0.1000	0.080	0.25	0.0500	0.1300	4.50	0.0050
<b>0</b>	6.24	<0.0010	0.015	0.16	0.0023	0.1241	3.97	<0.0010

**Conformités chimiques**

- 0 = PIED
- AUTRES ELEMENTS: Chaque <= 0.10% - Total <= 0.30%
- H billette garanti < 0.0030%
- Balance = Titanium

This test report shall not be reproduced except in full, without the written approval of TIMET. According to NF EN 10204-3.1 (01/05) and NF L00-15C

*First in Titanium Worldwide*



**N° de certificat**11059325/901650C-IRT  
21-AYR-2016 10:08:22 GMT**Commande client**

201600628

**Adresse de facturation**IRT AESE SAINT EXUPERY  
118 route de Narbonne - CS 44248, TOULOUSE Cedex 4,  
31432**Caractéristiques mécaniques**

Sauf indication contraire, essais réalisé(e)s à AZM, ZA du Parc, Secteur Gampille, FRAISSES, 42490, FR

Traction à 20°C sens travers

Test Condition: Etat de livraison

	<b>Rm</b>	<b>Rp0.2%</b>	<b>Z</b>
<b>Sample ID</b>	<b>MPa</b>	<b>MPa</b>	<b>%</b>
<i>Min Lim</i>	861	793	20.0
<i>Max Lim</i>	-	-	-
TBT	883	821	34.0

**Propriétés métallographiques**

Sauf indication contraire, essais réalisé(e)s à TIMET Savoie, 62 avenue Paul Girod, UGINE, 73400, FR

Macrostructure selon AMS 2380. Attaque acide

Test Condition: Etat de livraison

	<b>Macro</b>
<b>ID Echant</b>	<b>Macr</b>
<i>Min Lim</i>	-
<i>Max Lim</i>	-
LOT	20

**Conformités métallographiques**

1. CONTROLE ULTRASONORE CONFORME A:
2. - Méthode par immersion.
3. - AMS 2631 c.I.A.I.
4. - AMS STD 2154 c.I.A.A.

Results are from TIMET Quality Control Records on file  
Sales Order # 470549 Item # 10  
v.1

Certificat approuvé par

*This test report shall not be reproduced except in full, without the written approval of TIMET. According to NF EN 10204-3.1 (01/05) and NF L00-15C*

*First in Titanium Worldwide*



TIMET SAVOIE

Statement of conformity and Acceptance testing report

62 avenue Paul Girod, 73400 UGINE FRANCE  
Telephone 33-4-79-89-73, Fax 33-4-79-37-57-24

Page 1 of 2

**CERT ID**  
10656123/307553C  
29-NOV-2011 10:05:14 GMT

**PURCHASE ORDER**  
-

**SOLD TO CUSTOMER**  
IRT Toulouse

**HEAT NUMBER**  
307553C

**GRADE**  
TIMETAL®54M

**SHIP TO ADDRESS**  
Aubert et Duval  
75 Bd de la libération  
09102 PAMIER

**PRODUCT DESCRIPTION**  
Ø 254.9 to 255.9 mm

**DELIVERY CONDITION**  
Each billet: forged, annealed, machined, pickled.

**Weight Despatched**  
230

**Weight Uom**  
kg

**Count Despatched**  
1

**Melt Method**  
2-VAR

**Melt Location**  
TIMET Savoie CEZUS

**Ingot Chemical Analysis**  
(Weight percent)

Unless otherwise noted, Ingot Chemical Analysis performed at TIMET Savoie CEZUS, 62 avenue Paul Girod, UGINE, 73400, FR

Sample ID	Mo	Fe	V	Al	C	O	N	B	Y
Bot	0.78	0.45	3.99	5.18	0.006	0.16	0.003	<0.001	<0.001
Top	0.75	0.48	3.86	5.04	0.007	0.18	0.006	<0.001	<0.001

**Chemistry Statements**

- H billet guaranteed < 0.0060%
- RESIDUAL ELEMENTS: Each <= 0.10% - Total <= 0.40%

**Mechanical Properties**

Unless otherwise noted, testing performed at TIMET Savoie, 62 avenue Paul Girod, UGINE, 73400, FR

Tensile test at 20°C transverse  
Test Condition: AS SUPPLIED

Sample ID	U.T.S. MPa	0.2%YS MPa	5DEL %	Z %
LOT	964	860	13.7	32.5



N° 140334

This test report shall not be reproduced except in full, without the written approval of TIMET.

According to NF EN 10204-3.1 (01/05) and NF L00-15C



N° 183701



AS7114: Non Destructive Testing  
AS710B: Chemical processing

First in Titanium Worldwide



TIMET SAVOIE

Statement of conformity and Acceptance testing report

62 avenue Paul Girod, 73400 UGINE FRANCE  
Telephone 33-4-79-89-73, Fax 33-4-79-37-57-24

Page 2 of 2

**CERT ID**  
10656123/307553C  
29-NOV-2011 10:05:14 GMT

**PURCHASE ORDER**

**SOLD TO CUSTOMER**  
IRT Toulouse

**Metallurgical Properties**

Unless otherwise noted, testing performed at TIMET Savoie, 62 avenue Paul Girod, UGINE, 73400, FR.

Macrostructure according to ETTC 3. Acid immersion etching.  
Test Condition: AS SUPPLIED

<b>Sample ID</b>	<b>Macro</b>
	<b>Macr</b>
<b>LOT</b>	40

Microstructure according to ETTC2 - Transversal - ERC  
Test Condition: AS SUPPLIED

<b>Sample ID</b>	<b>Micro T</b>	<b>Micro T</b>
	<b>PRD</b>	<b>OCC</b>
	<b>Micr</b>	<b>Micr</b>
<b>LOT</b>	B3	-

**Metallurgical Statements**

1. ULTRASONIC INSPECTION MEETS REQUIREMENTS OF:
2. - Immersion method.
3. - AMS 2628.
4. - AMS 2631 c.l.a.l.

Results are from TIMET Quality Control Records on file

Certificate approved by



N° 140334

This test report shall not be reproduced except in full, without the written approval of TIMET.

According to NF EN 10204-3.1 (01/05) and NF L00-L5C



N° 183701



AS7114: Non Destructive Testing  
AS7108: Chemical processing

*First in Titanium Worldwide*

## Taches réalisées

AUBERT&DUVAL  


Sur demi produit – TA6V ELI Ø180mm – coulée 306266C  
– transus bêta 980°C

➤ Lot 1 (H008-1)

tranche Ø180mm/h128mm livrée à l'état demi produit  $\alpha\beta$

➤ Lot 2 (H008-2)

Tranche de Ø180mm/h143mm traitée bêta +25°C 1h30 de maintien  
métallurgique à cœur + 730°C 1h refroidissement air



TITLE OF THE PRESENTATION

2 16 mars 2016

a member of  
ERAMET

## Demande supplémentaire traitée en juin 2017: AUBERT&DUVAL



recuit  $\beta$  suivi d'un refroidissement air en condition industrielle

- Débit de la chute de  $\text{Ø}255\text{mm}$  et de longueur  $586\text{mm}$
- **Lot 5** : débit d'une section de  $255\text{mm}$  pour traitement en four industriel
  - Recuit  $\beta$ , 1h de temps métallurgique à cœur puis refroidissement air calme
  - Revenu 730, 1h de temps métallurgique à cœur puis refroidissement air calme  
=> repère M004-L1-Ti54M-5
- **Lot 6** : reste de la barre, soit environ  $326\text{mm}$ , expédiée à l'état  $\alpha\beta$ .  
=> repère M004-L1-Ti54M-6



TITLE OF THE PRESENTATION

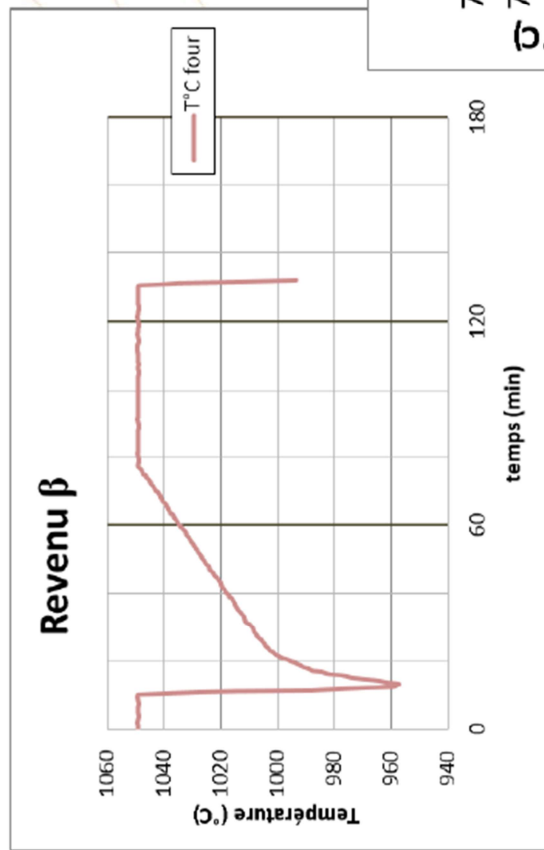
40 15 septembre 2017



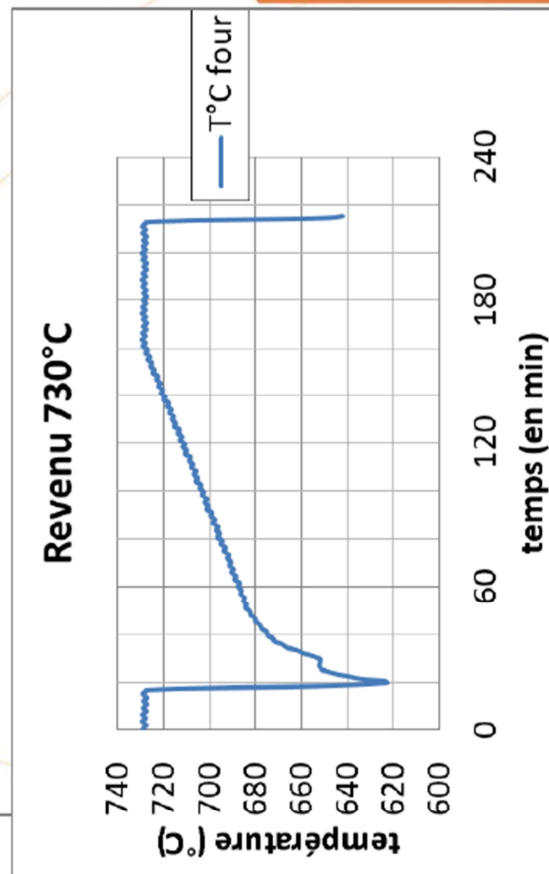


## Courbes d'enregistrement des fours de traitements thermiques

➤ Recuit  $\beta$  1050°C 1h ; four A05 lot 4433



Revenu 730°C 1h ; four R10 lot 3953



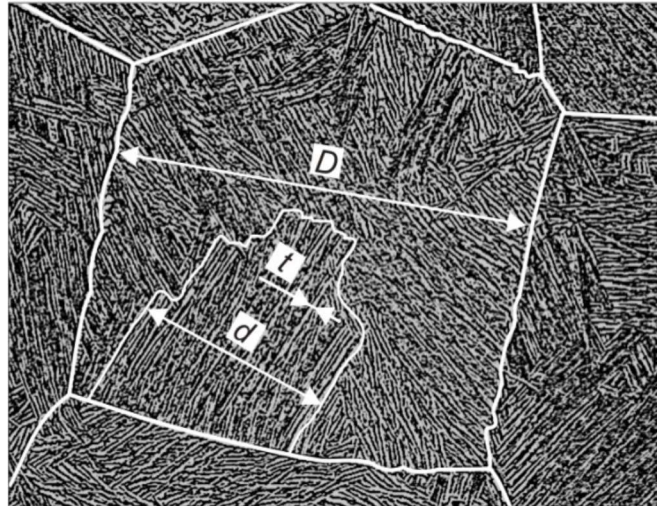
**Revenu :**  
Rampe de montée de 2h entre 680°C et 730°C.  
Début du maintien quand le four atteint la température cible -10°C.

## 12.4 Méthode d'analyse de microstructure

### 12.4.1 Introduction

Le but de ce paragraphe est de proposer une méthode d'analyse de microstructure pour les alliages de titane présentant une microstructure lamellaire. Cette méthode a été utilisée pour l'analyse des microstructures présentes dans cette étude.

Ce type de microstructure peut être caractérisé par 3 paramètres microstructuraux, présentés sur la [Figure 172](#) suivante. Ces paramètres sont les ex-grains  $\beta$  (notés « D » sur la [Figure 172](#)), les colonies (notées « d ») et les lamelles (notées « t »).



**Figure 172 : Paramètres microstructuraux de la microstructure lamellaire d'alliage de titane.**

Afin de pouvoir comparer différents alliages de titane présentant cette microstructure, il est important de suivre une unique méthode de caractérisation de ces différents paramètres.

Pour l'analyse de taille d'ex-grains  $\beta$ , la norme ASTM E112, destiné à la détermination de taille de grains dans les matériaux métalliques peut être utilisée. Néanmoins, cette norme ne peut pas s'appliquer à la caractérisation des colonies et des lamelles, pour lesquelles aucune méthode de mesure ne se démarque.

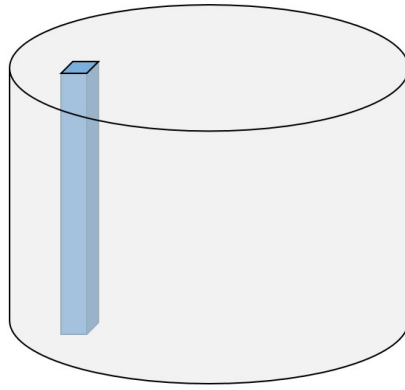
Ainsi, cette méthodologie est proposée afin de caractériser ces trois paramètres microstructuraux, à l'aide de moyens de préparation et d'observations classiques : la microscopie optique pour les ex-grains  $\beta$  et les colonies et la microscopie électronique à balayage pour les lamelles.

### 12.4.2 Préparation des échantillons

#### (a) Prélèvement

La présente méthodologie a été appliquée à 2 types d'éléments.

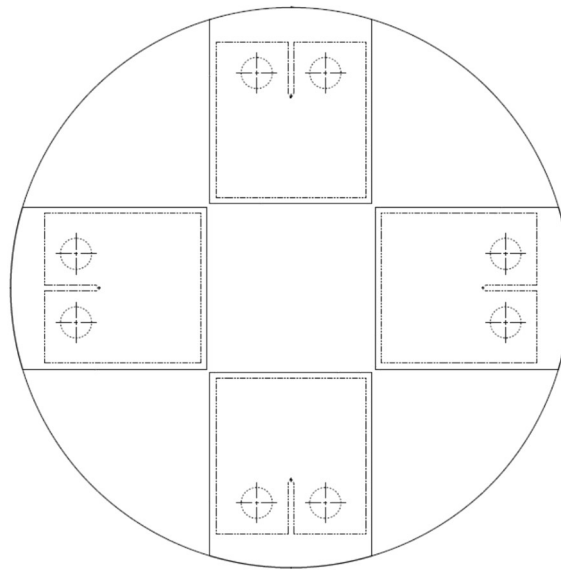
Le premier type d'éléments est un coupon destiné à l'analyse de microstructures généré par traitements thermiques. Ces coupons, de dimensions 22\*22\*8mm proviennent d'un barreau de 22\*22\*140mm prélevé à mi-rayon d'une billette. Le prélèvement est fait de façon à obtenir la face utile des coupons dans le plan C-R de la billette, comme représenté sur la [Figure 173](#).



**Figure 173 : Prélèvement du barreau de coupons de microstructure.**

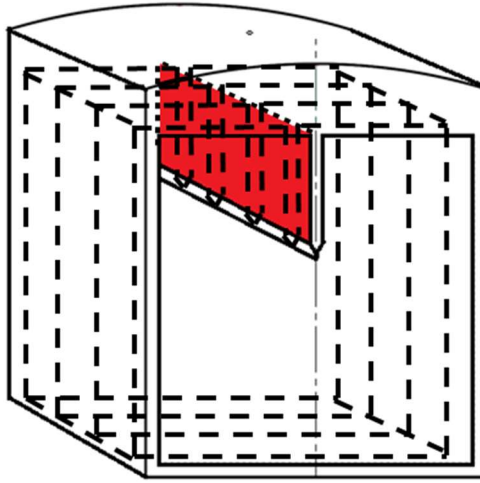
Le barreau ainsi obtenu est découpé dans son sens travers afin d'obtenir les coupons de microstructure pour réaliser les traitements thermiques.

Le 2<sup>e</sup> type d'élément analysé est une plaque provenant d'ébauche d'éprouvette CT. Les ébauches sont prélevées de sorte à ce que la partie utile des éprouvettes obtenues soit située à mi-rayon de la billette. Quatre ébauches peuvent être prélevées dans le plans C-R comme illustré sur la [Figure 174](#). Elles sont orientées et dimensionnées afin de permettre le prélèvement de 3 éprouvettes CT40 B10, d'orientation C-R, dans l'épaisseur chaque ébauche comme présenté dans la [Figure 175](#).



**Figure 174 : Prélèvement des ébauches d'éprouvettes CT.**





**Figure 175 : Positionnement des éprouvettes CT dans l'ébauche et de la plaque d'analyse.**

Afin de permettre une analyse de la microstructure issue du traitement thermique sur ces ébauches, la lamelle prélevée correspond à l'entaille des éprouvettes CT, colorisé en rouge sur le schéma de la [Figure 175](#). Cette lamelle présente l'avantage de permettre d'obtenir une surface d'analyse importante et éloignée des surfaces libres de l'ébauche, donc plus représentative de la microstructure à cœur, dans le plan L-R.

#### **(b) Polissage**

Pour permettre les observations, toutes les surfaces à analyser sont polies. Le polissage débute au papier SIC 80 afin de retirer les traces d'électroérosion ou de découpe.

Afin de faciliter les observations, il peut être utile de s'assurer d'un bon parallélisme entre la face observée et la face opposée. Pour cela, la face opposée à la face d'observation est polie jusqu'au papier 320 (successivement SIC 80, 180 puis 320) pour s'assurer de sa bonne planéité de cette face. Cette face est ensuite collée à un support destiné à conserver le parallélisme entre les deux faces opposées lors du polissage de la face à observer.

Le polissage se poursuit ensuite sur la face à observer jusqu'au papier SIC 4000 (successivement SIC 80, 180, 320, 500, 1000, 2000 puis 4000), avec un rinçage à l'eau entre chaque papier. A chaque changement de grammage de papier, le sens de polissage est modifié de 90° afin de pouvoir s'assurer facilement de la suppression des rayures du papier précédent.

Après le polissage au papier 4000, l'éprouvette est nettoyée aux ultrasons dans un bain d'éthanol.

La face à observer est ensuite polie à l'aide d'une suspension diamantée « diapro 9µm » sur un disque « MD Largo », tout en continuant d'utiliser le support permettant de conserver le parallélisme entre les deux faces. Cette étape de polissage est aussi suivie d'un nettoyage aux ultrasons dans un bain d'éthanol.

La dernière étape de polissage consiste en un polissage de finition à l'aide d'une solution OPS/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (10% en volume d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), sur un disque feutré « MD cham ».

Suite à cette dernière étape, l'éprouvette est rincée à l'eau sur le disque avant d'être une dernière fois nettoyée aux ultrasons dans un bain d'éthanol.

Attention : Pour les nettoyages avant et après le polissage OPS/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, l'éthanol ne doit pas être remplacé par de l'acétone, du fait des risques de réaction entre l'acétone et l'OPS.

### (c) Attaque métallographique

Après polissage, les surfaces à observer sont soumises à une attaque métallographique afin d'en révéler la microstructure. Cette attaque est effectuée au moyen du réactif de Kroll, jusqu'à révélation de la microstructure, soit environ 2 minutes. L'échantillon est ensuite immergé dans un bain d'eau de façon à stopper la réaction chimique. Le critère d'arrêt de la réaction avant l'immersion dans l'eau n'est pas le critère de temps mais bien celui de la révélation de la microstructure. En effet, plusieurs paramètres peuvent modifier légèrement le temps d'attaque nécessaire, principalement la qualité du polissage préalable. L'échantillon est ensuite rincé et séché avec précaution.

#### 12.4.3 Analyse des résultats

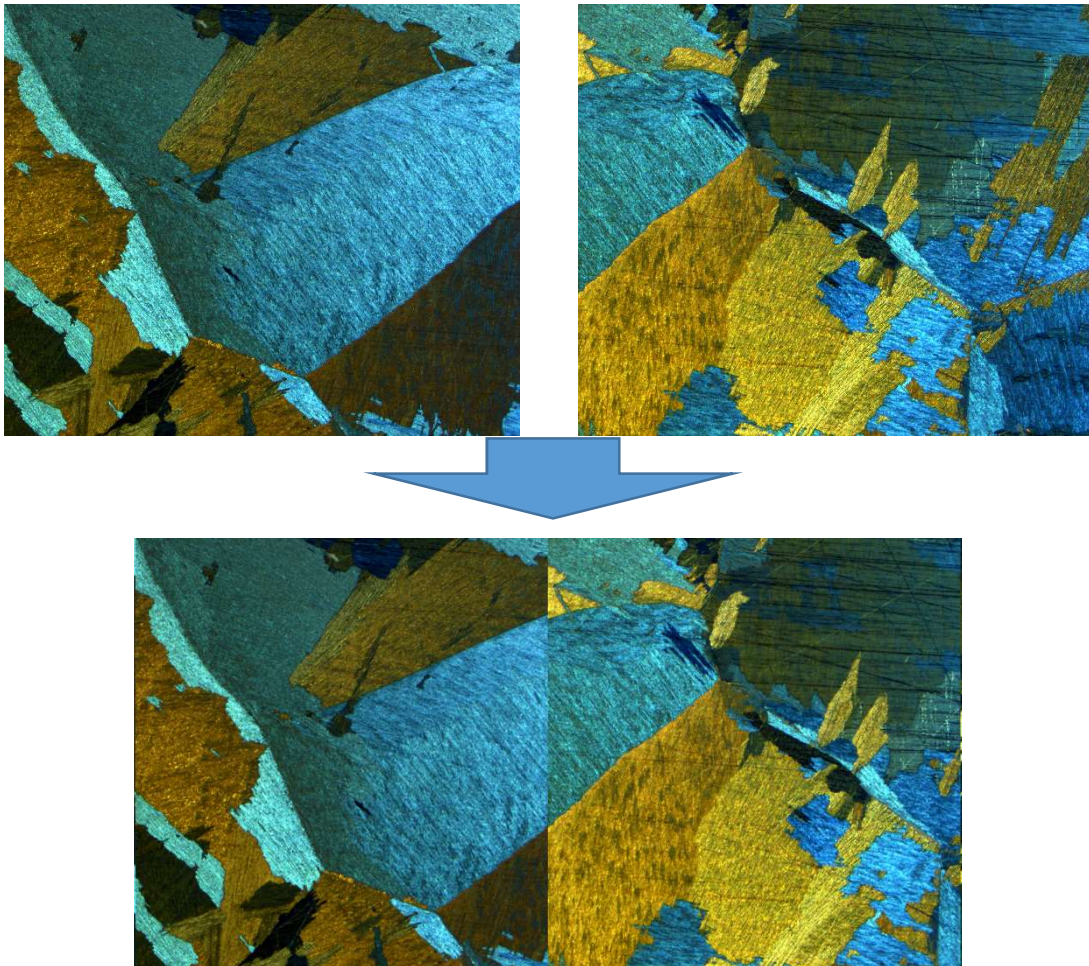
L'analyse des résultats se divise en trois parties, pour chacun des trois paramètres microstructuraux considérés : taille des ex-grains  $\beta$ , épaisseur des colonies de lamelles et épaisseur des lamelles.

##### (a) Ex-grain $\beta$

L'analyse de la taille des ex-grains  $\beta$  est basée sur la méthode présentée dans l'ASTM E112. Il est important de préciser que cette méthode repose sur l'hypothèse d'une microstructure relativement équiaxe et donne un diamètre moyen équivalent, permettant de caractériser un paramètre microstructural ayant une forme assimilable à un cercle.

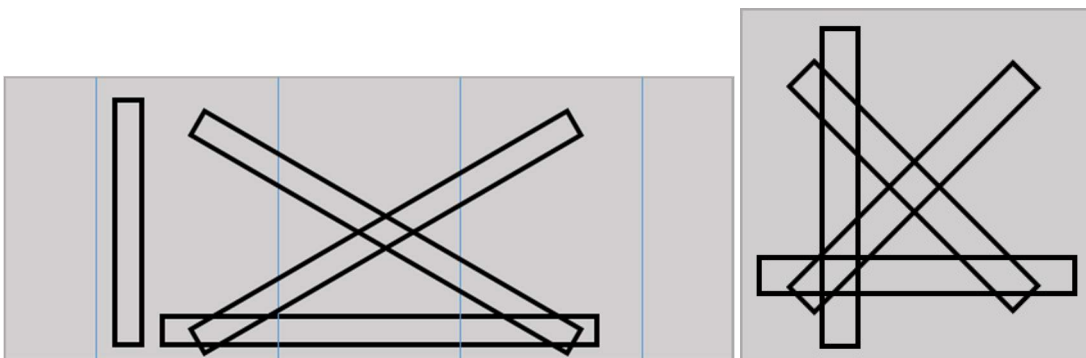
Les observations pour ce paramètre sont réalisées au microscope optique. La lumière polarisée est utilisée afin de faciliter la différenciation des différentes colonies et ex-joints de grain  $\beta$ . Un grossissement de \*100 est utilisé car il présente un compromis idéal entre résolution et taille de surface.

En considérant que la taille des ex-grains  $\beta$  est comprise entre 1 et 2 mm, il est aisément compréhensible que l'obtention d'une représentation statistique de la taille des ex-grains  $\beta$  requiert une zone d'analyse de taille significative. De ce fait, plusieurs clichés sont réalisés dans une même direction, avec un recouvrement de 20% d'un cliché à l'autre, afin de réaliser par la suite un recollement des clichés permettant d'obtenir une image unique de la longueur nécessaire (*Figure 176*). Selon la taille des éléments de la microstructure, un nombre plus ou moins important de clichés ont dû ainsi être assemblés, dans le cas de cette étude les recollements ont été réalisés sur 30 à 35 clichés, ce qui représente environ 35 mm<sup>2</sup> analysés par cliché issu de recollement.



**Figure 176 : Recollement d'image.**

Quatre clichés de ce type sont nécessaires pour chaque microstructure étudiée. Leur positionnement sur la surface de l'éprouvette est donné par le schéma de la *Figure 177* suivante pour chaque type d'élément observé:



**Figure 177 : Positionnement des images optiques : sur une lamelle issue de l'ébauche d'une éprouvette CT à gauche, sur un coupon de microstructure à droite.**

Ce positionnement des images sera conservé pour chaque éprouvette afin de permettre la comparaison des résultats entre plusieurs éprouvettes. Les orientations des différentes zones d'analyses sont choisies afin que l'analyse tienne compte d'une éventuelle anisotropie de la microstructure analysée.

Pour chaque image ainsi obtenue, un segment est tracé d'un bout à l'autre de l'image dans son sens long, avec les extrémités de ce segment au centre des deux photos aux extrémités de l'image reconstituée. À partir de l'échelle des clichées, ce segment sera mesuré.

Par la suite, le nombre d'intersection entre le segment ainsi tracé et des ex joints de grains  $\beta$  seront comptabilisés. Conformément à la norme précédemment citée, lorsqu'un même ex joint de grain, de par sa forme, présentera plusieurs intersections avec le segment tracé, toutes ces intersections seront comptabilisées. De même, dans les cas où le segment coïncidera avec un « point triple », point de rencontre de 3 ex joints de grain 1,5 intersection sera comptabilisée, 2 intersections pour un point de rencontre de 4 ex-joints de grain. Si le segment tracé apparaît tangentiel à un ex-joint de grain, ceci sera compté comme une intersection. Enfin, si une extrémité du segment coïncide avec un ex-joint de grain, ceci sera comptabilisé comme 0,5 intersection.

Le nombre d'intersection  $N_l$  et la longueur mesurée du segment  $l$  permettront de calculer  $\bar{l}$  selon la formule suivante :

$$\bar{l} = \frac{l}{N_l}$$

Cette valeur sera calculée indépendamment pour chacune des 4 images utilisées. Ces valeurs serviront ensuite à obtenir 4 valeurs de taille moyenne des ex-grains  $\beta$  avec la formule suivante :

$$D_{moy} = 1.12283260 * \bar{l} + 0.000084787$$

La taille moyenne des ex-grains  $\beta$  sera la moyenne des 4 diamètres moyens ainsi obtenus.

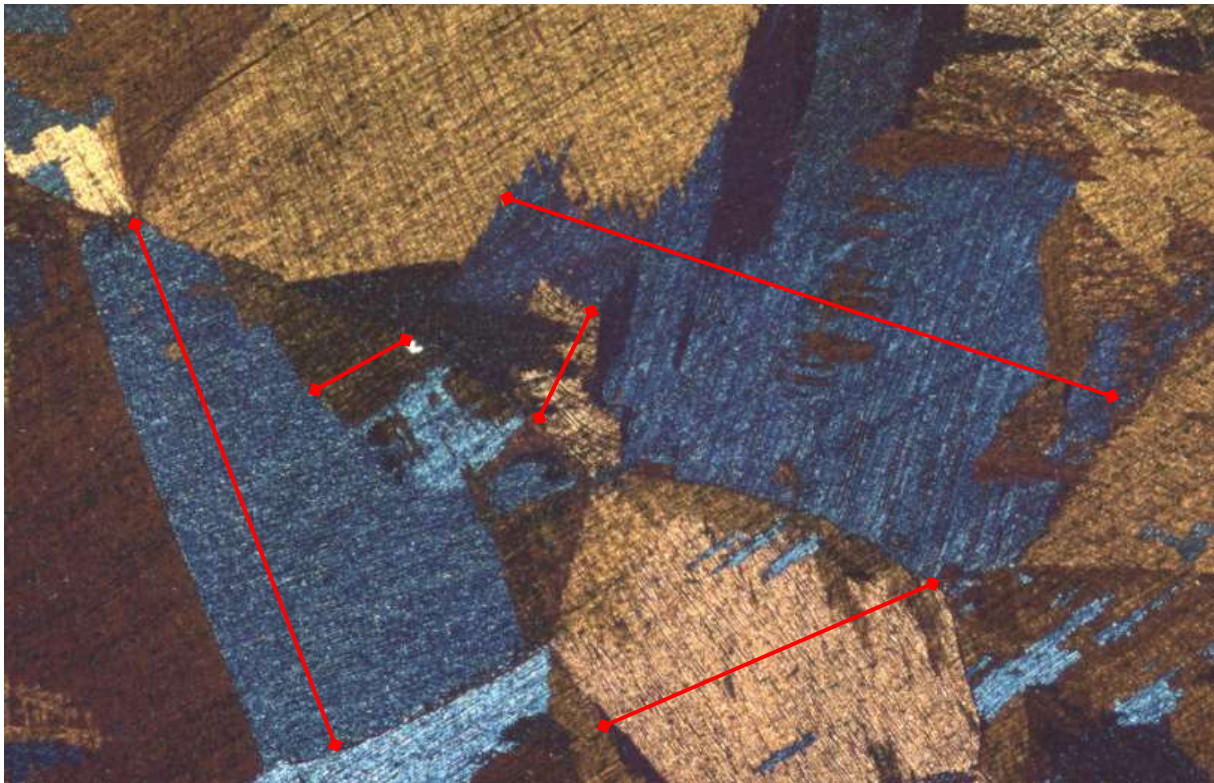
## **(b) Colonies de lamelles $\alpha$**

La mesure des colonies se fera sur les clichés optiques, identique à ceux de la mesure des ex-grains  $\beta$ , mais avant recollement d'image.

Comme précédemment mentionné, la norme ASTM E112 nécessite des microstructures relativement équiaxe. De ce fait, cette méthode ne pourra pas être utilisée pour caractériser les colonies pouvant présenter une élongation particulièrement importante dans une des directions du plan d'observation. La méthode de mesure sera donc différente.

La dimension utilisée pour caractériser la taille des colonies de lamelles sera l'épaisseur des colonies, c'est-à-dire une mesure de l'épaisseur maximale de la colonie dans la direction perpendiculaire aux lamelles.

Pour la mesure des épaisseurs de colonies, une mesure directe sera effectuée sur minimum 100 colonies issues équitablement des 4 zones d'acquisition d'images optiques. La mesure de l'épaisseur d'une colonie sera effectuée sur la zone présentant l'épaisseur la plus importante. Lorsqu'une colonie est partiellement intersectée par une autre, l'épaisseur totale de la colonie sera mesurée, sans tenir compte de l'intersection, si l'appartenance des deux points de mesure à la même colonie est assurée. Des exemples de ces mesures sont représentés par les traits rouges de la [Figure 178](#).



**Figure 178 : mesure de l'épaisseur de colonies**

La moyenne des différentes mesures ainsi réalisées sur les différents clichés sera calculée et sera utilisée pour caractériser l'épaisseur moyenne des colonies de la microstructure étudiée.

### **(c) Lamelles $\alpha$**

La mesure de taille des lamelles est réalisée sur les clichés MEB, d'un grossissement \*500 ou \*1000 selon la taille des lamelles à mesurer. Ces clichés sont réalisés avec une tension d'accélération de 25 kV, un capteur SEI et une distance de travail d'environ 10mm.

Le critère utilisé pour quantifier la taille des lamelles est l'épaisseur des lamelles. Du fait de l'analyse sur une coupe 2D d'une structure 3D ; la valeur obtenue sera une épaisseur moyenne visible des lamelles. Cette valeur ne pourra donc pas être considérée comme l'épaisseur moyenne réelle des lamelles, mais comme une valeur approchée, supérieure à la valeur réelle. Cependant, cette valeur pourra être utilisée pour comparer l'épaisseur des lamelles de deux microstructures.

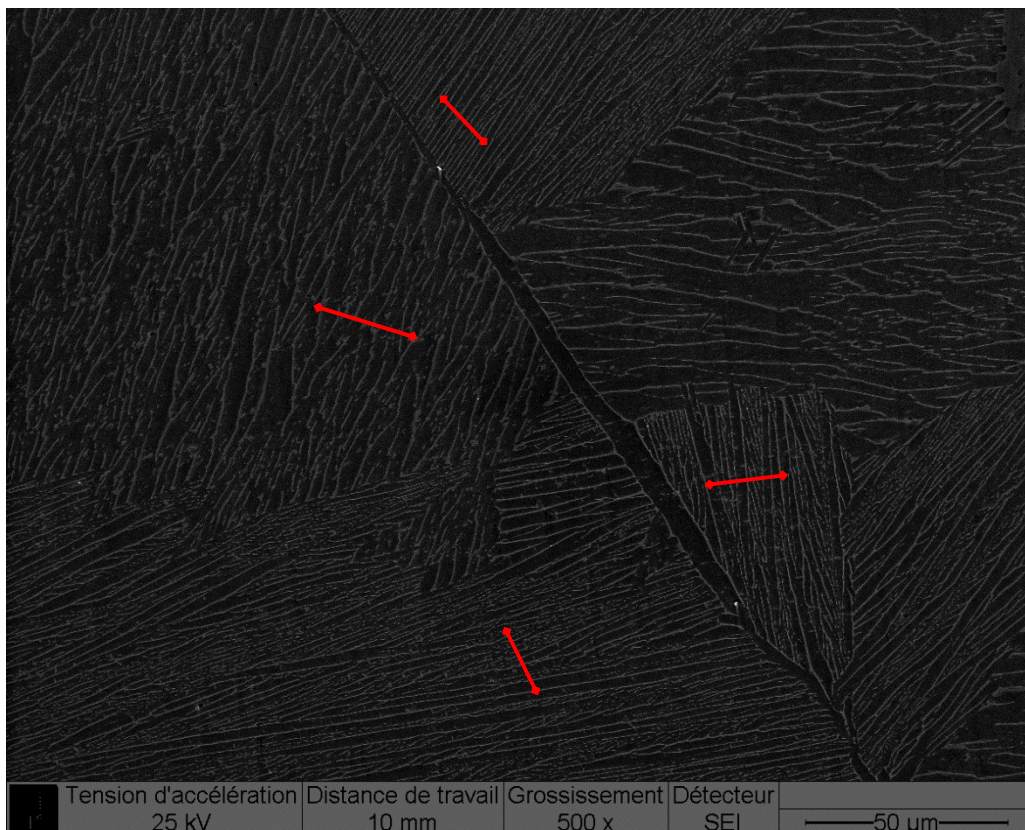
Afin de considérer la totalité des surfaces observées et de permettre la comparaison entre différentes éprouvettes, plusieurs clichés seront réalisés sur chaque éprouvette. Un schéma de positionnement des zones observées sur l'éprouvette sera utilisé pour chaque type d'éprouvette (CF [Figure 179](#)). Comme pour les clichés optiques, ces schémas de positionnement seront utilisés pour chaque analyse afin de pouvoir comparer les résultats.



**Figure 179 : positionnement des images MEB sur la surface à observer : sur une lamelle issue de l'ébauche d'une éprouvette CT à gauche, sur un coupon de microstructure à droite.**

La répartition de ces zones de prise de clichés a été choisie afin de tenir compte d'une surface suffisante pour que l'analyse soit statistiquement fiable. Les zones de prises de vue sur la lamelle issue d'ébauche CT sont concentrées sur la partie basse car cette zone, d'une taille suffisante pour l'analyse, est la plus proche de la partie utile des éprouvettes et est donc privilégiée.

Pour réaliser cette mesure, des « paquets » de 10 lamelles appartenant à la même colonie (présentant donc la même orientation) sont mesurés, perpendiculairement à leur direction principale comme illustré par les traits de mesures rouge sur la [Figure 180](#). Certaines lamelles observées peuvent avoir un plan très proche du plan d'observation, et donc apparaître avec des épaisseurs très importantes (exemple sur la partie supérieure droite de la [Figure 180](#)). Du fait de la morphologie particulière et de l'épaisseur visible très importante de ces lamelles, pouvant générer une très forte erreur dans la mesure, elles ne seront pas utilisées pour la mesure.



**Figure 180 : mesure de l'épaisseur de « paquets » de lamelles.**

Ces mesures sont reproduites sur tous les clichés issus du plan présenté dans la [Figure 179](#). De plus, plusieurs paquets seront mesurés sur chaque clichés afin d'atteindre un nombre total de mesures d'environ 100, correspondant à 1000 lamelles prise en compte, en équilibrant le nombre de mesure sur chacun des clichés. La multiplication de ces mesures a pour but d'obtenir une valeur statistiquement plus fiable.

Ces mesures seront ensuite divisées par 10 afin d'obtenir l'épaisseur moyenne des lamelles dans chaque « paquet » considéré, puis la moyenne de ces valeurs sera calculé pour obtenir l'épaisseur moyenne visible des lamelles  $\alpha$ .

#### **12.4.4 Conclusion**

La méthode proposée ici permet de caractériser les tailles des trois paramètres principaux des microstructures des alliages de titane présentant une microstructure lamellaire.

Ainsi, il est possible de comparer différentes microstructures lamellaire en conservant une méthodologie identique et reproductible.

## 12.5 Méthode d'analyse de la fermeture

### 12.5.1 Introduction

Au cours d'un essai de fissuration, les lèvres de la fissure peuvent être remises en contact, même dans le cas d'une sollicitation traction-traction c'est-à-dire au cours de laquelle la plus faible contrainte au cours du cycle demeure une contrainte de traction. Ce phénomène est appelé fermeture. Cette note technique a pour but de présenter une méthode utilisée afin de mesurer cette fermeture.

La méthode suivante, basé sur la mesure de complaisance, est adaptée aux éprouvettes de mécanique de la rupture CT. Pour cela, une jauge de déformation est collée sur la face arrière de l'éprouvette, comme illustré dans la *Figure 181*.

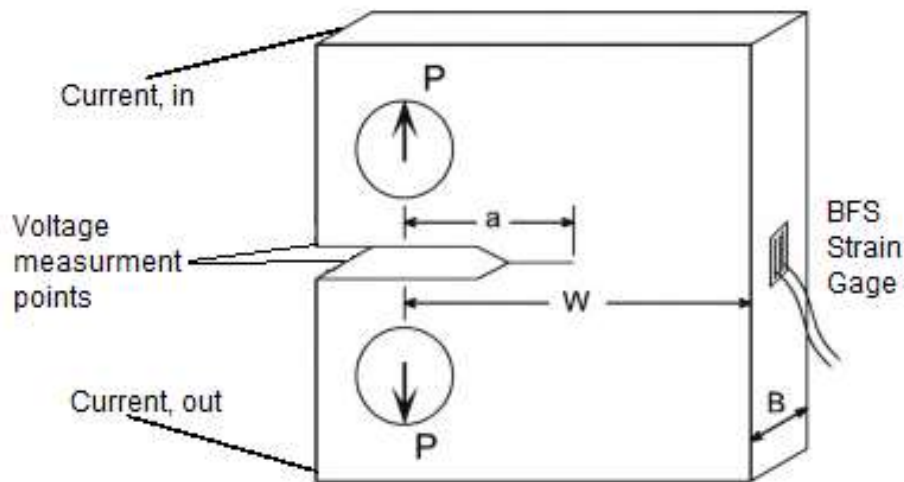


Figure 181 : Schéma de l'éprouvette CT avec jauge.

Cette jauge de déformation permet le calcul de  $U$ , tel que  $U = \frac{P_{max} - P_{ouv}}{P_{max} - P_{min}}$  avec  $P_{max}$ ,  $P_{min}$  et  $P_{ouv}$  respectivement la charge maximum au cours du cycle, la charge minimale et la charge d'ouverture de la fissure.  $U$  représente donc la proportion du cycle réalisée fissure ouverte.

Les différentes étapes, de la préparation de l'éprouvette jusqu'au calcul de  $U$  sont présentées par la suite.

### 12.5.2 Préparation des éprouvettes

Matériel nécessaire :

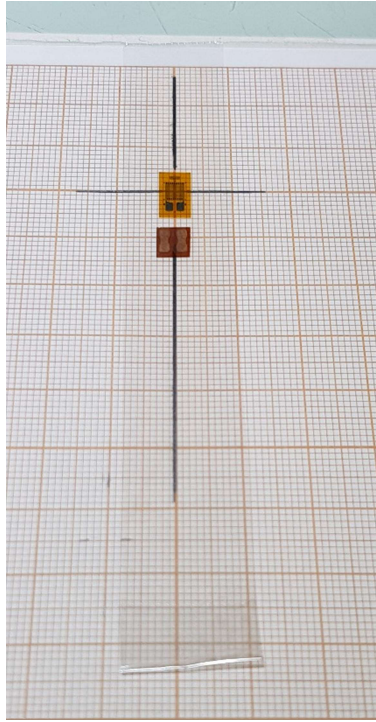
- Jauge de déformation type 125AD-120
- Une cosse



- Scotch a jauge
- Conditioner A, neutralizer 5A, M-Bond 200 catalyst, M-Bond 200 adhesive
- Cotons tiges
- Compresse
- Crayon
- Papier millimétré
- Règle
- Pince coupante
- Pince a dénudée
- Fils électriques
- Papier SIC 80, 220, 320 et 400
- Fer à souder
- Ohmmètre

#### **(a) Préparation de la jauge**

La première étape consiste à préparer le scotch qui sert à l'application de la jauge et de la cosse sur la CT. Pour cela, une croix d'environ 60mm par 20mm est réalisée au crayon sur le papier millimétré. La partie centrale de la croix n'est pas tracée (zone contenant la jauge et la cosse sur la [Figure 182](#)) afin de ne pas contaminer les faces de la jauge et de la cosse qui sont collées sur l'éprouvette.



**Figure 182 : préparation du scotch de jauge.**

La jauge est placée, coté à coller sur le papier afin que les indicateurs de centrage de la jauge soient alignés avec la croix sur le papier millimétré. La cosse est mise en place sous la jauge. Un ruban de scotch est placé sur ces deux éléments, en prenant soin de ne pas modifier la position de la jauge par rapport à la croix. Une des extrémités du ruban de scotch est repliée et collé sur elle-même afin de faciliter le décollage. Cette feuille est mise de côté le temps de la préparation de la surface dans l'étape suivante.

#### **(b) Collage de la jauge**

Avant toute préparation de la face arrière, les 4 faces ayant une arête commune avec la face arrière sont protégées à l'aide de scotch. Cette protection est appliquée le long de leurs arêtes communes avec la face arrière, comme visible sur la [Figure 183](#).

Une fois les bords protégés, la face arrière de l'éprouvette est successivement polie aux papiers SIC 80, 220, 320 puis 400. La dernière étape de polissage se fait après avoir appliqué une goutte de « M-Prep Conditioner A » sur la surface à polir. Il faut ensuite nettoyer la surface avec le « M-Prep Conditioner A » et des compresses, en prenant soin de ne pas laisser la solution sécher sur la surface.

A l'aide d'un crayon, le centre de chaque arête de la face arrière est marqué, afin de préparer le positionnement de la jauge ([Figure 183](#)).



**Figure 183 : préparation de la face arrière.**

La surface est ensuite nettoyée avec un coton-tige imprégnée de « M-Prep Neutralizer 5A ». Pour cette face de nettoyage, deux précautions seront prises pour éviter la contamination de la surface. La première est d'effectuer le nettoyage dans un unique sens, sans effectuer de vas et viens sur la surface. La deuxième précaution est de toujours changer la partie de coton en contact avec la surface entre deux passages, afin qu'une partie du coton ne soit jamais deux fois en contact avec la surface. Si besoin, changer de coton-tige durant le nettoyage.

Le scotch maintenant la jauge et la cosse, préparés à l'étape précédente, sont décollés du papier et mis en place en alignant les marques réalisées sur le scotch avec celles sur la surface. Le scotch ne sera pas complètement collé à cette étape. Seule une extrémité du scotch sera collée afin de conserver le positionnement du scotch par rapport à l'éprouvette ([Figure 184](#)).



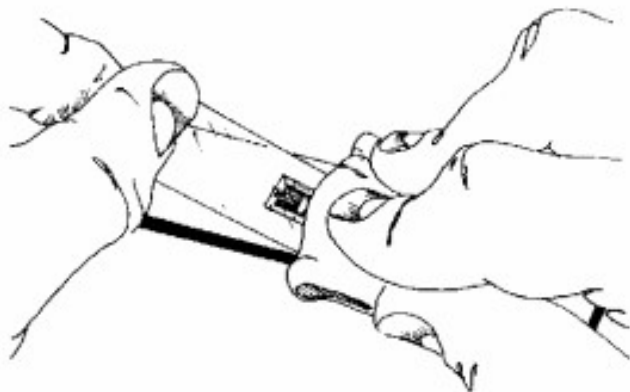
**Figure 184 : mise en place du scotch de jauge.**

Le catalyseur « M-Bond 200 catalyst » peut maintenant être appliqué sur les faces à coller de la jauge et de la cosse. Le pinceau du catalyseur est épongé 10 fois contre la paroi interne du flacon afin de ne conserver que la quantité nécessaire de catalyseur sur le pinceau. Le catalyseur est ensuite appliqué sur la face à collé des jauge, par des passages toujours réalisés dans le même sens. Les passages débuterons environ 10mm avant la jauge et la cosse et se terminerons environ 10mm après afin d'éviter la présence de gouttes sur les faces à coller de la jauge ou de la cosse.

Le catalyseur est laissé à sécher pendant minimum 60 secondes, temps qui sera augmenté dans le cas où la température ambiante serait faible (inférieure à 24°C).

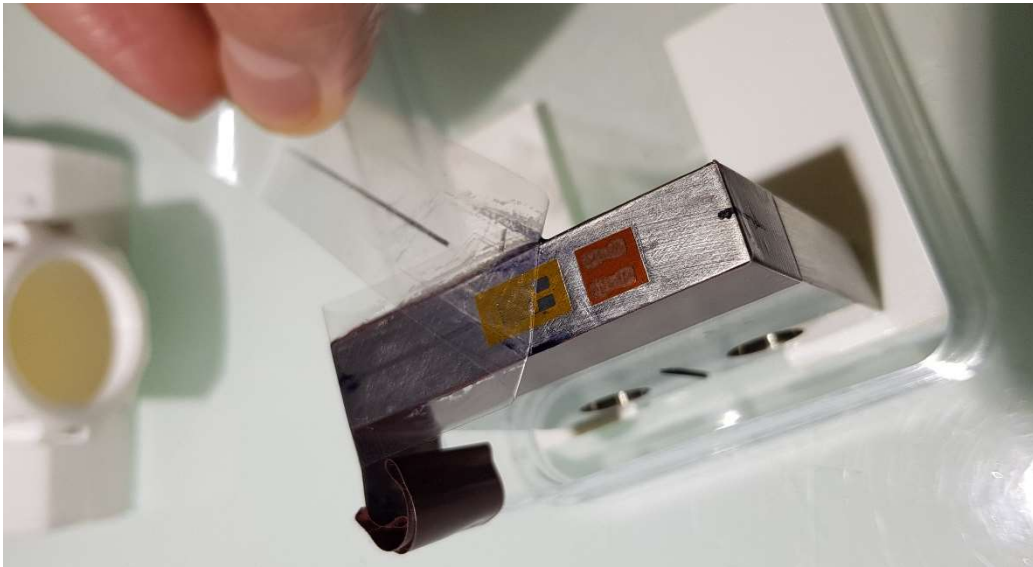
*Note : Les étapes de collages du paragraphe suivant devant être réalisées dans un temps d'environ 3 à 5 secondes, il est recommandé au lecteur d'en prendre entièrement connaissance avant de débiter leurs réalisations.*

La partie non collée du scotch est prise en main afin de placer cette dernière à la perpendiculaire de la surface. Une à deux gouttes de « M-Bond 200 adhesive » sont appliquées sur la surface, à la base du scotch, à une distance d'au moins 10mm de la zone où seront collées la jauge et la cosse. Immédiatement après, en tenant le scotch à environ 30° de la surface de l'éprouvette, l'utilisateur plaque progressivement le scotch contre la surface de l'éprouvette avec une compresse (*Figure 185*). Dès que le scotch est entièrement plaqué sur la surface de l'éprouvette, l'opérateur applique son pouce sur le scotch au niveau de la jauge et de la cosse. Cette pression est maintenue au moins 1 minute pour permettre la polymérisation de la colle, polymérisation aidée par la chaleur issue du pouce.



**Figure 185 : collage de la jauge.**

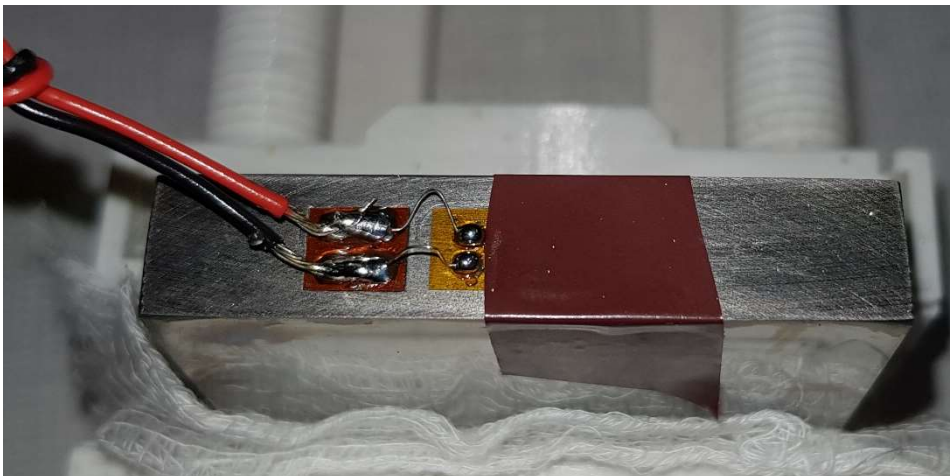
Après ce maintien, une des extrémités du scotch est retournée sur le reste du scotch. Le scotch est alors retiré par une traction délicate avec un angle par rapport à l'axe de la face arrière comme présenté sur la *Figure 186*.



**Figure 186 : retrait du scotch de jauge.**

### **(c) Soudure des fils**

La soudure des fils est réalisée minimum 1h après le collage de la jauge et de la cosse. Comme visible sur l'image de la [Figure 187](#), la partie utile de la jauge est protégée durant la réalisation des soudures. Deux fils fins sont soudés pour relier chacun une borne de la jauge a une des surfaces cuivrées de la cosse. Après ces soudures, deux fils sont soudés chacun a une surface de la cosse et serviront à l'acquisition des données de la jauge.



**Figure 187 : Jauge et cosse avec soudure des fils.**

Afin de s'assurer de la qualité des soudures et de l'absence de court-circuit, deux mesures de résistances sont réalisées avec un ohmmètre. La première mesure se fait entre les deux extrémités libres des fils qui sont branchés à l'acquisition de données de la machine. La résistance mesurée doit être, pour le type de jauge ici utilisées, d'environ  $120\Omega$ . La deuxième mesure se fait entre un de ces fils et une surface non-préparée de l'éprouvette. Cette mesure ayant pour but de vérifier l'absence de courts-circuits entre la jauge et

l'éprouvette, le choix du fil et de la surface de l'éprouvette ne sera pas primordial. Une résistance importante doit ici être mesurée (selon l'ohmmètre à partir de 40MΩ ou hors-calibre) traduisant l'absence de court-circuit.

### 12.5.3 Réalisation des essais

Les essais sont réalisés de manière classique, en ajoutant à la méthode d'essais l'acquisition de la complaisance mesurée par la jauge. Cependant, afin d'avoir une description précise de la variation de complaisance au court d'un cycle la fréquence de cyclage de 20Hz généralement utilisé lors des essais doit être modifiée. Elle est réduite à 0,2Hz.

La mesure de fermeture n'étant pas nécessaire à chaque cycle, et afin de ne pas réaliser tout l'essai à une fréquence de 0.2Hz, la fréquence est modifié au cours de l'essai afin d'alterner phases dites de « propagation » à 20Hz et phases dite de « fermeture » à 0,2Hz. Durant ces cycles, l'acquisition se fait à 100Hz, permettant ainsi de décrire chaque cycle par 500 points de mesures (minimum 100 pour satisfaire la norme ASTM).

Dans la pratique, l'essai se fait avec la succession automatique de 5000 cycles de « propagation » puis 20 cycles de « fermeture ». Selon la durée prévisionnelle de l'essai, le nombre de cycle de propagation entre deux phases de fermeture peut être modifié afin d'obtenir environ 100 phases de fermeture durant l'essai.

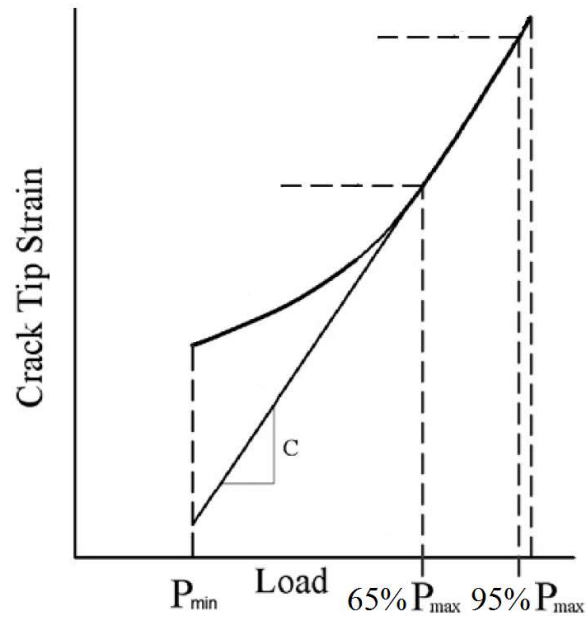
### 12.5.4 Analyse des résultats

L'analyse des résultats est effectuée sur les données des cycles de « fermeture » selon les indications données par l'annexe X2 de la norme ASTM E647, avec pour but d'obtenir la valeur moyenne de U sur les 20 cycles de chaque phase de fermeture.

La méthode présentée par la suite est adaptée pour une phase de fermeture et devra donc être répétée pour chaque phase de fermeture.

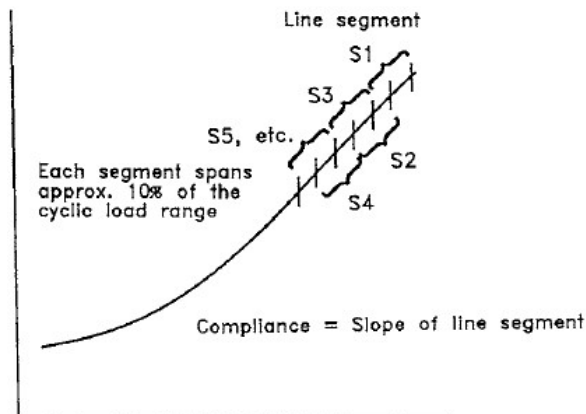
La première étape est la détection des charges maximum et minimum de chaque cycle afin de pouvoir identifier les segments d'augmentation de la charge et ceux de diminution.

Une fois chaque segment identifié, la pente de la partie linéaire de la courbe de décharge entre 90% et 65% de la charge max est calculée. La pente de ce segment de décharge est ensuite considérée comme la complaisance d'ouverture totale de la fissure C (*Figure 188*).



**Figure 188 : Détermination de la complaisance d'ouverture totale C.**

L'étape suivante consiste, entre 95% de P<sub>max</sub> et P<sub>min</sub> sur la partie de charge du cycle, à calculer la pente (complaisance) et la charge moyenne sur des segments interpolant 10% de la plage de charge, en déplaçant de 5% le point de départ du segment (*Figure 189*).



**Figure 189 : Détermination de complaisance sur chaque segment.**

Avec ces valeurs on calcule pour chacun des segments la valeur d'offset de complaisance selon la formule :

$$\text{Compliance offset} = \frac{[(\text{open-crack compliance}) - (\text{compliance})] * 100}{(\text{open-crack compliance})}$$

Ainsi on peut pour chaque segment comparer l'offset obtenu à la complaisance d'ouverture de la fissure. Pour cela, on trace la charge moyenne en fonction de la valeur d'offset, comme présenté sur la Figure 190. On peut ainsi déterminer la charge à l'ouverture, dans cette étude égale à un offset de 2%.

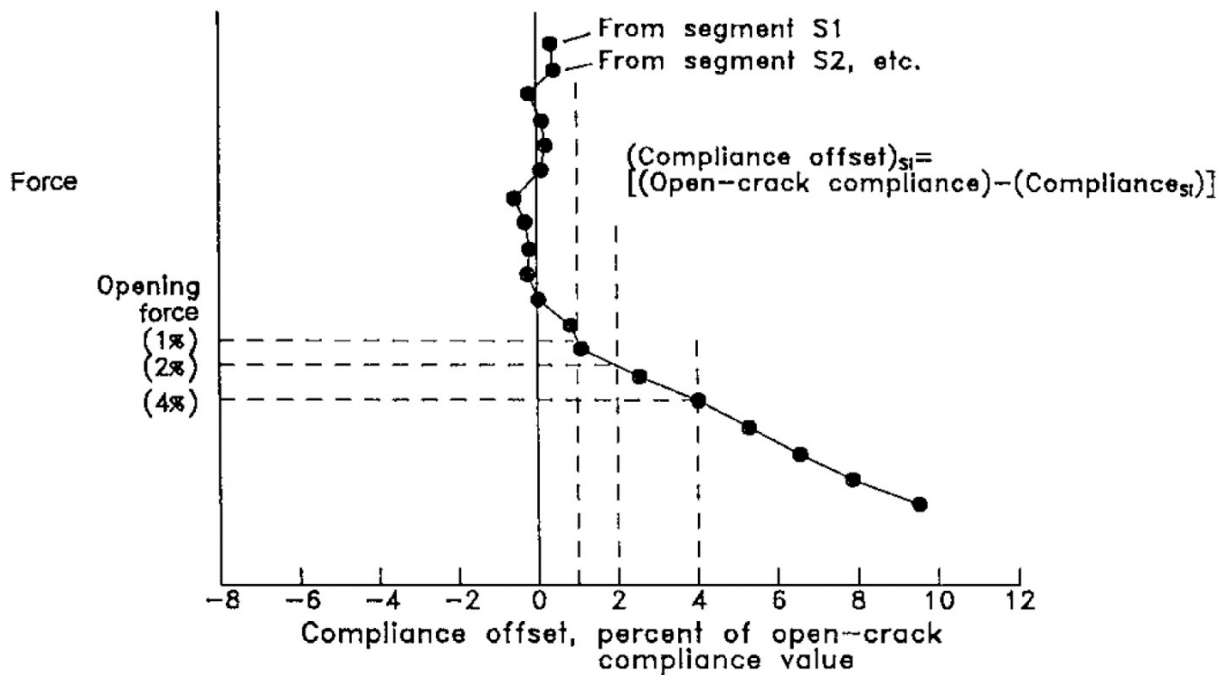


Figure 190 : Détermination de la force d'ouverture.

Une fois les charges à l'ouverture de chaque cycle de la phase de fermeture déterminées, leur moyenne est calculée et servira au calcul de  $U$  selon la formule présentée en introduction.

### 12.5.5 Conclusion

La méthode présentée ici permet, depuis la préparation des éprouvettes jusqu'au calcul de  $U$ , en passant par la réalisation des essais, de déterminer la charge à l'ouverture à partir d'une mesure de complaisance. Cette charge à l'ouverture sera ensuite utilisée pour calculer  $\Delta K_{eff} = U * \Delta K$  pouvant compléter l'analyse de résultats d'essais de fissurations.





Dans le cadre des réductions de masse nécessaires à la diminution de l’empreinte écologique des transports aériens, l’étude réalisée porte sur les interactions microstructures \ propriétés de tolérance aux dommages des alliages de titane de type  $\alpha\beta$ . En effet, une meilleure compréhension de ces relations permettrait de proposer des pistes d’amélioration des propriétés de résistance à la propagation de fissure par fatigue de ce type d’alliage via un contrôle des microstructures.

Dans ce but, les travaux réalisés dans cette thèse se sont tout d’abord concentrés sur la génération de différentes microstructures lamellaires à partir d’une microstructure initiale bimodale. Les propriétés de tolérance aux dommages de ces différentes microstructures ont ensuite été comparées par des essais de fissuration, mettant en évidence une forte différence de propriétés entre les microstructures bimodales et lamellaires. Toutefois les paramètres caractéristiques d’une microstructure lamellaire ne semblent pas influencer ces propriétés. De plus, deux régimes de propagation ont été observés dans les microstructures lamellaires, séparés par une transition visible sur les courbes de vitesse de propagation de fissure en fonction de la variation du facteur d’intensité de contrainte. Il est notamment montré que la meilleure résistance des structures lamellaires peut être attribuée à une intensité plus élevée des effets de fermeture de fissure et aux déviations de fissures en lien avec un régime de propagation cristallographique, notamment dans le régime « basses vitesses ».

Des travaux complémentaires ont par la suite visé à relier ce changement de régime de propagation aux mécanismes de déformation en pointe de fissure. Des essais in-situ sous MEB sur des micro-éprouvettes prélevées en pointe de fissure de macro-éprouvettes de fissuration ont notamment permis d’observer une différence de localisation de la plasticité avant et après transition, ce qui a amené à proposer un scénario expliquant ce changement de régime.

Mots clefs : Titane—Alliages—Fatigue, Microstructure, Matériaux—Fissuration, Résistance des matériaux, Cristallographie, Contraintes, Déformations, Essais dynamiques, TA6V ELI.

Weight reduction are required in order to reduce ecological footprint of aeronautic transports, therefore, the current study is about interactions between microstructures and damage tolerance properties of  $\alpha\beta$  titanium alloys. Thus, a better understanding of these relationships could allow to offer potential improvement solutions of fatigue crack propagation resistance properties of these alloys through microstructure control.

In this purpose, this thesis studies focus on the generation of various lamellar microstructures from initial bimodal microstructures. Damage tolerance properties of these different microstructures have then been compared by crack propagation tests, highlighting strong properties differences between bimodal and lamellar microstructures. However, the characteristic parameters of lamellar microstructures do not seem to have any influences on these properties. Furthermore, two crack propagation regime have been identified in lamellar microstructures, separated by a visible transition on the crack propagation versus stress intensity factor curves. In particular it is shown that better resistance of lamellar microstructures can be attributed to higher closure effects and crack deflections linked to crystallographic propagation, especially in the “low speed” regime.

Further studies then aimed to link that propagation regime change to deformation mechanism at crack tips. SEM in-situ testing on micro-sample collect at crack tips on crack propagation macro-sample allows observation of differences in plasticity localization before and after transitions, which bring to the suggestion of a scenario explaining this change in regime propagation.

Keywords: Titanium alloys—Fatigue, Microstructure, Cracking, Strength of materials, Crystallography, Strains and stresses, Deformations, Dynamic testing, TA6V ELI.