



HAL
open science

Étude comparative du comportement mécanique et des mécanismes de déformation sous cisaillement simple monotone et cyclique des alliages de titane élaborés par métallurgie des poudres : structures harmoniques versus alliages conventionnels

Azziz Hocini

► To cite this version:

Azziz Hocini. Étude comparative du comportement mécanique et des mécanismes de déformation sous cisaillement simple monotone et cyclique des alliages de titane élaborés par métallurgie des poudres : structures harmoniques versus alliages conventionnels. Matériaux. Université Sorbonne Paris Cité, 2017. Français. NNT : 2017USPCD084 . tel-03270799

HAL Id: tel-03270799

<https://theses.hal.science/tel-03270799v1>

Submitted on 25 Jun 2021

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

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

ECOLE DOCTORALE GALILÉE (ED 146)

LSPM (CNRS)

THÈSE DE DOCTORAT

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ PARIS 13

Spécialité : Physique et Sciences des Matériaux

par

Azziz HOCINI

Titre :

Étude comparative du comportement mécanique et des mécanismes de déformation sous cisaillement simple monotone et cyclique des alliages de titane élaborés par métallurgie des poudres: structures harmoniques versus alliages conventionnels

Thèse soutenue publiquement le 19 décembre 2017

devant le jury composé de :

M. Mohamed HABOUSSI	Professeur, Paris 13	Président
Mme Salima BOUVIER	Professeur, UTC	Rapporteur
M. Frédéric PRIMA	Professeur, Chimie Paris	Rapporteur
M. Jean Philippe COUZINIÉ	Maître de Conférences, UPEC	Examineur
M. David TINGAUD	Maître de Conférences, Paris 13	Examineur
M. Guy DIRRAS	Professeur, Paris 13	Directeur de thèse

ECOLE DOCTORALE GALILÉE (ED 146)

LSPM (CNRS)

THÈSE DE DOCTORAT

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ PARIS 13

Spécialité : Physique et Sciences des Matériaux

par

Azziz HOCINI

Titre :

Étude comparative du comportement mécanique et des mécanismes de déformation sous cisaillement simple monotone et cyclique des alliages de titane élaborés par métallurgie des poudres: structures harmoniques versus alliages conventionnels

Thèse soutenue publiquement le 19 décembre 2017

devant le jury composé de :

M. Mohamed HABOUSSI	Professeur, Paris 13	Président
Mme Salima BOUVIER	Professeur, UTC	Rapporteur
M. Frédéric PRIMA	Professeur, Chimie Paris	Rapporteur
M. Jean Philippe COUZINIÉ	Maître de Conférences, UPEC	Examineur
M. David TINGAUD	Maître de Conférences, Paris 13	Examineur
M. Guy DIRRAS	Professeur, Paris 13	Directeur de thèse

Assarem agour ghash mathzaglat atslahkadh ithrene,

Proverbe berbère.

Vise toujours la lune, même si tu rates tu atterriras parmi les étoiles

Proverbe berbère.

Remerciements

J'adresse mes sincères remerciements à mon directeur de thèse Guy Dirras pour m'avoir encadré durant ces travaux de thèse et pour m'avoir renouvelé sa confiance, confiance qu'il m'avait en effet déjà accordée en m'encadrant durant mon stage de master2 il y a quelques années. Il fut un directeur de thèse attentif et disponible malgré ses nombreuses charges.

Je souhaiterais exprimer mes remerciements à Mohamed Haboussi pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse. Je voudrais remercier Salima Bouvier et Frédéric Prima pour avoir accepté de relire cette thèse et d'en être rapporteurs. La version finale de ce mémoire a bénéficié de leur regard minutieux et avisé. Je tiens également à remercier Jean-philippe Couzinié et David Tingaud pour leur lecture très attentive et leurs remarques précieuses.

Je renouvelle mes remerciements à Salima Bouvier, elle faisait partie du jury de master2 aux côtés de Guy Dirras. Retrouver Salima et Guy en ce jour particulier, 10 ans après, me rappelle que je n'ai pas toujours eu que des cheveux blancs.

Cette thèse s'inscrit en parallèle du projet ANR HighS-Ti. Je tiens à remercier Frédéric Monpioux et l'ensemble des participants pour les discussions que nous avons pu avoir ainsi que pour la bonne ambiance qui régnait au cours des différentes réunions d'avancement. Un merci particulier à Sensei Ameyama pour nos différents échanges. Arigatou gozaimasu.

Ce travail de thèse n'aurait pas été possible sans l'accord de la direction du laboratoire, je tiens à remercier Khaled Hassouni et Patrick Franciosi, respectivement directeur et directeur adjoint du LSPM, pour m'avoir permis de porter cette double casquette d'IT et de thésard.

Sous ma casquette d'IT, j'adresse un grand merci à l'ensemble des collègues du labo pour leurs encouragements. Tous les citer ici serait trop long mais il y a les filles du L1, les membres de l'équipe HPHT et notamment Patrick Langlois. Un merci aux collègues IT du LPL, Carole, Thierry, Fabrice et tous les autres pour les moments de détente du midi.

Je remercie en particulier Duduche (alias Nathalie Duros) pour sa fausse mauvaise humeur quotidienne et le Docteur Alberroum (alias Albert Kaladjian) pour son aide précieuse à l'atelier.

Sous ma casquette de thésard, je tiens à remercier l'ensemble des doctorants pour leur bonne humeur, je leur dois mon surnom de doctorant permanent, comprendra qui voudra. La liste est trop longue, j'en ai croisé tellement... Thiago, Romain, Nadim, Sabrine, Tarik, Bermane, Easeng. Promis je ne dirais rien de vos pauses café...sans café !

Enfin mes derniers remerciements vont à mes proches, mes parents, ma famille et ma belle-famille pour leur soutien constant tout au long de ces années. Un bisou à mes enfants Massyl, Dimya et Ilyas qui m'ont encouragé à terminer avant que le père Noël ne passe. Un petit clin d'œil à ma femme qui a eu et qui a la lourde tâche de me supporter au quotidien. C'est bien plus qu'un merci que je leur adresse.

Table des matières

INTRODUCTION	1
Chapitre I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	7
1 Introduction.....	8
2 Généralités sur le titane.....	11
2.1 Cristallographie du titane.....	11
2.2 Influence des éléments d'addition	13
2.2.1 Les éléments alphas (α-gènes).....	15
2.2.2 Les éléments bêtas (β-gènes).....	15
2.2.3 Les éléments neutres	17
2.3 Les classes d'alliages.....	18
2.3.1 Les alliages de type α.....	19
2.3.2 Les alliages de type β	20
2.3.3 Les alliages (α+β)	21
2.4 Microstructures des alliages de titane.....	22
2.4.1 Influence des différentes morphologies	22
2.4.2 Les différentes structures	23
2.4.3 Nomenclature des différentes phases	24
3 Mécanismes de déformation dans le titane et ses alliages	28
3.1 Introduction	28
3.2 Loi de Hall Petch/ influence de la taille des grains	28
3.3 Concept de dislocations géométriquement nécessaires	30
3.4 Notions sur les mécanismes de déformation	32
3.4.1 Introduction	32
3.4.2 Les mécanismes thermiquement activés	33
3.4.3 Les mécanismes athermiques	33
3.4.4 Les mécanismes de diffusion.	33
3.4.5 Les mécanismes de frottement visqueux.....	34
3.5 Elasticité et Plasticité dans le titane et ses alliages.....	35
3.5.1 Elasticité	35
3.5.2 Plasticité	36

3.6	Les systèmes de glissement	38
3.6.1	Systèmes de glissement dans la phase α	38
3.6.2	Systèmes de glissement dans la phase β	39
3.7	Le Maclage	39
4	Mécanismes de durcissement et partition des contraintes	42
4.1	Écrouissage isotrope et écrouissage cinématique	42
4.1.1	Écrouissage cinématique	42
4.1.2	Écrouissage isotrope	43
4.2	L'effet Bauschinger	44
4.3	Forces à courte et longue distance	45
4.4	Contraintes interne et effective	46
4.4.1	La contrainte interne	47
4.4.2	La contrainte effective	47
4.5	Contraintes à courte et à longue distance	47
4.6	Partition de la contrainte d'écoulement	48
4.7	Estimation des variables d'écrouissage isotrope R et cinématique Xc	50
	Bibliographie du chapitre I	52
	Chapitre II : TECHNIQUES ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES	59
1	Les outils de l'élaboration	60
1.1	Introduction	60
1.2	Principe des structures harmoniques	60
1.3	Principe du SPS	62
1.4	Principe du PREP	63
2	Les outils de la caractérisation	64
2.1	La microscopie électronique à balayage	64
2.1.1	Principe du MEB	66
2.1.2	L'imagerie en MEB	66
2.2	La technique d'analyse EBSD	67
2.2.1	Principe de fonctionnement	67
2.2.2	Les cartographies d'orientations	69
2.3	Préparation des échantillons	73
2.4	Les essais de cisaillement	75
	Bibliographie du chapitre II	77

Chapitre III : ÉTUDE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE ET CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE		79
1	Introduction.....	80
2	Le titane pur	83
2.1	Caractérisation de l'état initial.....	83
2.1.1	La poudre initiale	83
2.1.2	Les matériaux massifs	83
2.2	Essais de cisaillement monotone	86
2.2.1	Caractérisation du comportement mécanique	86
2.2.2	Étude de l'écrouissage.....	87
2.2.3	Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD	87
2.3	Essais de cisaillement cyclique.....	90
2.3.1	Caractérisation du comportement mécanique	90
2.3.2	Évolution du taux d'écrouissage	95
2.3.3	Partition des contraintes	98
2.3.4	Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD ..	102
2.4	Conclusion	105
3	Le TNZ (Ti-25Nb-25Zr)	107
3.1	Caractérisation de l'état initial.....	107
3.1.1	La poudre initiale	107
3.1.2	Les matériaux massifs	108
3.2	Essais de cisaillement monotone	111
3.2.1	Caractérisation du comportement mécanique	111
3.2.2	Étude de l'écrouissage.....	112
3.2.3	Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD ..	113
3.3	Essais de cisaillement cyclique.....	116
3.3.1	Caractérisation du comportement mécanique	116
3.3.2	Évolution du taux d'écrouissage	121
3.3.3	Partition des contraintes	124
3.3.4	Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD ..	128
3.4	Conclusion	131
4	Le TA6V	134
4.1	Caractérisation de l'état initial.....	134
4.1.1	La poudre initiale	134

4.1.2	Les matériaux massifs	134
4.2	Essais de cisaillement monotone	137
4.2.1	Caractérisation du comportement mécanique	137
4.2.2	Étude de l'écrouissage.....	138
4.2.3	Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD ..	139
4.3	Essais de cisaillement cyclique.....	142
4.3.1	Caractérisation du comportement mécanique	142
4.3.2	Évolution du taux d'écrouissage	146
4.3.3	Partition des contraintes	147
4.3.4	Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD ..	151
4.4	Conclusion	154
	Bibliographie du chapitre III	156
 Chapitre IV : LAMINAGE À FROID DE LA STRUCTURE HARMONIQUE		159
1	Introduction.....	160
2	Principe du laminage à froid	161
3	Déformation de la structure harmonique par laminage.....	162
4	Caractérisation de la microstructure par EBSD	163
5	Conclusion	172
	Bibliographie du chapitre IV	173
 Chapitre V : DISCUSSION		175
	Préambule.....	176
	A propos de l'évolution monotone du taux d'écrouissage	177
	A propos de l'évolution en trois stades du taux d'écrouissage	180
	A propos de la structure harmonique	187
	A propos du concept de structure harmonique	189
	Conclusion.....	193
	Bibliographie du chapitre V	194
 CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES		197
 INDEX DES FIGURES, PLANCHES ET TABLEAUX		205

INTRODUCTION GÉNÉRALE

À en croire la mythologie grecque, les titans sont des divinités de taille énorme et d'une grande puissance qui ont précédé les Dieux de l'Olympe. Aujourd'hui, le titane a hérité son nom de ces géants et tire peut-être ses capacités remarquables de leur force surhumaine. En effet, le titane et ses alliages présentent des caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques particulièrement intéressantes. Leur grande résistance mécanique associée à une faible densité, une résistance à la corrosion incomparable ainsi que des propriétés de biocompatibilité les ont rendus incontournables durant ces dernières années. De l'aéronautique au biomédical en passant par l'aérospatiale, l'industrie chimique, l'exploitation pétrolière, l'armement ou encore les produits grand public (lunettes, montres, équipements sportifs), ils sont présents dans de nombreux secteurs d'activité.

Il est établi que les propriétés mécaniques des alliages de titane sont étroitement liées à leur composition et à leur microstructure. Les microstructures dépendent de l'histoire thermomécanique du matériau qui va conditionner la texture ainsi que la proportion et la morphologie des phases présentes. Ces microstructures sont générées durant la déformation et également durant les transformations de phases. Les propriétés mécaniques finales dépendent donc d'une bonne compréhension des mécanismes mis en jeu durant les différents traitements thermiques.

Le perfectionnement des méthodes d'élaboration et de mise en forme ainsi que l'optimisation des traitements thermomécaniques ont contribué à l'obtention d'alliages de plus en plus performants possédant des propriétés mécaniques stables. Ces progrès se traduisent par l'apparition, ces dernières années, de nouveaux alliages nommés " β -métastables" constitués d'éléments stabilisant la phase β ou par un regain d'intérêt pour des matériaux déjà éprouvés comme le Ti-6Al-4V.

Au regard des enjeux liés aux approvisionnements en titane et aux traitements des déchets issus de son exploitation, il est impératif pour l'avenir de trouver de nouvelles voies d'élaboration et de conception. En effet, la complexité et le coût de sa méthode d'extraction en font un matériau cher pour un matériau de structure et sous-utilisé malgré ses propriétés intrinsèques. De plus, pour des questions écologiques, le développement de nouvelles méthodes de recyclage du "scrap" (déchets du titane) a un intérêt tant économique que stratégique en l'absence de technologies capables de diminuer les prix de production du titane.

Un des objectifs des différents acteurs du marché du titane est de concevoir des alliages avec des propriétés mécaniques optimales, parmi les plus importantes, on trouve la ductilité, définie comme étant la capacité d'un matériau à se déformer plastiquement sans se rompre, et la contrainte d'écoulement, qui est le niveau de contrainte nécessaire pour déformer un matériau de manière permanente. Ces deux propriétés déterminantes pour des matériaux de structure, tant du point de vue de la fabrication que de celui des performances, sont conditionnées par la microstructure des alliages.

Une des variables importantes qui caractérisent la microstructure des métaux est la taille des grains. Depuis longtemps, il est acquis par les métallurgistes que l'affinement de la taille des grains entraîne une amélioration des propriétés mécaniques et notamment une hausse de la contrainte à partir de laquelle le matériau subit une déformation plastique. Cette relation entre taille de grains et limite d'élasticité est connue sous le nom de loi de Hall-Petch.

Les matériaux métalliques nanocristallins (taille de grains comprise entre 30 à 100 nm) ou à grains ultra-fins (taille de grains comprise entre 100 à 1000 nm) possèdent des propriétés mécaniques particulièrement remarquables comparées aux matériaux à gros grains, ils présentent en effet une limite d'élasticité élevée. Mais cette augmentation de la contrainte d'écoulement s'accompagne généralement d'une perte de la ductilité. Ces dernières années, l'optimisation continue de la chaîne d'élaboration permet de conférer à l'alliage une microstructure souhaitée. À partir de là, plusieurs stratégies, plus ou moins efficaces, ont été suivies pour répondre au manque de ductilité de ce type de matériaux, par exemple une distribution bimodale ou multimodale des grains, un contrôle de la fraction des macles, une maîtrise des fractions volumiques des grains ... La Métallurgie des Poudres est alors une voie possible pour concevoir ces microstructures aux propriétés prédéfinies, des procédés de mise en forme tels que le frittage flash (SPS), la compaction isostatique à froid (CIP), la compaction isostatique à chaud (CIC ou HIP en anglais) vont avoir une incidence directe sur les caractéristiques mécaniques et morphologiques des matériaux tout comme les procédés de déformation plastiques sévères également utilisés. On peut citer l'Equal Channel Angular Extrusion (ECAE), l'Accumulative Roll Bonding (ARB) ou le High Pressure Torsion (HPT), etc.

Ce travail de thèse, effectué au sein du laboratoire LSPM, s'inscrit dans le cadre du projet ANR intitulé HighS-Ti « High Strength Ti-based alloys with harmonic structure : Processing, Mechanical properties and Modeling » ayant pour objectif la conception et le développement de microstructures dites harmoniques au moyen de la métallurgie des poudres. Ce projet est réalisé en collaboration avec plusieurs partenaires scientifiques, l'Institut P' de Poitiers, l'Institut Jean Lamour (IJL) de Nancy, le Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales (CEMES) de Toulouse et l'Université Ritsumeikan à Kyoto au Japon.

Ce projet se situe dans la droite ligne de la précédente ANR MIMIC « Méthodes en Ingénierie de MICrostructures multi-échelle de types métal/métal : Propriétés Mécaniques et Modélisation Micromécanique » pilotée par le LSPM durant laquelle une expertise certaine a été obtenue dans l'élaboration et le contrôle de structures bimodales.

Dans le cadre de l'ANR HighS-Ti, un nouveau concept combinant déformation plastique sévère (par broyage de poudres micrométriques) et frittage flash, est mis en œuvre permettant de concevoir des matériaux massifs présentant une microstructure dite harmonique, constituée d'un cœur multi-cristallin (ou "core") à gros grains entourée d'une coquille (ou "shell") à grains ultra-fins. Ces matériaux offrent un bon compromis entre ductilité et résistance mécanique.

L'objectif à long terme de ce travail de recherche est une optimisation de la structure harmonique. Dans cette optique, la structure harmonique sera comparée à une structure dite conventionnelle monomodale afin d'identifier la contribution de l'agencement harmonique (core + shell) sur les propriétés mécaniques macroscopiques des matériaux ainsi élaborés et de déterminer les mécanismes sous-jacents.

D'une manière générale, ce travail de thèse portera sur la caractérisation du comportement mécanique du titane et de certains de ses alliages soumis à des essais de cisaillement monotone et cyclique. Dans le cadre de cette étude, trois matériaux seront étudiés, le titane pur (Ti) de type α , un alliage de type α/β , le TA6V (Ti6Al4V) et un alliage purement β , le TNZ (Ti-25Nb-25Zr). Une analyse de l'écrouissage et des contraintes sera présentée. Des observations au microscope électronique à balayage (MEB) viendront compléter cette analyse.

La finalité étant une meilleure compréhension des mécanismes de déformation agissant sur cette structure innovante, je tâcherai de répondre à plusieurs interrogations. La structure harmonique est-elle une réponse à l'antinomie de la ductilité et de la contrainte d'écoulement ? Les matériaux à structure harmonique possèdent-ils de meilleures propriétés mécaniques que les mêmes matériaux ayant des structures plus classiques ? Et de manière plus générale, la structure harmonique d'un élément pur est-elle plus performante que celle d'un alliage ? A terme, est-il envisageable de produire des pièces de structure plus fiables offrant le meilleur compromis en termes de combinaison de propriétés mécaniques.

Pour ce faire, le manuscrit s'articule autour de 5 chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique du titane et de ses alliages. Les éléments d'addition, les classes et les microstructures des alliages sont évoqués. De plus, les mécanismes de déformation propres au titane y sont abordés. Les mécanismes de durcissement sont présentés tout comme la partition des contraintes utilisée pour l'analyse des essais de cisaillement cyclique.

Le deuxième chapitre est dédié à la présentation des outils de caractérisations et des méthodes expérimentales utilisées durant cette étude. Le protocole de préparation des échantillons est détaillé. Les étapes du procédé d'obtention de la structure harmonique sont précisées.

Le troisième chapitre expose l'ensemble des résultats expérimentaux. Il est divisé en trois parties, chacune correspondant à un matériau. Chaque partie est constituée des courbes issues des essais de cisaillement, de l'analyse du taux d'écrouissage, de la partition des contraintes et enfin d'une caractérisation post-mortem des structures par EBSD.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude du comportement de la structure harmonique en grande déformation obtenue par laminage à froid.

Le cinquième chapitre est une discussion plus globale sur le comportement de la structure harmonique. Les faits marquants relevés au chapitre III y sont repris et commentés. Des exemples de la littérature viennent étayer la discussion.

Enfin une conclusion générale vient clore ce manuscrit en donnant un bilan du travail effectué et en précisant les perspectives envisageables au terme de ces travaux de recherche.

CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans ce chapitre, les enjeux techniques et économiques liés à l'utilisation du titane sont exposés. Pour être à même d'interpréter le comportement mécanique du titane, il est nécessaire de rappeler ici certains aspects de sa métallurgie et de préciser la nature des mécanismes de déformation et de durcissement influençant son comportement.

1 Introduction

De la découverte du titane jusqu'à sa mise en œuvre, ce paragraphe expose les enjeux techniques et économiques liés à l'exploitation et à l'utilisation de ce métal stratégique, aujourd'hui présent dans de nombreux secteurs d'activité.

Un peu d'histoire...

Neuvième élément suivant l'ordre décroissant d'abondance sur Terre et quatrième métal structural dans la liste des métaux derrière le fer, l'aluminium et le magnésium, le titane se présente dans la plupart des cas sous la forme de quatre minerais, le rutile, l'ilménite, le leucoxène et les scories. Il fut découvert la première fois en 1791 dans un minerai de Menachanite par un passionné de minéralogie le révérend anglais William Gregor, sans qu'il puisse être clairement identifié. En 1795, le chimiste allemand Martin Heinrich Klaproth analyse un rutile provenant de Hongrie et isole à nouveau le même oxyde. Klaproth le désigne alors comme nouvel élément chimique et le baptise titane (Ti dans la classification périodique des éléments) en référence aux titans, ces divinités géantes de la mythologie grecque, dotées d'une force incroyable et de capacités extraordinaires !

Une utilisation industrielle tardive...

Pendant plus de 100 ans, les premières tentatives d'exploitation du titane sont plutôt laborieuses. Il faudra attendre 1910, date à laquelle le chimiste américain Matthew Hunter réussit pour la première fois à produire du titane pur à l'aide de sodium. Le titane sera alors principalement utilisé sous sa forme rutile pour sa pigmentation blanche. Vers 1940, un scientifique de Luxembourg nommé William Kroll met au point un procédé de purification au magnésium permettant de produire du titane métallique. Le titane est alors appelé "éponge de titane" en rapport avec son apparence poreuse et spongieuse. Ce procédé d'extraction, qui évite la manipulation dangereuse du sodium, est encore largement utilisé de nos jours et porte le nom de son inventeur, la méthode Kroll. La généralisation de ce procédé d'extraction permet une production à l'échelle industrielle qui commence après la Seconde Guerre mondiale et se poursuit dans les années 1950 par l'addition d'aluminium dans le but de rendre le titane plus résistant. On voit alors apparaître les premiers alliages de Ti-5Al-2,5Sn suivis du Ti-6Al-4V. De nos jours, il existe une trentaine de famille d'alliage disponible pour répondre aux différents besoins industriels.

Des caractéristiques mécaniques attrayantes...

Le titane et ses alliages présentent des caractéristiques remarquables par rapport aux autres métaux courants. La masse volumique des matériaux à base de titane varie entre $4,43 \text{ g/cm}^3$ et $4,84 \text{ g/cm}^3$ ce qui la situe entre celle de l'aluminium et celle du fer. Par contre la résistance spécifique (rapport résistance mécanique/masse volumique) est nettement supérieure à celle des autres matériaux. Toutefois, l'addition de certains éléments d'addition (notamment le vanadium) va alourdir les alliages qui auront alors une masse volumique plus élevée que le titane pur. Cette relation exceptionnelle entre rigidité et densité, associée à des propriétés mécaniques élevées (charge à la rupture pouvant atteindre 1,5 GPa) et d'excellentes propriétés de résistance à la corrosion font du titane et de ses alliages des métaux de choix pour de nombreuses applications. Néanmoins, dans un système mécanique où les pièces sont animées d'un mouvement relatif, leur utilisation est limitée en raison de leur mauvais comportement en frottement. Les alliages de titane présentent un haut point de fusion et manifestent une bonne tenue mécanique à chaud jusqu'à 600 °C environ. À des températures plus élevées, ils peuvent se charger en impuretés (oxygène ou hydrogène par exemple) et voir leurs propriétés mécaniques altérées. Il est important de rappeler que les propriétés mécaniques finales dépendent directement de la composition de l'alliage et de la microstructure (proportion et morphologie des phases) obtenue suite à des traitements thermiques et thermomécaniques.

Une multitude d'applications...

Aujourd'hui les domaines d'utilisation du titane et des alliages de titane sont divers et variés. La combinaison des hautes performances mécaniques et de sa légèreté accrue fait des alliages de titane un matériau majeur dans les secteurs de l'aéronautique et de l'aérospatiale pour lesquels ils offrent la possibilité d'alléger les structures tout en gardant la même résistance. On les retrouve notamment dans les pales d'hélicoptère, les aubes et disques des turbomachines, les turbines, les trains d'atterrissage. À basse température, ils conservent de bonnes propriétés mécaniques d'où des applications dans les domaines cryogéniques (réservoirs de fluide cryogénique, éléments de pompe). L'excellente biocompatibilité et bioadhésivité des alliages de titane explique l'intérêt croissant que leur portent le domaine médical et la biotechnologie. En effet, les tissus de l'organisme tolèrent sa présence sans que l'on observe de réactions allergiques du système immunitaire ce qui favorise la croissance de cellules sur les implants, de plus, le module d'élasticité assez faible de ces alliages, compris entre 70 et 110 GPa, est proche de celui de l'os humain qui se situe lui entre 10 et 30 GPa.

Cette faible différence de rigidité permet un meilleur transfert des contraintes entre l'os et l'implant ce qui stimule la régénération osseuse. On retrouve les alliages de titane dans les implants dentaires, les vis et les plaques orthodontiques, les prothèses de hanche, les composants de valves cardiaques, les pacemakers et même dans les piercings. La résistance à la corrosion des matériaux à base de titane est due au phénomène de passivation qu'ils subissent. Il se forme à la surface un film protecteur de quelques nanomètres d'épaisseur constitué majoritairement d'oxyde de TiO_2 . Cette résistance à la corrosion leur confère de bonnes propriétés dans des environnements hostiles ou agressifs (milieu salin par exemple), ils seront utilisés pour cette raison dans les plateformes pétrolières et également dans l'industrie chimique (échangeurs). Ces dernières années, les alliages de titane sont de plus en plus présents dans des domaines dits grand public (montures de lunettes, bracelets de montre...) et dans le domaine sportif pour lequel le rapport poids/résistance est un avantage (cyclisme, tennis, golf...).

Et demain, quel avenir pour le titane ?

Les réserves mondiales encore inexploitées de titane sont estimées à 2 milliards de tonnes, quant à la demande mondiale, elle avoisine les 50 000 tonnes par an et est principalement destinée au secteur aéronautique. Ces minerais sont présents dans de nombreux pays, ceux qui en produisent le plus sont l'Australie, l'Afrique du Sud, le Canada, les USA, la Norvège, la Chine et l'Ukraine. Seulement 6 % de la production annuelle mondiale est exploitée sous forme de métal. L'essentiel de la production est destiné à la fabrication de pigments blancs, présents notamment dans les plastiques et les peintures. Les prédictions prévoient une hausse annuelle de la demande d'environ 4 % pour les prochaines années. Bien que le titane demeure une ressource abondante sur Terre, cette demande croissante représente un enjeu majeur pour l'avenir du titane pour des questions financières et aussi écologiques. L'extraction de l'éponge de titane est un processus complexe qui représente un coût élevé comparé aux autres métaux, de plus, le marché financier connaît des flambées de prix liées à l'activité du principal acteur du marché, l'industrie aéronautique. Le recyclage du titane constitue un pari capital pour son devenir. Actuellement 20 % des déchets issus de la production mondiale sont recyclés. Une réflexion est en cours portant sur le développement de techniques de réintroduction du titane recyclé dans la chaîne de fabrication et sur la mise en place de méthodes de conditionnement et de tri des matières premières.

Pour conclure...

Le titane et les alliages de titane sont des matériaux techniquement éprouvés qui marient légèreté, résistance mécanique et biocompatibilité, dont les domaines d'application ne cessent de croître et de se diversifier. La recherche permanente de matériaux toujours plus performants a favorisé leur essor.

2 Généralités sur le titane

À l'état naturel, le titane existe sous deux formes cristallines différentes. En fonction de la température, il peut cristalliser en une phase α ou en une phase β . Cette transformation réversible a lieu lorsque la température de transition est atteinte. Le titane étant un métal de transition, des éléments d'addition peuvent entrer en substitution ou en insertion dans le réseau initial et modifier le domaine de stabilité de ces deux phases.

Pour les alliages de titane, la température de transition $\beta \rightarrow \alpha$ est fortement influencée par ces éléments d'addition. Ils peuvent modifier la structure cristallographique et privilégier une microstructure par rapport à une autre en influençant le processus de germination et de croissance des phases. Les différentes structures cristallographiques ainsi obtenues modifient les propriétés mécaniques des alliages de titane et il est alors possible d'identifier et de classer différentes classes d'alliage. On distingue les alliages de type α , les alliages de type β et les alliages de type $(\alpha+\beta)$.

2.1 Cristallographie du titane

Le titane pur présente deux structures cristallographiques différentes en fonction de la température de maintien. À la température de 882 °C, il subit une transformation allotropique. Cette température, nommée "transus β " (T_β), caractérise le passage d'une maille cubique centrée à haute température nommée β , à une maille hexagonale compacte nommée α . Cette transformation est illustrée sur la figure 1.

La phase hexagonale α est stable pour des températures inférieures au transus et présente les paramètres de maille $a = 0,295$ nm et $c = 0,468$ nm [1] soit un rapport de maille " c/a " de 1 586 légèrement inférieur au rapport théorique idéal de compacité qui est de 1 633 pour un système hexagonal [2][3][4]. De ce fait, le plan de base de la phase α , le plan (0001), n'est plus le seul plan de grande densité, il perd cette caractéristique au profit de plans plus denses, les plans

prismatiques (1010) ou pyramidaux (1011) selon les éléments d'alliages. Il en résulte une multitude de plans de glissement ou de maclage expliquant la ductilité importante du titane par rapport à d'autres métaux hexagonaux [5]. La phase cubique β est stable du transus jusqu'à la température de fusion de 1670 °C [6] et présente un paramètre $a = 0,332 \text{ nm}$.

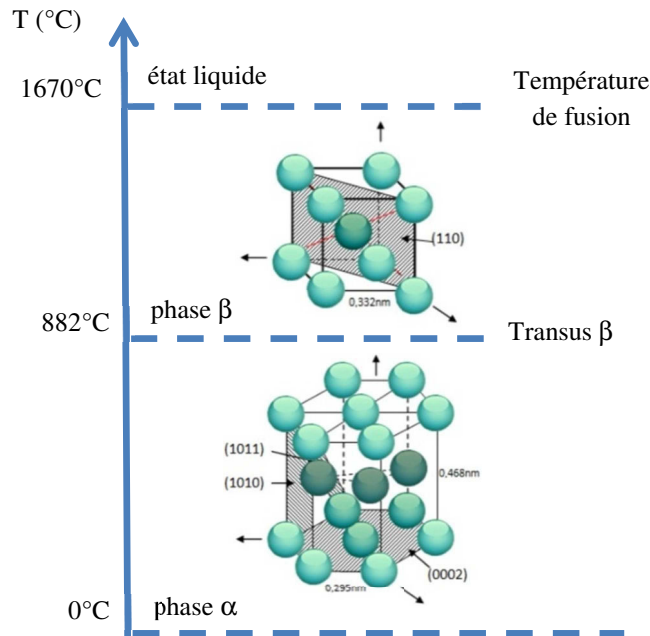


Figure 1 : Structure cristallographique du titane en fonction de la température.

La transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$ présente les spécificités d'une transformation martensitique selon le mécanisme proposé par Burgers pour le zirconium [7] et a été confirmée plus tard pour le titane [8][9][10]. La figure 2 montre que le passage de la forme cubique centrée à la forme hexagonale, activée lors du refroidissement, est obtenu par un faible déplacement de quelques atomes et par leur réarrangement. Ce passage a lieu sans aucun mécanisme de diffusion, c'est à dire sans germination ni croissance d'où une très forte hérédité structurale [11].



Figure 2 : Transformation allotropique β (cubique centrée) \rightarrow α (hexagonale compacte) [40].

Les correspondances cristallographiques ou relations de Burgers reliant ces deux phases sont $(110)_\beta // (0001)_\alpha$ et $[111]_\beta // [1120]_\alpha$.

S'il est démontré durant cette transformation l'absence de mécanisme de diffusion, il est montré que cette transformation a pour origine un mécanisme de cisaillement avec germination athermique et lors d'un refroidissement lent (environ 2 °C/min), cette germination peut être suivie d'une croissance thermiquement activée [12].

Il a également été montré, dans le cas d'une transformation isotherme ou dans le cas d'un refroidissement lent que les relations d'orientations cristallographiques étaient conservées entre cette nouvelle phase α et la phase mère β [13][14]. Il existe donc des mécanismes diffusionnels agissant sur des déplacements atomiques de plus longues distances activés par un processus de germination puis de croissance plus classique.

De plus, si on répète cette transformation plusieurs fois en passant à chaque fois par le transus β , l'orientation initiale est conservée, ce qui confère un caractère thermoélastique à cette transformation [15] et qui caractérise la forte hérédité structurale du titane [16] [17]. La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est donc constituée d'une étape de germination athermique et d'une étape de croissance isotherme contrôlée par diffusion et dépendant de la vitesse de refroidissement [18].

2.2 Influence des éléments d'addition

Pour optimiser les propriétés des alliages de titane, on procède à l'addition d'éléments chimiques. Le titane, métal de transition, a une grande aptitude à former avec d'autres métaux (Al, V, Mo, Nb...) et certains non-métaux (H, C, N, O...) des alliages ou des solutions solides avec des éléments ajoutés dans le réseau, soit en insertion pour des atomes de faible rayon soit en substitution pour des atomes de rayon plus important [19]. Le rayon de ces atomes ne doit pas excéder de +/- 20 % celui du titane [20].

Ces éléments d'addition modifient la température de transformation allotropique (en l'augmentant ou en la diminuant) et agissent sur le domaine de stabilité des phases. L'addition d'un élément d'alliage complexifie le diagramme des phases en faisant apparaître un domaine biphasé $\alpha+\beta$. En fonction de leur influence sur cette stabilité, on distingue les éléments alphasènes, les éléments bêtagènes et les éléments neutres [18] [21] [22] (Tableau 1).

Éléments	Diagramme de changement de phase	Éléments d'alliage		
		insertion	substitution	
Alphagènes		azote carbone oxygène	aluminium	
Bêtagènes	isomorphes			molybdène niobium vanadium rhénium tantale
	eutectoïdes		hydrogène	chrome cobalt cuivre fer manganèse nickel silicium
Neutres			étain hafnium zirconium	

Tableau 1: Diagramme de changement de phase en fonction des éléments d'addition [22] [59].

2.2.1 Les éléments alphagènes (α -gènes)

Ils étendent le domaine de stabilité de la phase alpha ce qui entraîne une augmentation du "transus β ". En accélérant le processus de formation de la phase β , ils donnent naissance à un domaine biphasé $\alpha + \beta$. Les α -gènes sont principalement des éléments d'insertion. De par leur faible rayon atomique, l'oxygène, l'azote, le bore, le carbone vont s'insérer dans la maille en déformant le réseau cristallin. Certains éléments quant à eux, forment une solution solide de substitution, c'est le cas de l'aluminium.

L'aluminium est le principal élément alphagène utilisé dans les alliages de titane. En effet, il offre une très grande solubilité à la fois dans la phase α et dans la phase β . Tout comme l'azote, le carbone [23] ou l'oxygène [24] [25], l'aluminium [26] permet un durcissement de la phase α et une augmentation de la résistance mécanique en stabilisant le rapport c/a de la maille ce qui entraîne une diminution de la plasticité et donc cette augmentation. Mais ils ont tous pour effet de diminuer la ductilité, c'est pourquoi ils ne sont présents qu'en faible proportion.

L'azote, le carbone et l'oxygène occupent les sites interstitiels du réseau hexagonal et entraînent une modification des paramètres de la maille cristalline. Il en résulte une diminution du nombre de plans de glissement et donc l'alliage est moins ductile à température ambiante. Quant à l'aluminium, sa teneur dans les alliages n'excède que rarement les 6 % en masse, car au-delà il y a précipitation d'un composé intermétallique Ti_3Al [27] qui est une phase fragilisante pour l'alliage. Ils existent d'autres éléments alphagènes tels que le bore ou le germanium, mais beaucoup moins soluble dans les deux phases que l'aluminium, ils sont moins répandus dans la conception des alliages de titane.

2.2.2 Les éléments bêtagènes (β -gènes)

Ils étendent le domaine de stabilité de la phase β entraînant une diminution du "transus β ". Ils sont classés en deux catégories, les isomorphes qui vont avoir tendance à stabiliser la phase β et les eutectoïdes qui vont donner naissance à des composés intermétalliques [22] [28].

Les éléments bêtagènes isomorphes sont exclusivement des éléments de substitution, formant une solution solide continue. Ils stabilisent la phase β à température ambiante par une réaction isomorphe. De structure cubique, ils sont miscibles dans la phase β du titane permettant un

accroissement de cette phase. Les principaux bêtagènes sont le molybdène, le niobium, le vanadium et le chrome. On trouve également le tantale et le rhénium, leur utilisation est limitée dans les alliages de titane au vu de leurs fortes densités.

Le molybdène va avoir pour effet d'améliorer la résistance et la ductilité et d'augmenter la tenue à l'oxydation. Il évite la précipitation grossière de Ti_3Al et retarde sa fine précipitation généralisée. L'ajout de niobium va permettre à la fois d'augmenter la résistance et d'alléger l'alliage. Le vanadium lui, va augmenter la ductilité, mais va diminuer la tenue à l'oxydation. En solution dans la phase α , il réduit le rapport c/a et va par conséquent diminuer la tendance à la fragilisation des alliages riches en aluminium. Le chrome améliore la trempabilité et après vieillissement, il permet une bonne combinaison résistance/ténacité.

Les éléments bêtagènes eutectoïdes permettent de stabiliser la zone β par une réaction eutectoïde donnant naissance à deux nouvelles phases (tableau 1). Ces éléments ont, d'une manière générale, des structures différentes c'est pourquoi ils ne sont que partiellement miscibles dans la phase β . De plus, ils présentent le désavantage de favoriser la formation de précipités intermétalliques.

On trouve dans cette catégorie le manganèse, le nickel, le cuivre ou encore le cobalt. Mais les plus couramment utilisés sont le chrome, le fer ou le silicium. Le chrome a pour effet d'augmenter la résistance mécanique, mais entraîne une baisse de la ductilité contrairement au fer qui offre un bon compromis entre résistance, ductilité et fluage. Il permet également de travailler à de basses températures, car il diminue considérablement le "transus β ". Le silicium lui améliore la tenue au fluage par la formation de précipités de siliciure. Mais en grande proportion, il diminue la ductilité c'est pourquoi sa teneur est généralement limitée à 1 %.

Également dans cette catégorie, l'hydrogène [23], qui contrairement aux autres éléments bêtagènes n'est pas un élément en substitution, mais en insertion dans les sites tétraédriques [29]. Lors d'une déformation à chaud, il va augmenter de manière significative la ductilité et diminuer la résistance mécanique [30]. Par contre, lors d'une déformation à froid, il va être un élément fragilisant entraînant une diminution de la ductilité et de la résistance aux chocs [31]. L'influence de l'hydrogène sur les alliages de titane est liée à la formation d'hydrures qui vont modifier les propriétés mécaniques [32].

2.2.3 Les éléments neutres

Ces éléments n'ont que peu ou pas d'influence sur le "transus β ". La structure cristallographique n'est pas modifiée par contre ils permettent de faire varier les propriétés mécaniques. Ils sont considérés comme neutres que s'ils ne sont présents qu'en faible proportion. Ce groupe est essentiellement constitué de l'étain, du hafnium et du zirconium. Ce sont tous des éléments en substitution dans la maille du titane.

L'étain, partiellement miscible dans la phase α , est un élément neutre eutectoïde qui va permettre un durcissement de la solution solide en réduisant la mobilité des atomes de la structure hexagonale par une interaction chimique avec ces atomes. Il n'a aucun effet sur la température de transformation T_β . Il permet un bon compromis entre résistance mécanique et ductilité aux températures cryogéniques et améliore le fluage. Quant au zirconium, il est soluble aussi bien dans la phase α que dans la phase β et il durcit à la fois, la phase α et la phase β en stabilisant les défauts d'empilement. C'est un élément neutre isomorphe ne formant pas des précipités et modifiant que très peu le "transus β ". Comme l'étain, il améliore le compromis résistance/ductilité pour les alliages $\alpha+\beta$.

Toutefois, l'étain et le zirconium sont souvent considérés comme étant des éléments alphagènes. En effet, l'étain peut se substituer à l'aluminium dans la phase hexagonale ordonnée $Ti_3Al(\alpha_2)$ et, en présence d'aluminium, il a les mêmes propriétés qu'un élément alphagène. Le zirconium, quant à lui, a des propriétés chimiques proches de celles du titane α .

Il est possible d'évaluer l'effet global des éléments d'alliage en introduisant un concept d'équivalence entre les éléments. Deux indicateurs $Al_{\acute{e}q}$ (aluminium équivalent) et $Mo_{\acute{e}q}$ (molybdène équivalent) permettent de quantifier le pouvoir alphagène ou bêtagène des éléments d'addition en prenant en compte le poids de chaque élément [33] [34].

Avec pour référence l'aluminium, le pouvoir alphagène est déduit en comparant le pouvoir durcissant des éléments en solution solide et est défini par :

$$Al_{\acute{e}q} (\% \text{ massique}) = Al + \frac{Sn}{3} + \frac{Zr}{6} + 10 \cdot O_2$$

Avec pour référence le molybdène, le pouvoir bêtagène est basé sur les teneurs minimales des éléments d'alliage nécessaires pour conserver la phase β à l'état métastable (à température ambiante) et est défini par :

$$Mo_{\text{éq}} (\% \text{ massique}) = Mo + \frac{Fe}{0,35} + \frac{Cr}{0,6} + \frac{Cu}{1,3} + \frac{Ni}{3,6} + \frac{V}{1,5}$$

À partir de ces deux indicateurs, il est possible de classer les alliages de titane, selon la nature de leur composition chimique, dans un diagramme $Al_{\text{éq}} / Mo_{\text{éq}}$ et de prédire leurs propriétés mécaniques (figure 3). Les alliages α possèdent une valeur $Al_{\text{éq}}$ élevée, les alliages β possèdent une valeur $Mo_{\text{éq}}$ élevée et les alliages $(\alpha+\beta)$ vont occuper une position intermédiaire sur le diagramme.

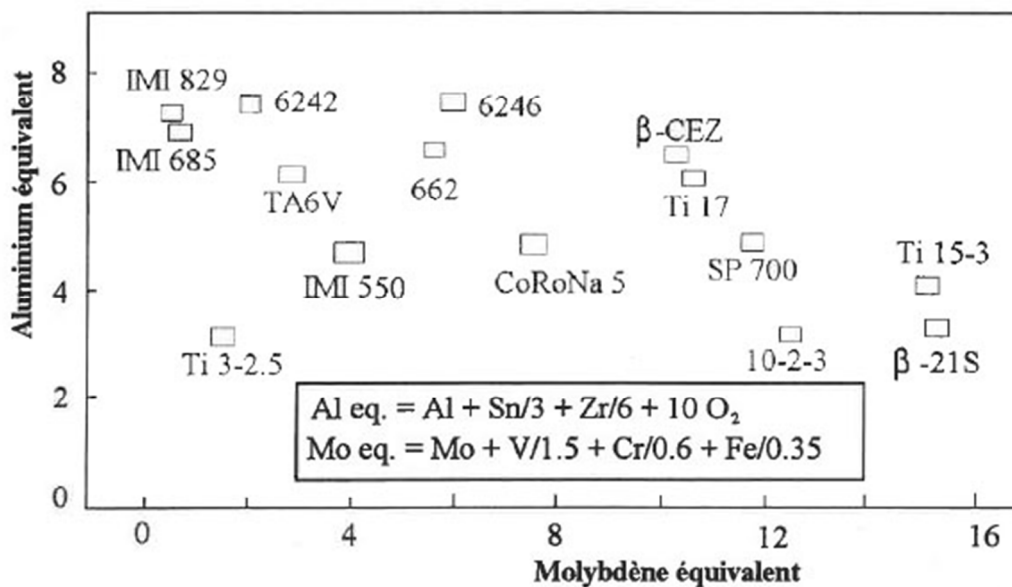


Figure 3 : Classification des alliages de titane dans un diagramme $Al_{\text{éq}} / Mo_{\text{éq}}$ [33]

2.3 Les classes d'alliages

Les éléments d'addition peuvent favoriser l'apparition d'une microstructure par rapport à une autre. En fonction de la teneur en éléments alphasgènes, bêtagènes ou neutres retenue pour une structure à température ambiante, on peut classer les alliages de titane en différentes catégories.

En prenant comme référence un diagramme pseudo-binaire où l'on a confondu les effets des différents éléments d'alliages, il est alors possible de faire apparaître trois grandes catégories (figure 4), selon le degré de stabilité de la phase β et la nature de la microstructure obtenue par trempe à partir du domaine β . On distingue les alliages de type α , les alliages de type β et les alliages de type $(\alpha+\beta)$. À température ambiante (20 °C), les alliages α sont 100 % α et les alliages β sont 100 % β . Les alliages $(\alpha+\beta)$ sont quant à eux mixtes, toutefois cette catégorie étant vaste, on peut identifier deux sous catégories, les quasi- α possédant peu de phase β -stable (donc proche des alliages α) et les quasi- β possédant peu de phase α (donc proche des alliages β) [35] [36].

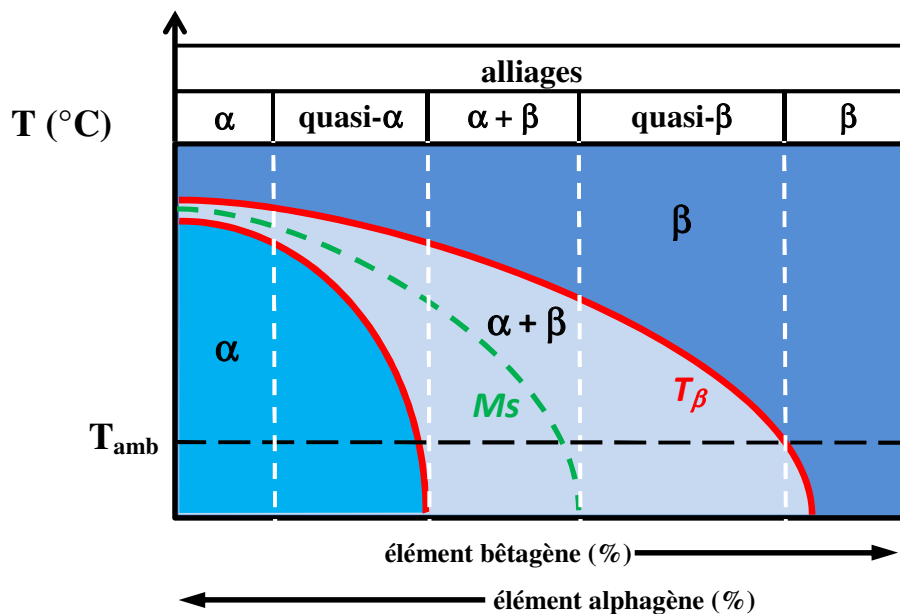


Figure 4 : Classification des alliages de titane en fonction de leur composition [36].

2.3.1 Les alliages de type α

Dans cette catégorie, on peut différencier deux groupes, les alliages α qui présentent exclusivement des éléments alphagènes et les alliages pseudo- α qui vont contenir soit une petite quantité d'éléments bêtagène (entre 1 % et 2 %) soit présenter une phase β de l'ordre de 5 % à 10 % [37].

Ces alliages sont majoritairement constitués de phase α ce qui ne permet pas à la phase β d'être retenue par trempe sous forme métastable à température ambiante c'est pourquoi leur structure est proche du 100% α . Cette structure hexagonale compacte les rend difficilement

déformables à froid, ils sont moins ductiles que les alliages ($\alpha+\beta$). Par contre pour les alliages pseudo- α , une faible quantité de phase β peut être retenue.

Ces alliages possèdent une faible limite d'élasticité par contre ils offrent une bonne stabilité sous contrainte à chaud et une bonne résistance au fluage jusqu'à 650°C (ils présentent un faible allongement). Ils sont donc utilisables à haute température. Ils opposent une bonne résistance à l'oxydation jusqu'à 1100°C et ont une certaine aptitude au soudage.

Ces alliages contiennent une quantité d'éléments d'addition suffisamment faible pour ne pas être sensibles aux traitements thermiques, réaliser un durcissement structural n'est donc pas possible. Pour augmenter la résistance mécanique, il faut soit modifier la taille des grains, soit contrôler la texture.

2.3.2 Les alliages de type β

On retrouve dans cette catégorie deux types d'alliages, les β -métastables et les β -stables (figure 5). Ils possèdent des caractéristiques mécaniques élevées et de bonnes aptitudes à la déformation à froid ce qui facilite leur mise en forme.

Les alliages β -stables présentent une microstructure exclusivement constituée de phase β à température ambiante quel que soit le mode de refroidissement, et ceci en grande proportion, ce qui entraîne une grande stabilité thermodynamique de la phase β . La teneur en élément d'addition est alors supérieure à 27 $Mo_{\text{éq}}$.

Les alliages β -métastables sont composés uniquement de phase β à température ambiante qui est obtenue par un refroidissement rapide sans précipitation de phase. En effet, leur faible teneur en élément d'addition, proche de 10% $Mo_{\text{éq}}$, ralentit la cinétique de germination de la phase α si bien que seule la phase β est présente. On peut distinguer deux catégories, les alliages mécaniquement stables et instables. Les alliages β -métastables mécaniquement instables subissent une transformation de phase, sous l'effet d'une contrainte mécanique extérieure, appelée transformation martensitique sous contrainte qui est à l'origine des phénomènes de super-élasticité ou de mémoire de forme de certains de ces alliages.

Les alliages β -métastables peuvent donner naissance à une phase ω , elle aussi métastable, sous l'effet de traitements thermiques spécifiques. Cette nouvelle phase peut se présenter sous deux formes distinctes, la phase ω athermique (ω_{ath}) et la phase ω isotherme (ω_{iso}).

Une phase de structure orthorhombique α'' peut aussi être obtenue par transformation martensitique pour les alliages β les moins stables [28].

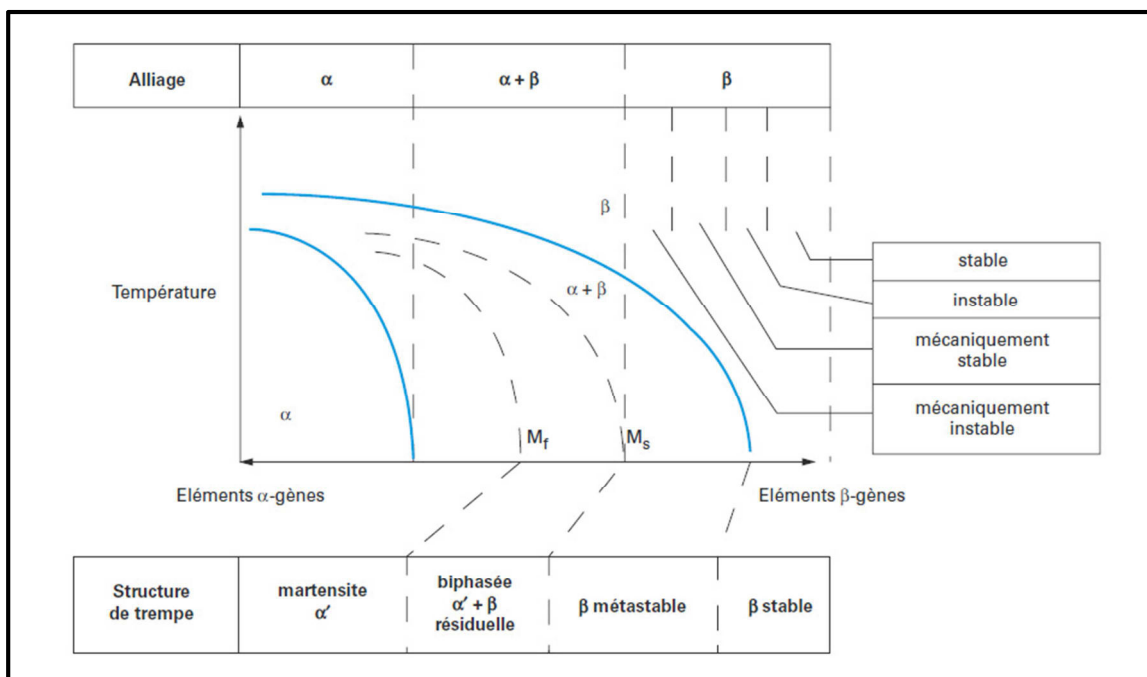


Figure 5 : Diagramme pseudo-binaire applicable aux alliages de titane [40].

2.3.3 Les alliages ($\alpha+\beta$)

Ces alliages contiennent à la fois les phases α et β , ils sont stables jusqu'à 450°C. Les éléments alphagènes et bêtagènes, présents en grande quantité, vont conduire à plusieurs mélanges en fonction de la proportion des deux éléments. Dans la zone du domaine ($\alpha+\beta$), cohabiteront donc plusieurs microstructures à température ambiante [37].

Ces microstructures tout comme leurs propriétés sont directement liées à la fraction volumique des deux phases, à la vitesse de refroidissement ainsi qu'aux traitements thermiques appliqués. En fonction de ces derniers, on peut obtenir une microstructure de type lamellaire ou de type équiaxe ou de type bimodal (composée de phase α primaire équiaxe (α_p) dans une matrice lamellaire $\alpha+\beta$) [38].

Les phases α et β vont se comporter de manière différente en fonction de la composition de l'alliage et du mode de refroidissement. Un vieillissement par revenu permet de retrouver une structure d'équilibre $\alpha+\beta$.

Pour une vitesse de refroidissement lente, la décomposition de la phase β fait intervenir un processus de germination puis de croissance via un phénomène de diffusion. La germination de la phase α sous forme de lattes ou de plaquettes a lieu au niveau des joints de grains puis elle se propage à l'intérieur des grains β . Plus la vitesse de refroidissement est lente, plus les aiguilles seront épaisses et formeront une structure lamellaire dite structure de Widmanstätten. Pour une vitesse de refroidissement rapide, depuis le domaine β , la phase β peut partiellement se décomposer soit en phase α' martensitique de structure hexagonale compacte présentant une structure sous forme d'aiguilles ou de plaquettes, soit en une phase métastable α'' de structure orthorhombique pour les alliages à forte teneur en éléments bêtagènes. Après une trempe, cette phase peut se transformer en une phase oméga athermique (ω_{ath}), après un recuit, elle donnera une phase oméga isotherme (ω_{iso}). Ces deux phases ω sont le lieu privilégié de nucléation de la phase α [39].

2.4 Microstructures des alliages de titane

2.4.1 Influence des différentes morphologies

Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane sont étroitement liées à leurs microstructures. Les propriétés telles que la résistance mécanique et la ductilité sont fortement influencées par la proportion et la morphologie des différentes phases, elles-mêmes dépendantes de l'histoire thermomécanique de l'alliage.

Suivant la nature du traitement thermomécanique appliqué et suivant la structure initiale, on distingue généralement trois grandes familles de morphologie dans les alliages de titane. Une structure en aiguilles ou lamellaire (ou encore aciculaire), une structure équiaxe ou globulaire et une structure bimodale formée des deux précédentes. La figure 6 présente les effets de la structure sur les principales propriétés d'emploi des alliages de titane.

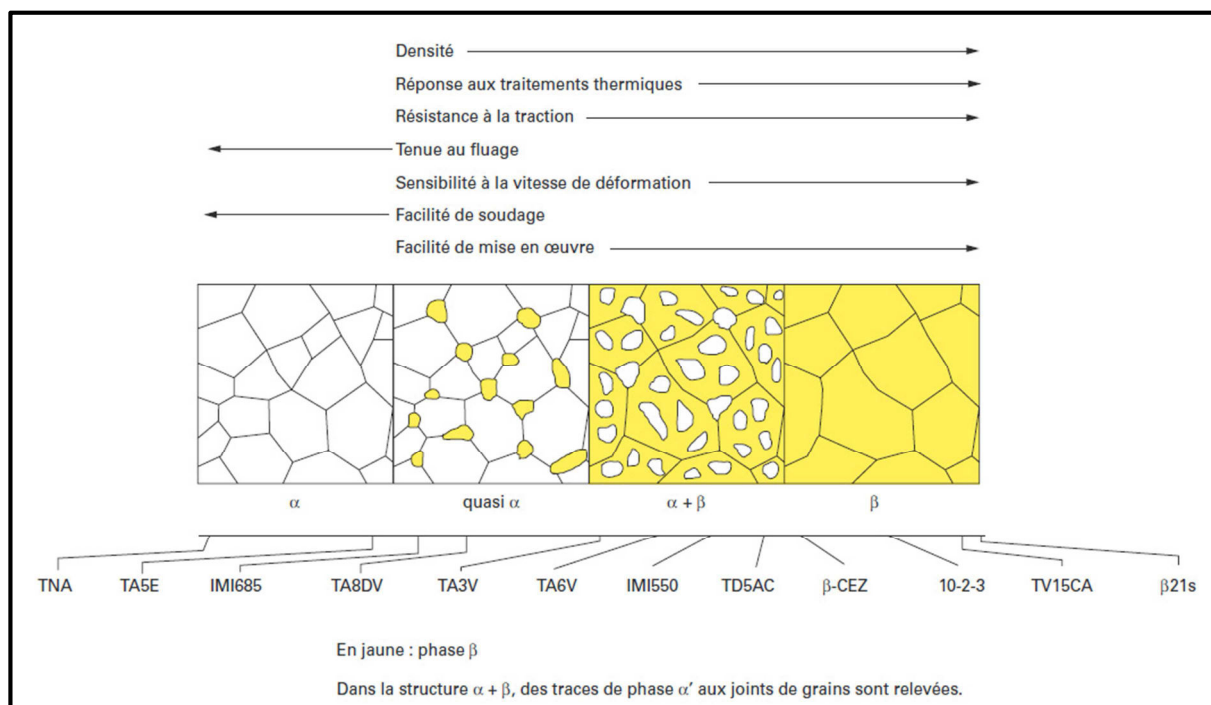


Figure 6 : Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques des alliages de titane [40].

2.4.2 Les différentes structures

Si pour le titane pur la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est sans diffusion, il n'en est pas de même pour les alliages. La vitesse de refroidissement agit sur la finesse et la morphologie des microstructures.

Pour un alliage de type α ou de type $(\alpha+\beta)$, un refroidissement rapide de la phase β va donner naissance à de fines aiguilles et former une structure α en aiguilles. Une diminution de la vitesse de refroidissement aura pour effet d'accroître le diamètre des aiguilles qui vont alors progressivement se transformer en lamelles de plus en plus épaisses et laisser place à une structure α lamellaire. La figure 7 présente une structure en aiguilles (7a) et une structure bimodale (7b) constituée de grains équiaxes et de fines aiguilles [38].

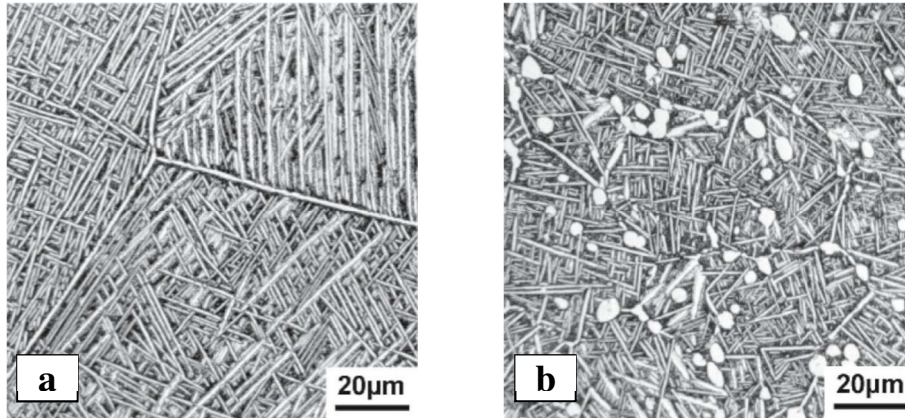


Figure 7 : Structures d'alliage de titane β CEZ, (a) fines aiguilles, (b) structure bimodale (globules + aiguilles) [38].

En faisant subir à la structure lamellaire un traitement thermomécanique approprié (traitement thermique ou déformation à chaud), il est possible de "briser" les lamelles α et de les faire recristalliser en nodules sphériques et obtenir une structure équiaxe. La figure 8 présente une structure lamellaire (8a) et une structure équiaxe (8 b) [40].

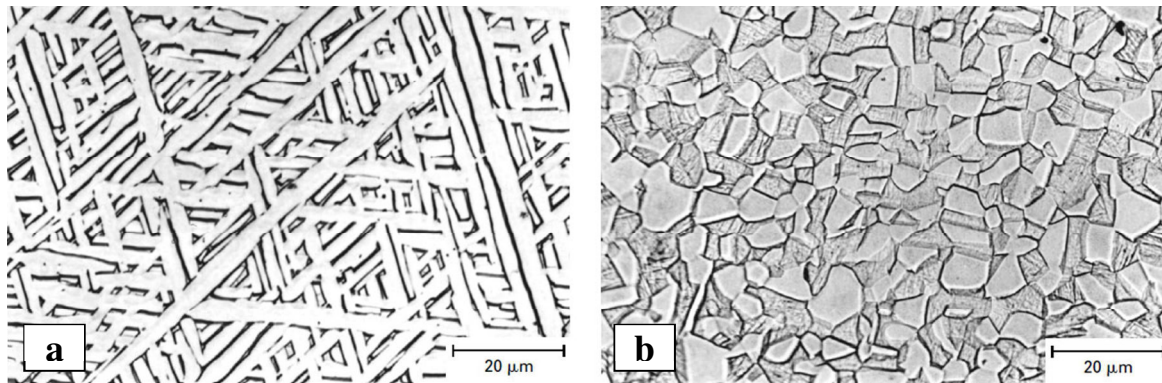


Figure 8 : Exemples de structure d'alliage de titane TA6V, (a) structure lamellaire, (b) structure équiaxe [40].

2.4.3 Nomenclature des différentes phases

Pour les alliages de titane de la famille ($\alpha+\beta$) ou β métastable, divers mécanismes de germination et de croissance permettent la formation de différentes phases lorsque ces alliages sont soumis à des traitements thermomécaniques [35] [40].

Les températures de transformation et la force motrice de transformation influencent la morphologie des phases qui va conditionner les propriétés et le comportement mécanique des alliages de titane [38] [41].

L'ensemble des phases qu'il est possible de rencontrer est répertorié ici.

Les phases α :

- α_{GB} : phase alpha primaire aux joints de grain. Elle précipite et croît le long des joints de grain des anciens grains β sous la forme de liserés épais et continus lors d'un refroidissement pour une température supérieure à $T\beta$.

- α_{WGB} : phase alpha primaire aux joints de grain de Widmanstätten. Elle germe aux joints de grain de la phase α_{GB} avec un angle de 90° ou de 120° , sous forme de lamelles qui croissent vers l'intérieur du grain. Les éléments d'alliage se diffusent alors, vers les lamelles pour les éléments alphagènes, vers l'extérieure pour les éléments bêtagènes.

- α_{Wi} : phase alpha primaire intragranulaire de Widmanstätten. Elle se développe à l'intérieur des anciens grains β . Elle se présente sous la forme de lamelles parallèles ou entrelacées plus ou moins larges en fonction de la durée des traitements thermiques et de la vitesse de refroidissement (plus la vitesse est lente, plus les lamelles seront larges).

- α_{SWi} : phase alpha secondaire intragranulaire de Widmanstätten. Elle résulte de la décomposition de la phase β métastable et apparaît sous l'effet des traitements thermiques. Elle a l'apparence d'aiguilles très fines.

- α_{PN} : phase alpha primaire nodulaire. Elle est le résultat d'un traitement thermomécanique réalisé dans le domaine $(\alpha+\beta)$ ayant pour but de "briser" les lamelles de α_P . Des fragments peuvent alors recristalliser et germer sous forme de grains α_{PN} . La taille des grains dépendra des conditions du traitement thermique (température et durée).

- α_S : phase alpha secondaire. Elle est issue de la décomposition de la phase métastable β_m de la matrice intragranulaire des anciens grains β . Elle apparait lors d'un refroidissement lent et prend l'aspect de petites plaquettes intégrées dans une matrice β située entre deux lamelles α . La largeur des plaquettes est influencée par la vitesse de refroidissement.

- α' : phase martensitique de structure intermédiaire entre la phase β et la phase α . Elle présente la structure hexagonale de la phase α , mais avec une composition proche de la phase β (avec une forte teneur en éléments bêtagènes) dont elle est issue. Elle prend l'aspect de fines aiguilles enchevêtrées. Elle apparaît lors d'un refroidissement rapide (trempe) à partir du domaine β .
- α'' : phase martensitique de structure intermédiaire entre la phase β et la phase α , présente dans les alliages fortement alliés. Elle possède une structure orthorhombique et apparaît soit sous l'action d'une contrainte externe pour les alliages β -métastables, soit à la suite d'une trempe, depuis le domaine β , pour les alliages ayant une teneur en éléments bêtagènes légèrement inférieure au niveau de stabilisation de la phase β . Elle a l'allure d'aiguilles très fines traversant les grains β .

Les phases β :

- β_p : phase bêta primaire. Elle est stable à haute température ($T > T_\beta$) et présente une microstructure équiaxe dont la taille des grains dépend de la température. Pour une température inférieure à la température du transus (T_β), la phase β_p n'est plus stable, mais la structure équiaxe de ces grains conditionne la formation des autres phases.
- β_m : phase bêta métastable. Elle correspond à la phase β_p hors équilibre retenue à l'ambiante. Au vu de sa composition chimique haute température, elle évolue en phase α sous l'effet d'un traitement thermique à une température inférieure à la T_β . Elle est présente lors de refroidissements lents.
- β_s : phase bêta stable à l'ambiante. Elle est la phase β_p retenue à l'ambiante. En raison de sa grande stabilité due à une concentration locale en éléments β -gènes suffisante, il n'est pas possible de la transformer par traitement thermique à une température inférieure à T_β .
- β_t : phase bêta transformée. Elle est issue de la décomposition de β_p en structure lamellaire ($\alpha + \beta$) sous l'action d'un refroidissement lent. β_t n'est pas une phase à proprement parler, mais un grain β_p devenu β_m , constitué de lamelles de phase α dans une matrice β_m .

Les phases durcissantes et fragilisantes :

- ω : phase transitoire avant l'apparition de la phase α , elle est durcissante et fragilisante. De maille hexagonale, elle est généralement observée dans les alliages β -métastables qui contiennent une forte teneur en éléments bêtagènes. Elle existe sous deux variantes, l'une athermique (ω_{ath}) et l'autre isotherme (ω_{iso}). Cette phase prend des formes de fins précipités nanométriques.

- ω_{ath} : phase oméga athermique. Elle est une des deux variantes de la phase ω , elle apparait lors de trempes rapides depuis des températures supérieures à la $T\beta$. La transformation $\beta \rightarrow \omega_{\text{ath}}$ est sans diffusion et de type displacif compte tenu de la vitesse rapide de refroidissement. Elle possède la même composition que la phase β dont elle est issue. Les précipités sont de taille nanométrique.

- ω_{iso} : phase oméga isotherme. Elle est une des deux variantes de la phase ω , elle apparait lors de la décomposition isotherme (vieillessement) d'alliages β -métastables. Elle possède la même structure hexagonale que la phase ω_{ath} . La transformation diffusionnelle $\beta \rightarrow \omega_{\text{iso}}$ fait intervenir des mécanismes de germination et de croissance. Les précipités ont l'allure d'ellipse ou de cube dont la taille varie avec la température et la durée du vieillissement..

- ω_s : phase oméga sous contrainte. Elle apparait dans les alliages β -métastables mécaniquement instables suite à une déformation rapide ou à une déformation par choc ou encore lors d'une trempe. Les précipités ont une forme allongée et plate.

- **Ti₃Al** : phase intermétallique Ti₃Al. Elle apparaît lors de revenus dans un domaine de températures intermédiaire (450 à 700 °C). Elle possède une structure hexagonale, sa formation limite la solubilité de l'aluminium dans la phase α . Cette phase est extrêmement durcissante et aussi très fragilisante et impose souvent de limiter la teneur en masse à 7 % en aluminium. La phase γ **TiAl** peut être formée pour de fortes concentrations en aluminium.

3 Mécanismes de déformation dans le titane et ses alliages

3.1 Introduction

La déformation des matériaux est la conséquence macroscopique du déplacement de dislocations qui ont lieu à l'échelle microscopique. Lorsque l'on sollicite un matériau (en traction ou en compression par exemple), deux types de comportements peuvent apparaître. Le premier est un comportement dit élastique qui correspond à une déformation réversible caractérisée par une variation des distances interatomiques sans modification des sites. C'est-à-dire que les dimensions du matériau changent, mais il reprend sa forme initiale lorsque la sollicitation s'arrête. Le second est un comportement dit plastique qui caractérise une déformation irréversible, autrement dit on déforme de manière définitive le matériau lorsque cesse la sollicitation, ceci traduit un réarrangement de la position relative des atomes.

La plasticité des alliages de titane a pour origine différents mécanismes élémentaires tels que la création de dislocations, le mouvement ou l'annihilation de dislocations, les phénomènes de maclage ou encore une transformation martensitique. Ces mécanismes de déformation varient selon la composition de l'alliage et influencent les propriétés mécaniques.

3.2 Loi de Hall Petch/ influence de la taille des grains

La finesse et la morphologie des microstructures conditionnent les propriétés mécaniques des matériaux. De manière générale, la limite élastique d'un matériau dépend de la taille des grains qui le compose. Il a été montré qu'elle augmente lorsque la taille de grain diminue. Ce comportement est décrit par la loi de Hall-Petch [42][43].

$$Re = Re_{0,2 \%} + k \cdot d^{-1/2}$$

avec $Re_{0,2 \%}$ = limite élastique du monocristal
 k = coefficient de Hall-Petch
 d = diamètre du grain

Le phénomène a été décrit par Cottrell [44] comme étant la conséquence de l'interaction des dislocations avec les joints de grain. En effet, des empilements de dislocations se forment devant les joints, en se multipliant les dislocations entravent mutuellement leurs mouvements jusqu'à ce que la dislocation de tête soit soumise à une contrainte lui permettant de franchir le joint et de se transmettre au grain voisin.

Par conséquent, plus la taille de grain est petite, moins il y a de dislocations dans les empilements. La limite d'élasticité est atteinte pour une contrainte supérieure à celle d'un même matériau constitué de grains plus gros pour lesquels le nombre de dislocations dans les empilements sera plus élevé. Les joints de grain sont également des obstacles au glissement des dislocations et apportent donc leur contribution à la limite d'élasticité et à l'écrouissage.

La figure 9 permet de mettre en évidence trois domaines de tailles de grains pour lesquels la contrainte d'écoulement évolue de manière différente [45]. Pour un diamètre de grain $d > 100$ nm, le comportement décrit par la loi de Hall-Petch est respecté. Pour 10 nm $< d < 100$ nm, la loi devient approximative. Enfin, lorsque $d < 10$ nm, la pente est négative.

Énoncée il y a plus de cinquante ans, la loi de Hall-Petch est toujours utilisée dans le secteur des matériaux puisqu'elle permet de déterminer le niveau de contrainte à partir duquel un matériau se déforme plastiquement, selon la taille de ses grains. Toutefois, avec l'arrivée des matériaux nanocristallins, la validité de cette loi se pose. En effet, pour des tailles de grain inférieures à 20 nm, les prédictions ne sont pas toujours respectées, les mécanismes de déformation mis en jeu peuvent être différents des mécanismes habituellement rencontrés.

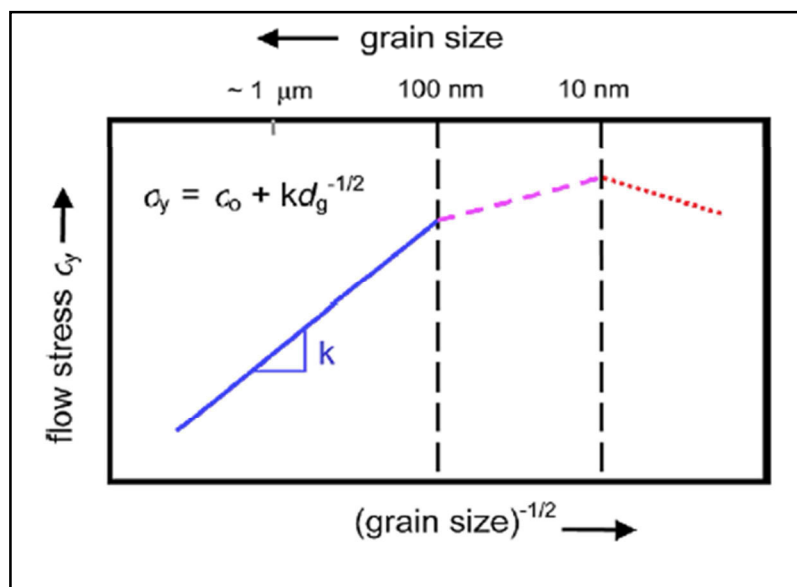


Figure 9 : Variation de la limite élastique en fonction de la taille de grain [45].

Des essais de traction réalisés sur du titane pur ont pu mettre en évidence une augmentation de la contrainte d'écoulement avec la diminution de la taille des grains pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} .

3.3 Concept de dislocations géométriquement nécessaires

Lorsque l'on déforme un matériau métallique, des dislocations sont générées et vont se mettre en mouvement, il va alors en résulter la déformation plastique. Ces dislocations peuvent être "stoppées puis stockées" ce qui va donner naissance à l'écrouissage.

La notion d'incompatibilité a été formulée dès les années 50 [47] [48] [49] [50]. Le concept d'Ashby de dislocations géométriquement nécessaires (GND pour Geometrically Necessary Dislocation) [51] est basé sur le fait que le stockage des dislocations, responsable du durcissement, a pour origine deux phénomènes différents. Le premier est l'interaction, durant leur déplacement, des dislocations entre elles ou avec des obstacles (mécanisme de forêt), le second repose sur l'idée qu'il est nécessaire d'assurer la compatibilité de la déformation entre les différentes zones du matériau.

Ashby distingue donc deux types de dislocations. Il identifie celles stockées sous l'effet du premier phénomène aux "dislocations statistiquement stockées" (SSD pour Statistically Stored Dislocation) et celles stockées sous l'action du second aux "dislocations géométriquement nécessaires".

La figure 10 illustre les différentes étapes du concept d'Ashby en s'appuyant sur la déformation plastique d'un matériau polycristallin. La première étape décrit la réaction du polycristal sous l'effet de la déformation plastique de tous les grains (figure 10a). Cette déformation résulte de la moyenne des déformations plastiques des différents grains. Par la suite, si chaque grain se déforme de manière uniforme, indépendamment les uns des autres, on se retrouve avec une structure présentant des vides et des chevauchements de matière qui viennent interrompre la continuité du matériau, qui se traduit par une incompatibilité de la déformation plastique (figure 10 b). Pour assurer la cohésion de la structure, il faut ajouter des déformations élastoplastiques par l'introduction de dislocations au niveau des joints de grain, dislocations qui vont restaurer la continuité géométrique de la structure (figure 10c) d'où leur nom de "dislocations géométriquement nécessaires" [52].

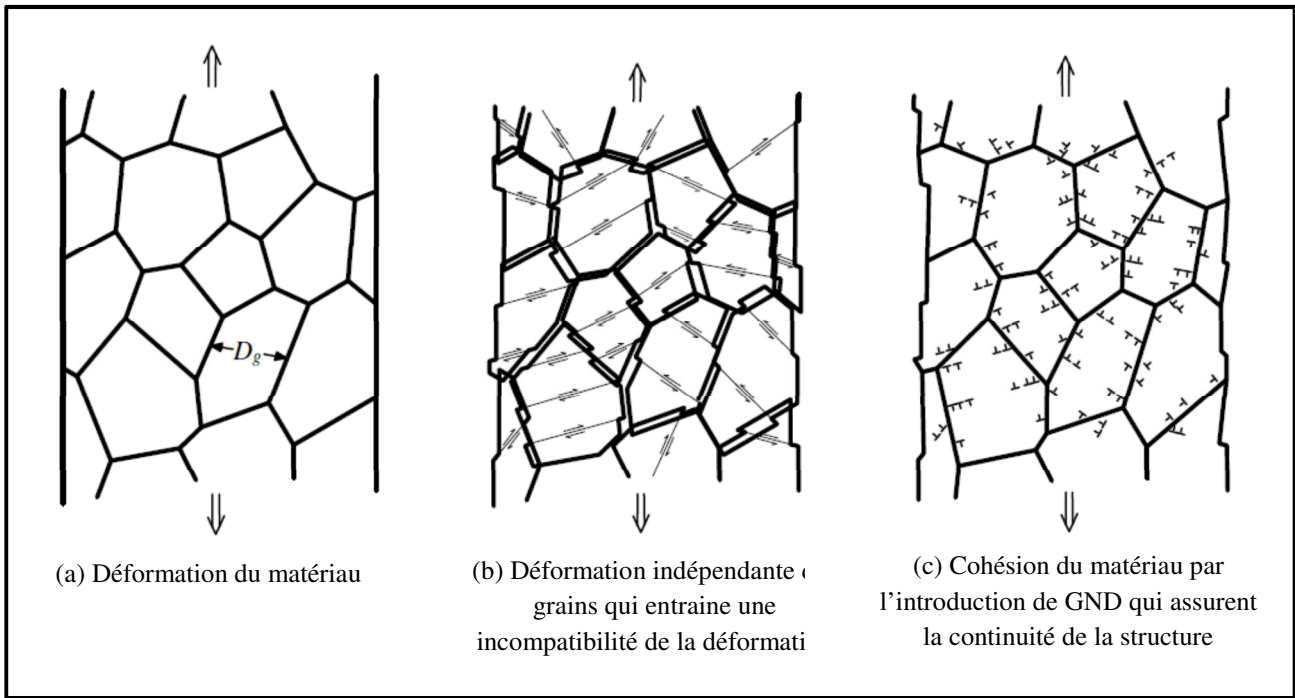


Figure 10 : Concept de dislocations géométriquement nécessaires, selon le concept d’Ashby [51].

Si Ashby différencie ces deux types de dislocations, c’est qu’elles produisent des champs de contraintes différents (figure 11). Les dislocations géométriquement nécessaires d’un volume élémentaire de référence (VER) étant toutes de même signe, elles vont engendrer des champs de contraintes qui vont s’additionner et générer des interactions à longue distance. Quant aux dislocations statistiquement stockées, elles vont mutuellement se neutraliser sans modifier le champ de contraintes (figure 12).

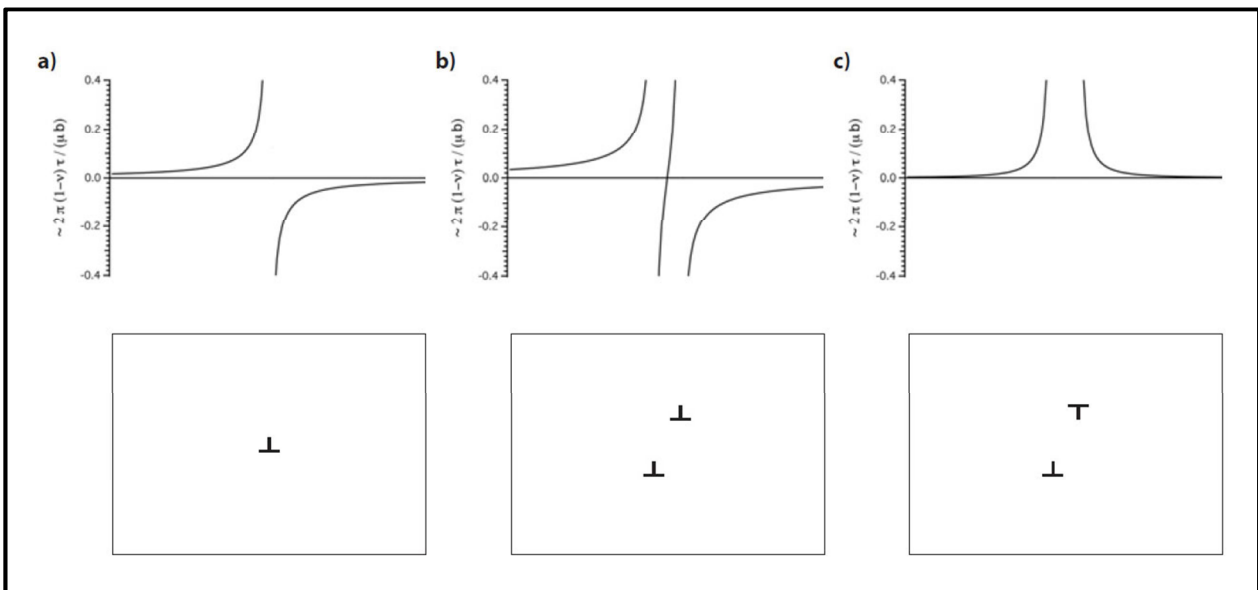


Figure 11: Représentation schématique des champs de contraintes générées par les dislocations GND et SSD [53] [91].

Lorsqu'une dislocation se propage, elle se répartit sur une sphère de rayon r autour de la source. Une dislocation isolée produit une contrainte résolue qui varie en $(1/r)$ (figure 11a). Deux GND génèrent une contrainte résolue à longue distance plus importante que celle d'une dislocation isolée (figure 11 b) tandis que deux SSD génèrent une contrainte résolue qui s'annule rapidement dès que l'on s'éloigne de la source (figure 11c) [53].

Si on raisonne sur un VER contenant uniquement des SSD (figure 12a), les dislocations associées deux à deux n'induisent pas de distorsion du volume. Maintenant si on introduit des GND dans le même volume (figure 12 b), on constate que les contraintes à longue distance qu'elles génèrent vont provoquer une distorsion du VER (figure 12c).

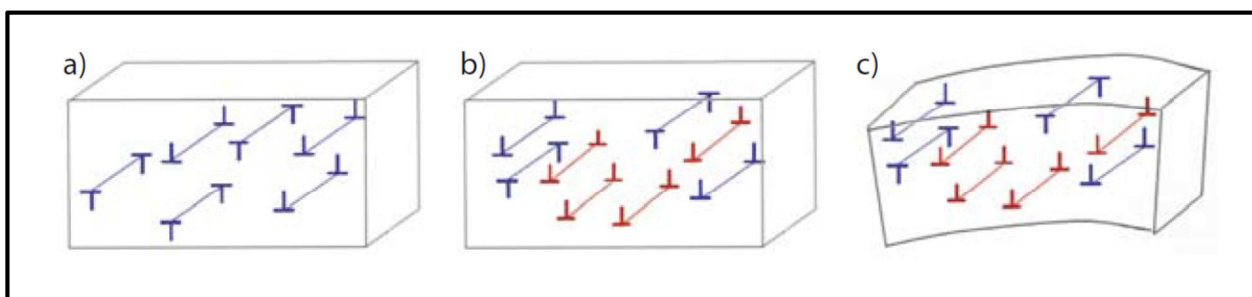


Figure 12 : Représentation schématique de l'influence des SSD et GND [53] [91].

3.4 Notions sur les mécanismes de déformation

3.4.1 Introduction

Une déformation plastique implique un mouvement de dislocations, qui sont amenées à franchir des obstacles sur une courte distance (nœuds de dislocations) ou sur une longue distance (précipités, joints de grain). La transition élastoplastique se traduit alors par la création, l'interaction, l'annihilation ou le blocage de ces dislocations dans des plans cristallins.

En fonction de la vitesse de déformation, de la température et du type d'obstacles rencontrés, différents processus de franchissement des obstacles sont mis en jeu. Ils sont au nombre de quatre, les mécanismes thermiquement activés, les mécanismes athermiques, les mécanismes de diffusion et les mécanismes d'amortissement [54]. Les différents domaines d'activation de ces mécanismes sont représentés sur la figure 13 (a et b) décrivant l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la température et pour des vitesses de déformation n'excédant

pas $5 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ [55][56]. Cette contrainte est constituée de la somme de deux termes, la composante thermique notée τ^* et la composante athermique notée τ_a .

3.4.2 Les mécanismes thermiquement activés

Dans la zone 1 de la figure 13a, la contrainte décroît rapidement avec la température, la déformation est attribuée aux mécanismes thermiquement activés, ce qui explique la diminution de la contrainte lorsque la température augmente. Le niveau de la contrainte appliquée n'est pas assez élevé pour permettre le franchissement des obstacles dont les effets s'exercent sur de courtes distances. Les fluctuations thermiques dues à l'agitation des atomes fournissent alors l'énergie thermique nécessaire aux dislocations pour traverser les obstacles. Cet apport d'énergie entraîne une diminution de l'énergie mécanique et donc une diminution de la contrainte appliquée.

3.4.3 Les mécanismes athermiques

Dans la zone 2 de la figure 13 a, la présence d'un plateau athermique indique que la contrainte d'écoulement n'est que très peu influencée par la température. La déformation est influencée par la présence d'obstacles non localisés qui sont indépendants de l'agitation thermique. Les dislocations disposent de suffisamment d'énergie pour franchir les obstacles à longue distance, énergie entièrement fournie par le travail de la contrainte appliquée.

3.4.4 Les mécanismes de diffusion.

Dans la zone 3 de la figure 13a, la contrainte d'écoulement décroît rapidement avec l'augmentation de la température. Ce mode déformation apparaît à des températures élevées. L'énergie thermique peut contribuer soit à la mobilité des dislocations soit à la création d'autres types de défauts ce qui peut engendrer différents mécanismes de déformation (essentiellement le fluage). Les mécanismes de déplacement sont alors de type interstitiel ou lacunaire. On parle alors de diffusion en volume.

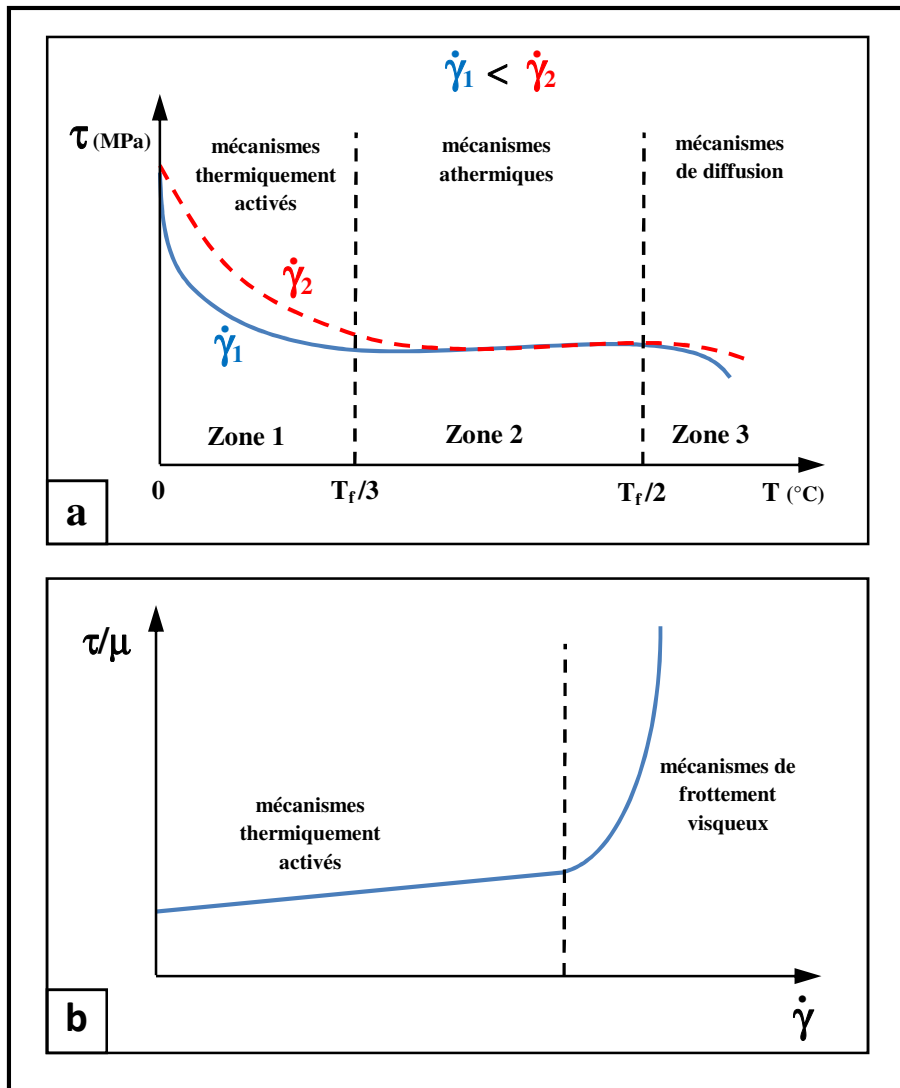


Figure 13 : Représentation schématique de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la température (a) et en fonction de la vitesse (b) [55].

3.4.5 Les mécanismes de frottement visqueux

La figure 13b présente la transition de mécanismes thermiquement activés vers un mécanisme de frottement visqueux (ou d'amortissement visqueux), on observe une augmentation rapide de la contrainte avec la vitesse de déformation. Ce phénomène apparaît que pour des vitesses de déformation très élevées. À partir d'une certaine contrainte, l'activation thermique n'est plus utile à la mise en mouvement des dislocations, en effet sous l'action de la contrainte, elles vont accélérer et franchir les différents obstacles. Elles ne seront ralenties que par le frottement visqueux (avec le réseau cristallin) qui devient alors le mécanisme prépondérant de déformation.

3.5 Elasticité et Plasticité dans le titane et ses alliages

3.5.1 Elasticité

Le comportement élastique d'un matériau est modélisé par un tenseur d'élasticité d'ordre 4 $[C_{ijkl}]$ qui relie linéairement le tenseur des contraintes et le tenseur des déformations. Grâce aux relations de symétries, les 81 coefficients du tenseur d'élasticité peuvent être réduits à 21 constantes indépendantes. Le nombre de composantes du tenseur d'élasticité peut encore être réduit s'il présente des symétries supplémentaires dues à la structure cristallographique du matériau. C'est le cas des phases α et β du titane. La phase α possède une symétrie isotrope transverse tandis que la phase β présente une symétrie cubique. Pour décrire ces deux symétries, les deux tenseurs utilisés seront constitués de 5 constantes.

Un tour d'horizon de divers travaux de recherche permet de relever ces constantes pour différents alliages. Elles sont répertoriées dans le tableau 2 [57]. Ces différentes valeurs soulignent le caractère fortement anisotrope des phases α et β qui a des conséquences importantes sur le comportement élastique du titane et de ses alliages. En effet selon le sens de sollicitation, le module de Young peut varier de 100 GPa (pour une sollicitation transverse) à 145 GPa (pour une sollicitation perpendiculaire). Au regard de la littérature, il apparaît que, d'une manière générale, la phase β est plus sujette à se déformer élastiquement que la phase α [38][57].

Phase	Références	Alliage	C_{1111}	C_{1122}	C_{1133}	C_{3333}	C_{2323}
α	[Brandes et Brook, 1992] [Petry et al., 1991]	Pure	168	95	69	191	48
α	[Brandes et Brook, 1992]	Pure	160	90	66	181	46.5
α	[Simmons et Wang, 1971]	?	162	92	69	180	47
β	[Brandes et Brook, 1992] [Petry et al., 1991]	Pure	134	110	110	134	55
β	[Reid et al., 1973]	Ti-40at.%Nb	156.5	111.6	111.6	156.5	39.6
β	[Herbig, 2011]	TiBeta21S	153	101	101	153	57
β	[Ledbetter et al., 2004]	Pure	97.7	82.7	82.7	97.7	37.5
β	[Fréour et al., 2002]	Ti17	174	116	116	174	41
β	[Fréour et al., 2011]	Ti17	167	115	115	167	44
β	[Tane et al., 2008]	Ti-29Nb-Ta-Zr	65.1	40.5	40.5	65.1	32.4
β	[Tane et al., 2008]	Ti-25Nb-Ta-Zr	90.8	55.9	55.9	90.8	35.8

Tableau 2 : Constantes élastiques des tenseurs d'élasticité (en GPa) des phases α et β [57].

3.5.2 Plasticité

L'origine de la déformation plastique dans les alliages de titane ou au sein d'un métal, est basée sur le mouvement ou la croissance de défauts linéaires dans la maille cristalline. Le mécanisme le plus répandu est le glissement des dislocations, il peut se produire selon différents systèmes de glissement définis par une direction et un plan de glissement. La direction de glissement n'est pas quelconque, les dislocations se déplacent dans des plans réticulaires spécifiques généralement ceux de plus forte densité atomique. Une dislocation est caractérisée par la direction de sa ligne et par un vecteur appelé vecteur de Burgers dont la norme représente l'amplitude de la déformation qu'elle engendre.

Pour que le glissement soit "facile", la direction du vecteur doit être forcément une direction dense, car cela donne une déformation minimale, et le plan doit être un plan dense, car cela donne une force de frottement minimale. Le déplacement dans un même plan d'un grand nombre de dislocations forme des bandes de glissement.

Pour les phases α et β du titane, il existe des systèmes de glissement particuliers. La maille hexagonale du titane α présente une faible symétrie c'est pourquoi elle ne possède que peu de glissement possible par rapport à la maille cubique centrée de la phase β . Au total 48 systèmes de glissement ont été répertoriés pour un réseau cubique centré et seulement 15 pour un réseau hexagonal.

Pour provoquer le mouvement d'une dislocation et donc initier le glissement plastique, il faut que la contrainte qui lui est appliquée soit supérieure à sa contrainte critique de cisaillement (CRSS pour Critical Resolved Shear Stress). Si on sollicite un matériau monocristallin en traction simple sous l'action d'une force F représentée par un tenseur de contrainte, seule la composante de cisaillement projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. La scission résolue τ est alors la contrainte tangentielle s'appliquant sur le plan de glissement et orientant la direction de glissement suivant le vecteur de Burgers. Elle est calculée à partir de la contrainte appliquée, d'après la loi de Schmid et Boas (figure 14), son expression est :

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cos \theta \cos \chi$$

Le terme $m (= \cos\theta \cdot \cos\chi)$ est appelé facteur de Schmid [58], il permet de calculer la contrainte macroscopique nécessaire à l'activation du système de glissement, sa valeur est comprise entre 0 et 0,5. Les angles θ et χ définissent l'orientation du plan par rapport à l'axe de la sollicitation (angle θ) et par rapport à la direction de glissement dans ce plan (angle χ). Le système de glissement activé est celui qui possède le facteur de Schmid le plus élevé. Cette activation se fera si τ atteint la valeur critique CRSS du système en question.

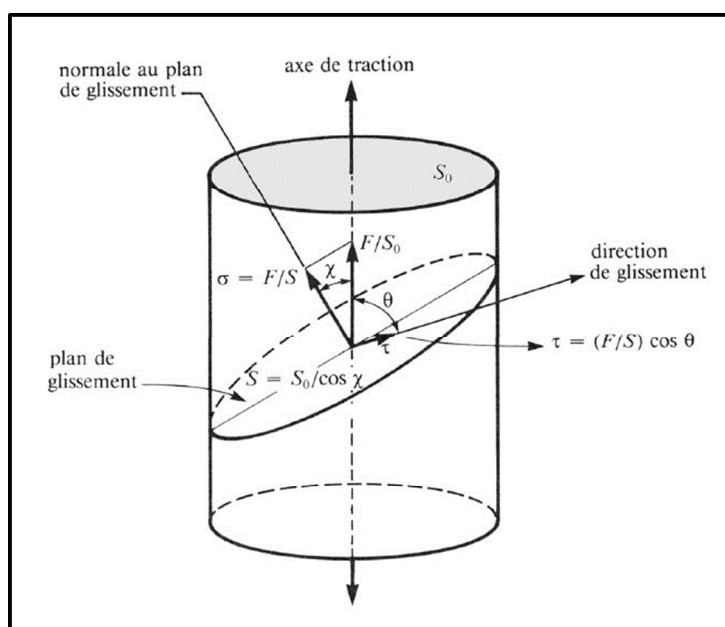


Figure 14 : Projection de l'effort appliqué sur un plan de glissement et scission résolue τ dans la direction de glissement, d'après la loi de Schmid[58].

Dans certains cas, pour compléter la déformation induite par le glissement des dislocations, un autre mécanisme peut intervenir, il s'agit du maclage. Contrairement au glissement, cet autre mode de déformation n'active pas qu'un seul plan de glissement, mais concerne toute une partie du cristal, le réseau cristallographique se cisaille d'une manière particulière. Un paragraphe est consacré à ce phénomène un peu plus loin dans ce manuscrit.

3.6 Les systèmes de glissement

3.6.1 Systèmes de glissement dans la phase α

Le nombre de systèmes de glissement présent dans la phase hexagonale α est au nombre de 12. On peut réduire ce nombre à 5 modes de glissement indépendants, illustrées sur la figure 15, dont les données cristallographiques sont indiquées dans le tableau 3 [59]. Les trois premiers modes de glissement (basal, prismatique, pyramidal de 1^{re} espèce) possèdent la même direction de glissement $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ qui est la direction la plus dense contenue dans le plan basal. Le plan basal (0001) et le plan prismatique $\{10\bar{1}0\}$ ayant la plus grande compacité, ils sont des candidats naturels pour contenir le glissement. Seuls les systèmes de glissement pyramidaux possédant une direction de glissement $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ hors du plan de base ce qui permet au matériau de se déformer dans les trois directions de l'espace [60][61][62].

numéro	Plans de glissement		Direction de glissement	
	Type	plan	indice	Vecteur
1	Basal	(0001)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	\vec{a}
2	Prismatique	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	\vec{a}
3	Pyramidal 1 ^{re} espèce	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	\vec{a}
4	Pyramidal 1 ^{re} espèce	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\vec{c} + \vec{a}$
5	Pyramidal 2 ^e espèce	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\vec{c} + \vec{a}$

Tableau 3 : Systèmes de glissement dans la phase α .

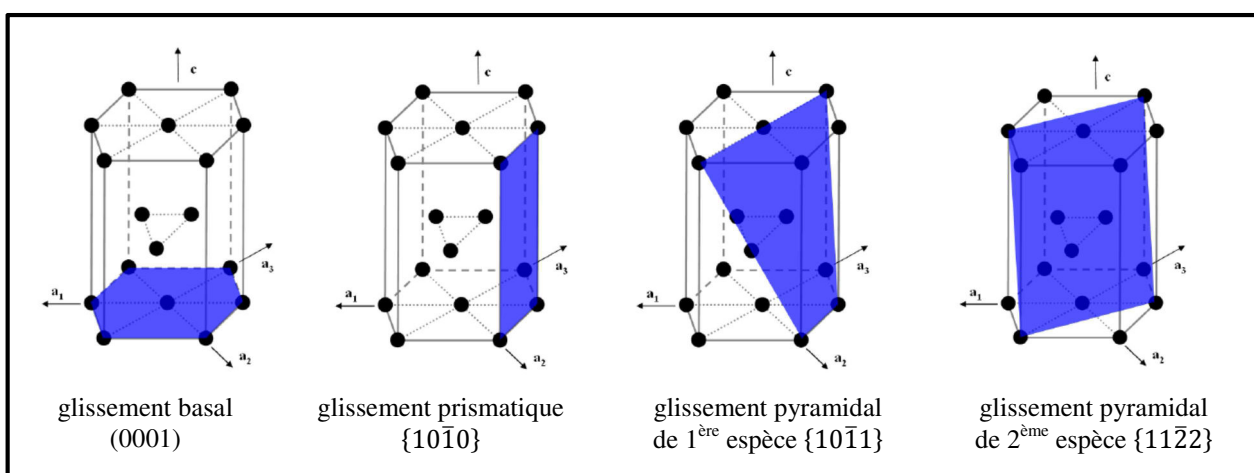


Figure 15 : Plans de glissement dans la phase α .

3.6.2 Systèmes de glissement dans la phase β

Pour la phase cubique centrée, les principaux systèmes de glissement, présentés dans le tableau 4, mettent en jeu la direction la plus dense $\langle 111 \rangle$. Les dislocations vont privilégier le plan le plus dense $\{110\}$ pour se déplacer. Toutefois, les plans $\{112\}$ et $\{123\}$ sont également identifiés comme susceptibles de contenir le mouvement des dislocations. La figure 16 décrit les plans de glissement de la phase β [63][64].

Plans de glissement	Vecteurs de Burgers
$\{110\}$	$\langle 111 \rangle$
$\{112\}$	$\langle 111 \rangle$
$\{123\}$	$\langle 111 \rangle$

Tableau 4 : Systèmes de glissement dans la phase β .

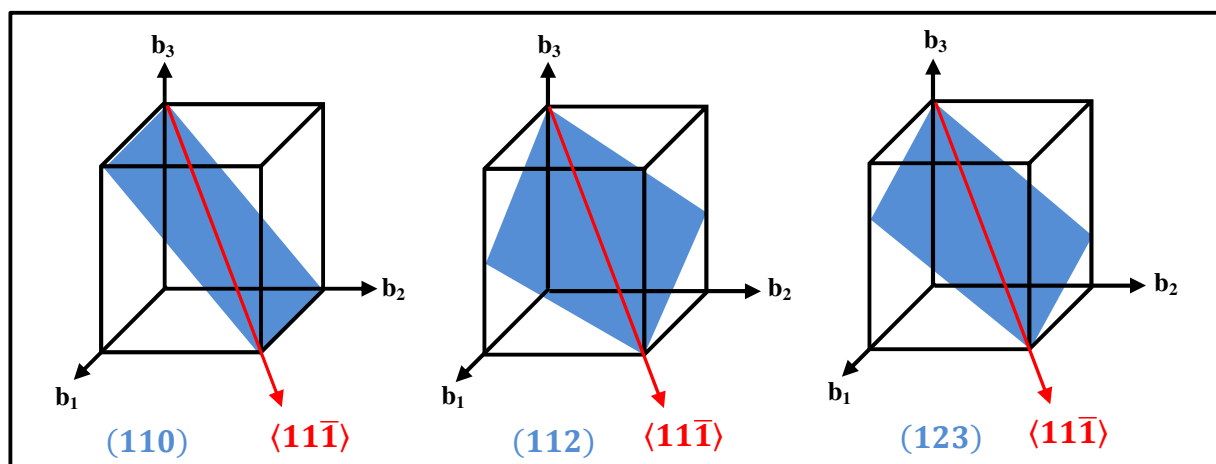


Figure 16 : Plans de glissement dans la phase β .

3.7 Le Maclage

Lorsque le glissement des dislocations n'est plus favorisé, un autre mécanisme peut entrer en jeu pour accommoder la déformation, il s'agit du maclage. Ce phénomène entraîne le cisaillement d'une partie du cristal qui se retrouve délimité par deux plans qui vont jouer le rôle d'interfaces avec la partie non déformée. La structure maclée se retrouve avec une orientation cristallographique miroir de celle de la structure parent par rapport à un plan de symétrie appelé plan de macle [65][66]. La conséquence du maclage est donc une séparation du cristal en deux cristaux issus du même grain, mais qui vont avoir des propriétés différentes [67]. La figure 17 illustre les étapes successives du maclage [68].

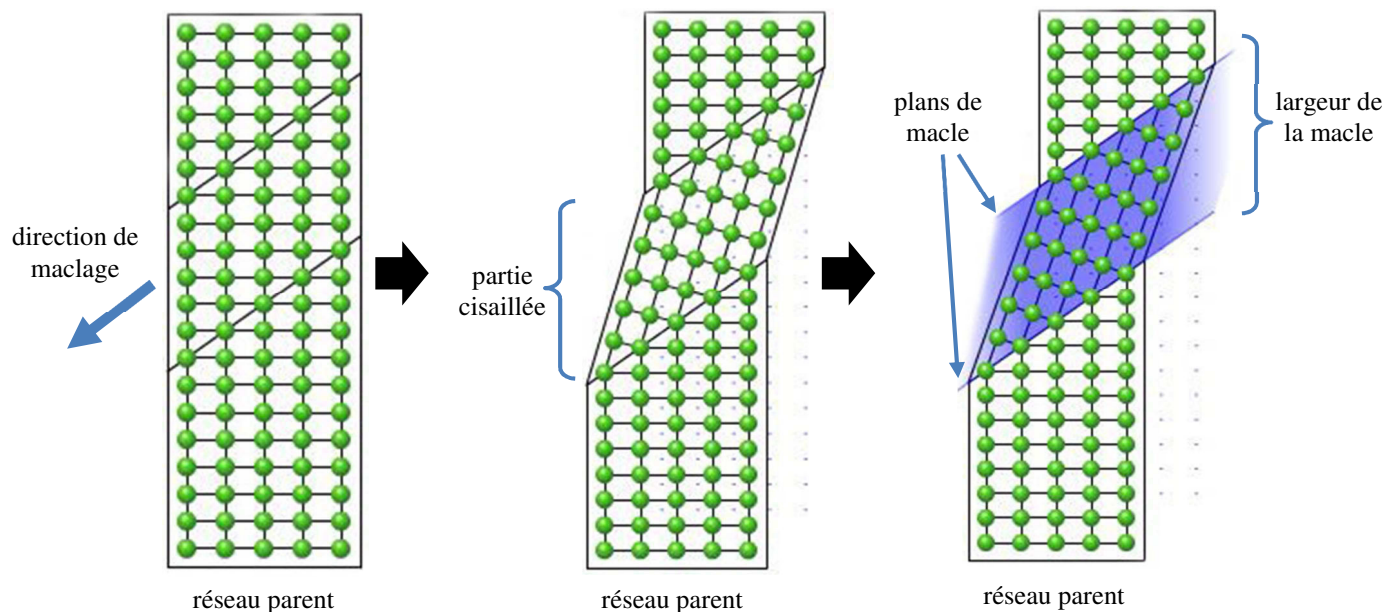


Figure 17 : Étapes successives du maillage [68].

La nucléation d’une macle a lieu à partir d’un défaut localisé dans un cristal et peut avoir plusieurs phénomènes pour origine, la croissance cristalline, les sollicitations mécaniques ou encore les transformations de phases durant lesquelles un changement de symétrie du cristal s’opère. Par la suite, la croissance des macles est assurée par plusieurs mécanismes, comme la création d’une boucle de dislocation fermée à l’interface macle-matrice ou encore la nucléation de crans dans des zones riches en défauts comme les joints de grain. Ces crans et ces dislocations de maillage se propagent en transformant progressivement un plan de la matrice en un plan de la macle.

Pour le titane et ses alliages, on distingue des macles dites de compression ou de traction. Trois modes de maillage sont identifiés, illustrés sur la figure 18 [59], dont les caractéristiques cristallographiques sont reportées dans le tableau 5 [69][70].

numéro	types de sollicitation	Plan de maillage	Direction de maillage	2 nd plan non déformé	Angle de désorientation
1	Traction	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$	$\{\bar{1}012\}$	85,02°
2	Traction	$\{11\bar{2}1\}$	$\langle 11\bar{2}\bar{6} \rangle$	$\{0002\}$	34,97°
3	Compression	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$	$\{11\bar{2}4\}$	64,42°

Tableau 5 : Caractéristiques des modes de maillages dans les alliages de titane [69][70].

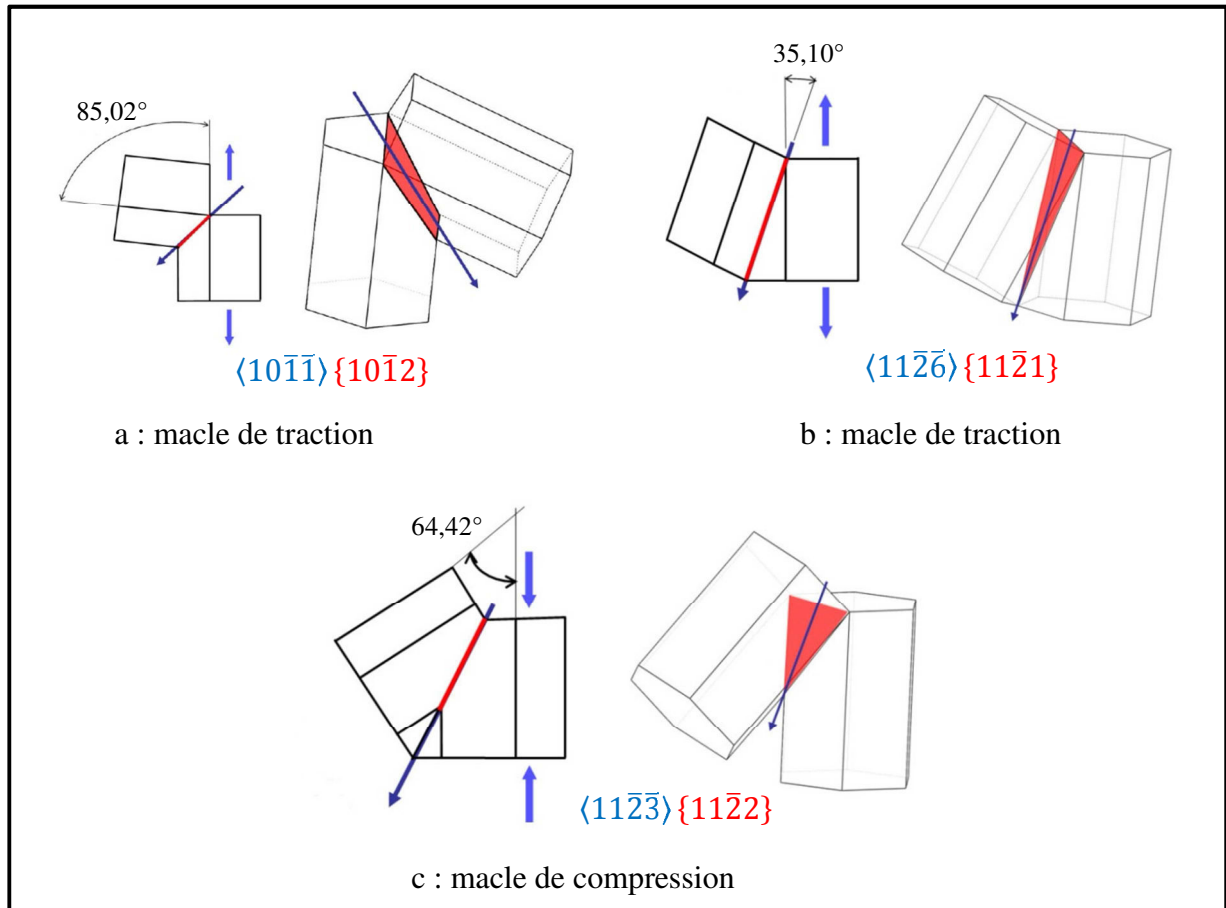


Figure 18 : Caractérisation du maclage par type de sollicitation dans les alliages de titane : sollicitation en traction (a et b), sollicitation en compression (c) [59].

Tout comme le mouvement des dislocations, le maclage participe à la déformation plastique des matériaux. Il provoque un cisaillement de la maille cristalline qui modifie l'orientation cristallographique ce qui va plus ou moins favoriser le glissement donc la déformation.

Tout comme le mouvement des dislocations, le maclage influence les propriétés mécaniques des matériaux. Il provoque un durcissement du matériau, les joints de macles vont jouer le même rôle que les joints de grains et bloquer le mouvement des dislocations.

Tout comme le mouvement des dislocations, le maclage possède-t-il une contrainte critique qui initie l'apparition des macles? Un tel niveau de contrainte a été mis en évidence et différentes valeurs ont été estimées dans le cas du titane pur [71]. Dans le cadre de cette étude, certains éléments de réponse seront donnés au chapitre V.

4 Mécanismes de durcissement et partition des contraintes

4.1 Écrouissage isotrope et écrouissage cinématique

L'écrouissage est le durcissement d'un matériau sous l'effet de sa déformation plastique. Au début de la déformation plastique, les dislocations sont mobiles. Elles se déplacent sous l'effet de la contrainte appliquée. Elles interagissent entre elles à courtes distances et glissent sur de longues distances du fait des champs de distorsion du réseau cristallin qu'elles engendrent. Lorsque la contrainte augmente, le nombre de dislocations grandit tout comme le nombre d'obstacles. Les dislocations ont de plus en plus de mal à franchir les joints de grains et les précipités et elles s'empilent devant ces obstacles. Avec la progression de la déformation plastique, le nombre de dislocations immobilisées augmente. En conséquence, la contrainte nécessaire pour poursuivre le mouvement des dislocations va croître. L'écrouissage des matériaux s'explique donc par l'immobilisation progressive des dislocations jusqu'à leur blocage complet. L'écrouissage désigne l'évolution de la frontière du domaine d'élasticité lors de l'écoulement plastique.

4.1.1 Écrouissage cinématique

L'écrouissage cinématique, noté X, correspond à une translation et non à une déformation de la surface de charge au cours de l'écrouissage (figure 19), ce qui signifie qu'il y a un durcissement dans certaines directions et un adoucissement dans d'autres, ce comportement est lié à l'existence de dislocations générant des contraintes à longue portée. Si l'on effectue un essai de traction sur une éprouvette, sa limite d'élasticité sera notée σ_1 . Si ce même essai est effectué après avoir comprimé l'éprouvette jusqu'à une valeur σ_c inférieure à la limite d'élasticité en compression, on trouve alors une limite d'élasticité en traction σ_2 inférieure à σ_1 . C'est l'effet Bauschinger, souvent observé dans les métaux, qui caractérise donc un abaissement de la limite d'élasticité dans la direction de sollicitation inverse à la direction de la première sollicitation [72].

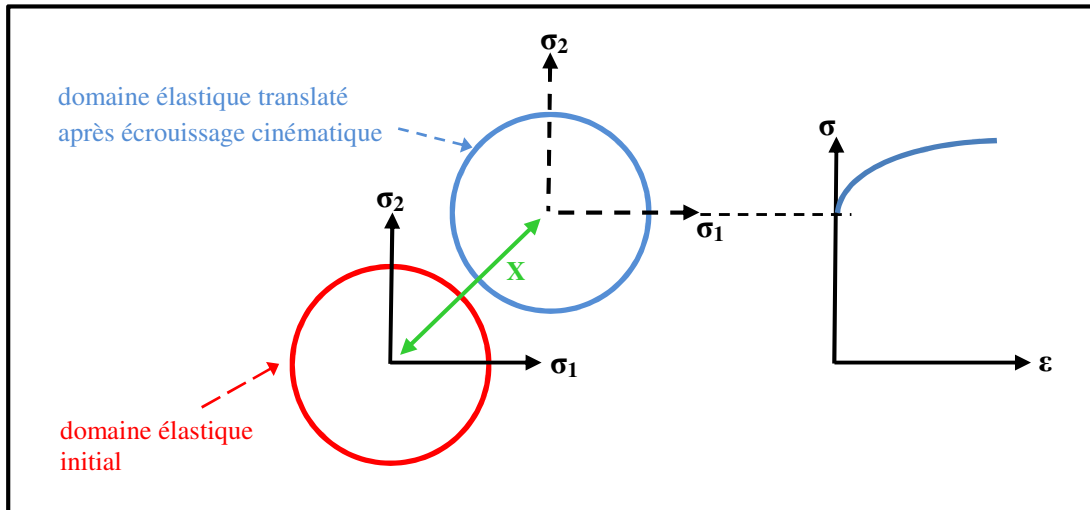


Figure 19 : Principe de l'écrouissage cinématique.

4.1.2 Écrouissage isotrope

L'écrouissage isotrope, noté R , présente une évolution homothétique de la surface de charge au cours de l'écrouissage (figure 20), ce qui signifie qu'il y a un durcissement, quelle que soit la direction de déformation. Ce phénomène est un effet de tension de ligne, qui est la force s'opposant à la courbure d'une dislocation et est associé à des contraintes à courte distance. Si l'on comprime une éprouvette, possédant la même limite d'élasticité σ_{y1} en traction et en compression jusqu'à une valeur $\sigma_{y2} = \sigma_{y1} + R$, puis que l'on fasse subir un essai de traction, on retrouvera alors la valeur σ_{y2} . Sur une courbe contrainte déformation, l'écrouissage isotrope se traduit par une augmentation R de la limite d'élasticité [72].

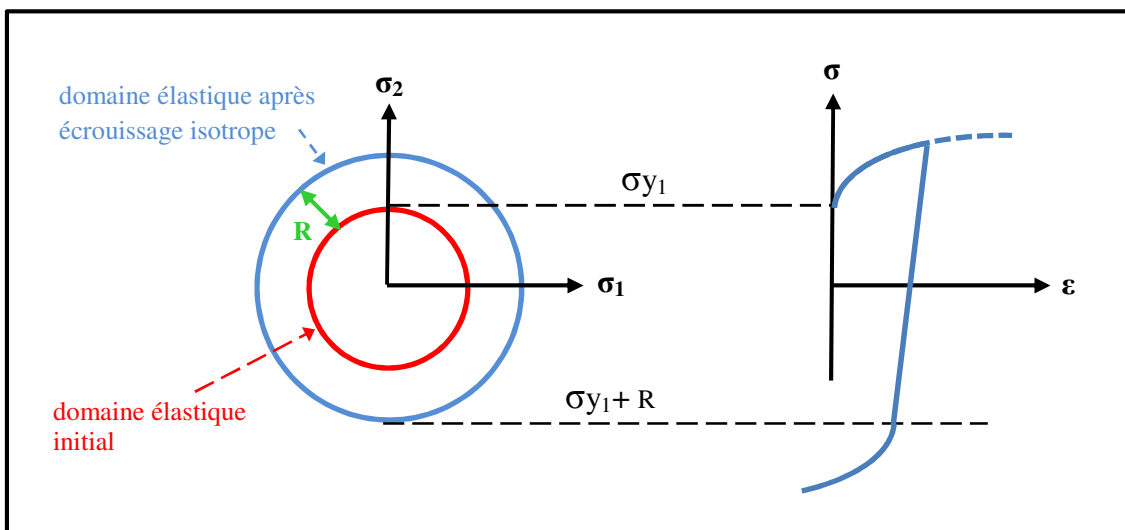


Figure 20 : Principe de l'écrouissage isotrope.

4.2 L'effet Bauschinger

Si on soumet une éprouvette à une déformation plastique par un chargement en traction par exemple, sa limite élastique augmente. Puis si on inverse le sens de sollicitation et qu'on poursuit cette sollicitation par application d'une contrainte négative donc par un chargement en compression, on observe souvent une dissymétrie du seuil d'écoulement plastique entre les deux sens de chargement. C'est-à-dire que la limite élastique en compression σ_2 est inférieure (en valeur absolue) à sa limite élastique σ_1 en traction. Ce phénomène porte le nom d'effet Bauschinger, il est associé à l'écrouissage cinématique des matériaux (figure 21).

D'un point de vue pratique, il peut être résumé par l'interprétation d'Atkinson [73] : « L'effet Bauschinger est simplement l'observation qu'après une première déformation dans un sens, soit en traction, soit en compression, il est plus facile de déformer un solide dans le sens opposé que de continuer à le déformer dans le même sens » [74].

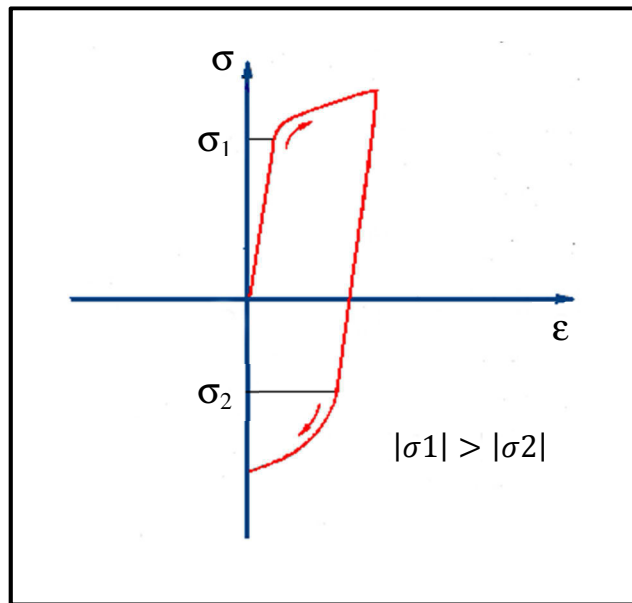


Figure 21: Schématisation de l'effet Bauschinger.

L'effet Bauschinger peut être considéré comme une aide que fournit le matériau à la contrainte appliquée pour vaincre la résistance opposée par la microstructure lorsqu'on inverse le sens de sollicitation.

4.3 Forces à courte et longue distance

La déformation plastique est induite par la propagation et le glissement des dislocations le long des systèmes de glissement. Sous l'action d'une contrainte de cisaillement qui agit sur son déplacement dans le réseau cristallin, une dislocation est soumise à des forces qui agissent à deux échelles différentes, certaines à "courte distance" et d'autres à "longue distance" en fonction de la distance qui la sépare des obstacles rencontrés sur son chemin (figure 22). Cette distinction entre ces deux types de force est basée sur la portée du champ élastique généré par les mécanismes physiques à l'origine de la déformation plastique.

Tout comme la contrainte de cisaillement exerce une force sur une dislocation, une dislocation exercera à son tour, du fait du champ élastique qu'elle génère, une force sur une autre dislocation, et réciproquement. Une dislocation interagit avec le champ d'une autre dislocation ou avec un champ extérieur.

Si les obstacles sont situés à une distance supérieure à 10 diamètres atomiques, les forces sont dites à longue distance et sont notées F_x . Les obstacles rencontrés à cette échelle peuvent être des dislocations issues d'un plan de glissement parallèle, des empilements de dislocations, la succession de phases dures et de phases molles, des précipités... Les forces à courte distance, notées F_{eff} , concernant donc les obstacles à courte portée. Dans cette catégorie, on retrouve typiquement les éléments en solution solide, les « arbres forêts de dislocation » et même les obstacles engendrés par la friction du réseau [85].

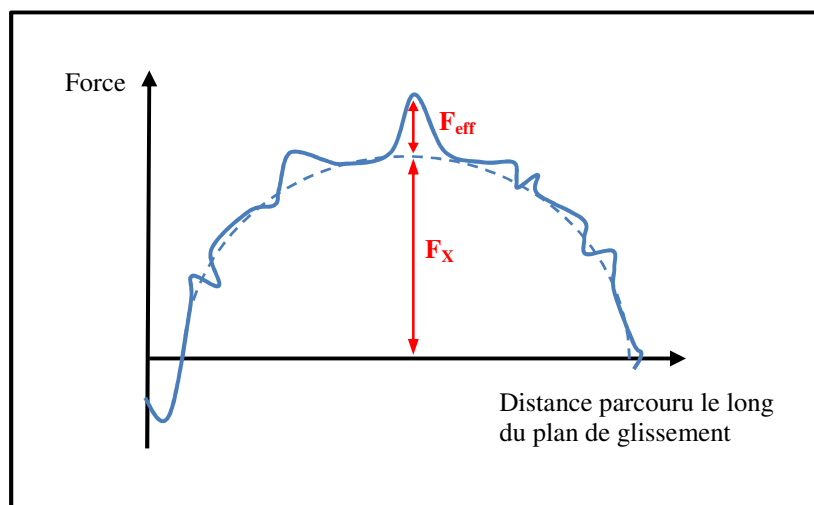


Figure 22 : Schématisation de la force appliquée à une dislocation [85].

4.4 Contraintes interne et effective

Les notions de contrainte effective et de contrainte interne sont des concepts de base permettant une meilleure compréhension des mécanismes à l'origine de la déformation plastique. Il est admis, depuis les travaux de Cottrell [44], que la contrainte d'écoulement Σ peut être décrite comme étant la somme d'une contrainte interne X et d'une contrainte effective Σ_{eff} . Ces deux composantes sont extraites de l'analyse d'une boucle d'hystérésis obtenue durant une sollicitation cyclique (cycle charge/décharge, cisaillement cyclique...). La contrainte d'écoulement est donnée par : $\Sigma = \Sigma_{\text{eff}} + X$

Les phénomènes physiques liés à la plasticité peuvent être classés selon la longueur d'onde du champ élastique qui leur est associé. Lorsqu'une dislocation se déplace sur un plan de glissement, elle génère son propre champ de contrainte qui va interagir avec le champ de contrainte émanant des obstacles qu'elle rencontre. En fonction de la nature de ces obstacles, la distance sera plus ou moins grande, il en résultera un champ d'interaction plus ou moins important. On distingue alors une contrainte à longue distance σ_X et une contrainte à courte distance σ_{eff} (de l'ordre de quelques vecteurs de Burgers) (figure 23).

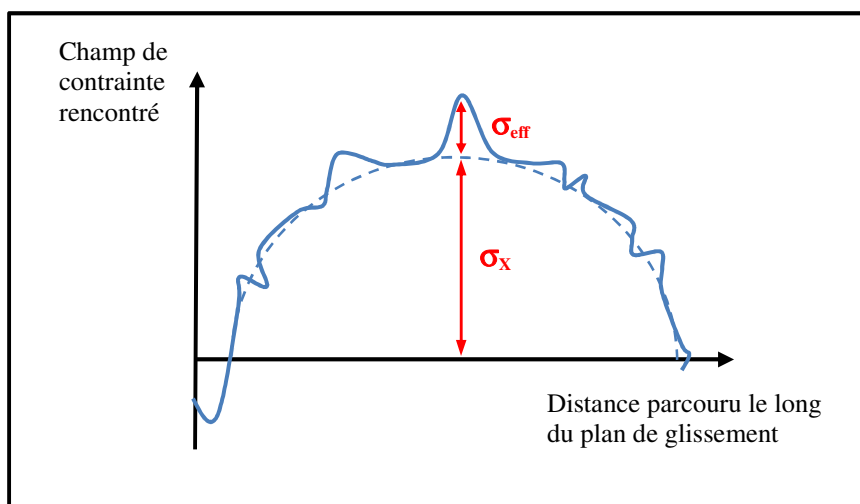


Figure 23 : Schématisation des champs de contraintes rencontrés par une dislocation au cours de son déplacement [85].

4.4.1 La contrainte interne

La contrainte interne X (contrainte interne à longue distance) correspond à des interactions entre le champ de contrainte des dislocations mobiles et le champ de contrainte d'obstacles situés à longue portée dont la longueur d'onde est supérieure au vecteur de Burgers. Les obstacles en question peuvent être des structures de dislocations particulières (bandes de glissement, empilements), des précipités, des inclusions... La contrainte interne présente un caractère directionnel, en effet elle peut assister ou s'opposer à la contrainte appliquée, c'est-à-dire qu'elle peut accélérer ou ralentir le glissement des dislocations en influençant la contrainte résolue. Du fait de la longueur d'onde importante, la contrainte interne ne peut être franchie par agitation thermique.

4.4.2 La contrainte effective

La contrainte effective Σ_{eff} met en jeu des interactions à plus courtes distances avec les champs générés par des obstacles à courte portée d'origine intrinsèque (friction du réseau, interactions dislocation/dislocation), mais aussi d'origine extrinsèque (durcissement par solution solide, cisaillement de précipités). Elle correspond à la contrainte nécessaire localement pour que la dislocation puisse franchir un obstacle et se déplacer sous une sollicitation d'origine mécanique, mais également thermique. En effet ces mécanismes peuvent avoir un caractère thermiquement activé ou non. Cette sensibilité à la température amène à décomposer la contrainte effective en deux parties [75], la contrainte effective thermique Σ^* et la contrainte effective athermique $\Sigma\mu$. La contrainte effective est donc donnée par :

$$\Sigma_{eff} = \Sigma^* + \Sigma\mu.$$

4.5 Contraintes à courte et à longue distance

À ce stade, différentes définitions des contraintes à courte et à longue distance sont possibles. Par exemple, le mécanicien et le métallurgiste proposent chacun une interprétation différente, mais aboutissent finalement à une vision commune. Tous deux expliquent le comportement plastique des matériaux à partir des mécanismes physiques à l'origine de la plasticité, mais à une échelle d'observation différente.

Le mécanicien a une vision globale de la plasticité et étudie le comportement macroscopique du matériau et l'évolution de la surface d'écoulement au cours du chargement. Il parle alors d'écrouissage isotrope lorsqu'il observe une résistance plus grande au glissement plastique sur le cycle qui se traduit par une évolution homothétique de la surface de charge et qualifie d'écrouissage cinématique, les phénomènes entraînant un déplacement de la surface de charge tels que l'effet Bauschinger qui peut être résumé comme étant une aide au glissement des dislocations. Dans les deux cas, l'évolution de l'écrouissage repose sur la compétition entre les interactions à courte et longue distance et les dislocations.

Le métallurgiste quant à lui observe la plasticité à une échelle plus réduite et s'intéresse à la microstructure du matériau et à ses défauts structuraux comme par exemple dislocations, entre autres. Il parle de contrainte à courte distance (proche de la norme du vecteur de Burgers) lorsqu'il observe des interactions attractives et répulsives agissant à l'échelle d'une dislocation. Il évoque les contraintes à longue distance lorsqu'il observe une dislocation dont l'évolution est influencée par les effets d'obstacles alors éloignés d'elle. Les interactions à courte distance désignent essentiellement les frictions de réseau. Les interactions à longue distance résultent quant à elles de la présence de précipités et de structures particulières de dislocations (bandes de glissement, amas et murs de dislocation...) [76][87][88].

Ces deux points de vue convergent en réalité vers une vision commune des mécanismes de déformation et de durcissement. Lors de la déformation plastique, la microstructure présente finalement des dislocations gênées dans leurs déplacements, produisant ainsi l'écrouissage isotrope au travers de la contrainte à courte distance. Durant leurs glissements, les dislocations s'accumulent de façon polarisée, engendrant des contraintes internes pouvant aider ou s'opposer à la contrainte appliquée. Ces contraintes internes sont à l'origine de l'écrouissage cinématique qui se manifeste par le biais de la contrainte à longue distance [89][90].

4.6 Partition de la contrainte d'écoulement

Ces dernières années, depuis la première interprétation des contraintes proposée par Cottrell [44], de multiples méthodes expérimentales ont vu le jour pour déterminer les contraintes internes et effectives [75][76][77][78]. Elles sont basées sur l'analyse des boucles d'hystérésis déduite d'une courbe contrainte/déformation issue par exemple d'un essai cyclique. À partir

du comportement macroscopique, il est en effet possible de remonter à la nature des obstacles qui sont à l'origine des différentes contraintes.

L'analyse d'une boucle d'hystérésis, introduite initialement par Cottrell [44] et reprise par Kuhlmann-Wilsdorf et Laird [79], permet l'estimation des contraintes lors de l'inversion du sens de sollicitation. Il est alors possible d'identifier et de mesurer la dimension du domaine élastique et de définir la part des contraintes effectives et internes. Les travaux de Dickson et Handfield [80][81] ont permis par la suite de distinguer les composantes thermiques et athermiques de la contrainte effective.

Parmi toutes les méthodes d'identification des contraintes, celle retenue pour cette étude est la formulation proposée par Feugas [82], issue de l'approche de Dickson et Handfield, développée durant leurs travaux sur le titane et le zirconium. Cette méthode permet de prendre en compte la composante thermique activée (ou composante visqueuse) de la contrainte effective (figure 24).

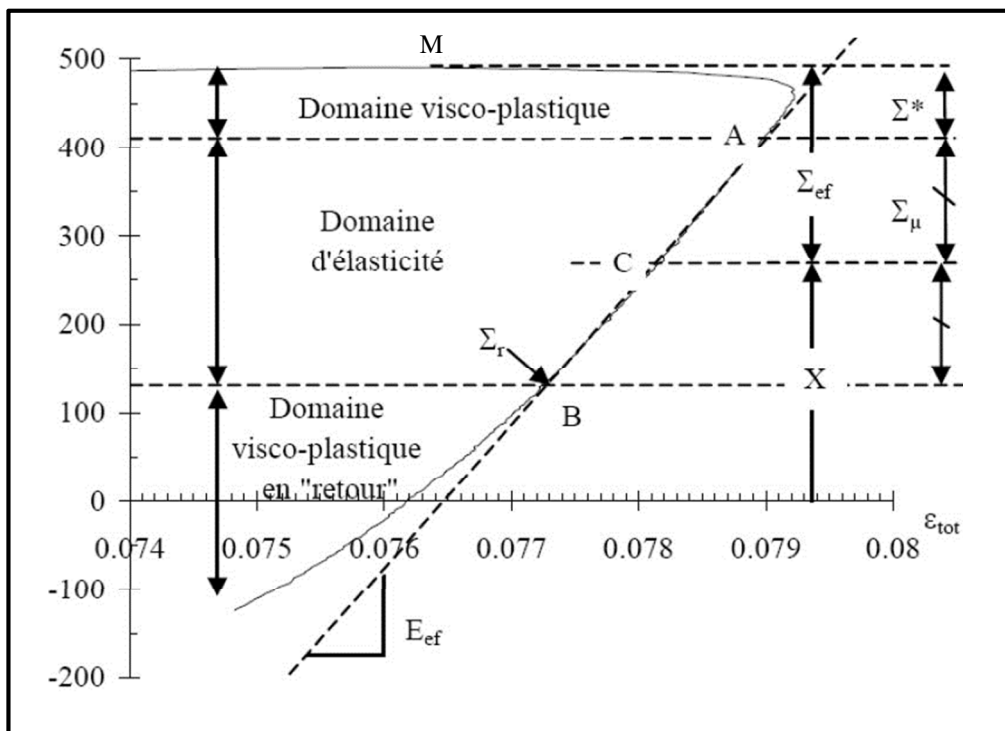


Figure 24 : Partition des contraintes selon Feugas [82] [86].

La contrainte d'écoulement Σ est la somme d'une contrainte interne X et d'une contrainte effective Σ_{eff} , elle-même composée d'une contrainte thermique Σ^* et d'une contrainte athermique $\Sigma\mu$. L'estimation de ces différentes composantes, issue de la partition des contraintes proposée par Feaugas, est obtenue à partir de l'analyse d'une boucle d'hystérésis illustrée sur la figure 24.

On peut décrire la répartition des différentes contributions de la manière suivante. Après avoir atteint la contrainte maximale au point M, l'effet du changement du sens de sollicitation n'est pas immédiat. L'écoulement plastique continu dans la même direction que la sollicitation initiale durant l'intervalle M-A. La contrainte effective thermique Σ^* est mesurée entre le point M et le point A représentant le sommet du domaine d'élasticité.

Puis le matériau présente un comportement élastique. L'étendue du domaine d'élasticité est représentée par la variation linéaire de la zone située entre le point A et le point B qui correspond à la limite d'élasticité en compression.

La contrainte effective athermique $\Sigma\mu$ correspond à l'intervalle de contrainte entre A et C, c'est-à-dire à la moitié du domaine d'élasticité. Enfin, la contrainte interne X est mesurée entre la position du centre du domaine d'élasticité et l'axe des abscisses.

4.7 Estimation des variables d'écrouissage isotrope R et cinématique X_c

En complément à l'étude des contraintes, l'évolution des variables d'écrouissage isotrope R et cinématique X_c sera présentée. La méthode de détermination de ces deux variables est basée sur la décomposition des contraintes héritée des travaux de Dickson et Handfield [80][81] et issue de la première interprétation des contraintes proposée par Cottrell [44]. La variable R est reliée à la densité des dislocations et X_c traduit les incompatibilités de déformations plastiques au sein du matériau.

Les deux variables d'écrouissage sont données par [83] :

$$X_c = \frac{\sigma_{\text{max}} + \sigma_{\text{offset}}}{2} \quad \text{et} \quad R = \frac{\sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{offset}}}{2} - \sigma_y^{\text{init}}$$

avec σ_y^{init} : limite élastique au 1^{er} cycle

Chaque cycle est partitionné suivant la décomposition de la figure 25 [84]. La détermination du domaine élastique étant difficile à mesurer avec précision, un offset $\epsilon_{\text{offset}} = 0,05 \%$ a été fixé pour le traitement de l'ensemble des essais.

Dans un premier temps, la valeur de l'offset a été estimée graphiquement à partir du premier et dernier cycle de chaque essai. Puis une moyenne arithmétique des données obtenues a permis de fixer la valeur de l'offset.

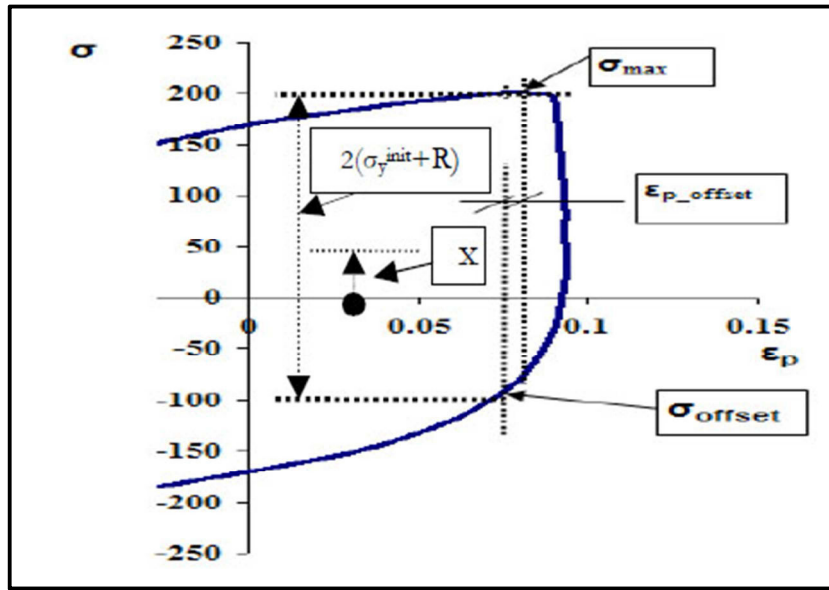


Figure 25 : Estimation de Xc et R [84].

Cette décomposition des cycles et l'utilisation des formules de Xc et R ne sont valides que si les aspects visqueux apparaissant lors du changement de sens de sollicitation sont négligeables (c'est-à-dire en l'absence de contrainte visqueuse ou thermique).

Bibliographie du chapitre I

- [1] M. Seraphin, “le titane et ses alliages Trait, therm., Vol. 43, (1969), p. 19.”
- [2] J. M. Dupouy and J. P. Poirier, “‘Déformations plastiques des métaux et alliages’ Ecole d’été de Pont à Mousson - Masson et Cie éditeur (1967), pp. 1-11.”
- [3] R. Boyer, G. Welsch, and E. W. Collings, “Materials Properties Handbook : Titanium Alloys, ASM International (1994).”
- [4] C. Leyens and M. Peters, “Titanium and Titanium Alloys : Fundamentals and Applications, Wiley-VCH (2005).”
- [5] S. Naka, “‘Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de phase α ’ Thèse de doctorat, Université de Paris Sud (Orsay).,” 1983.
- [6] B. De Gelas, L. Seraphin, R. Tricot, and R. Castro, “Titane et alliages de titane, Techniques de l’ingénieur M557.”
- [7] W. G. Burgers, “Physica 1, p 561. (1934).”
- [8] J. B. Newkirk and A. H. Geisler, “Acta Metallurgica (1953) 370.”
- [9] F. Guillemot, “Etude métallurgique d’alliages de titane pour application biomédicales. Thèse de doctorat, INSA Rennes, 2000.”
- [10] H. Jousset, “Viscoplasticité et microstructures d’un alliage de titane : Effets de la température et de la vitesse de déformation. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2008.”
- [11] J. F. Schmit, “‘Élaboration et caractérisation de verres lubrifiants haute température pour le matriçage d’alliages de titane’, Thèse, Université de Montpellier II, (1996).”
- [12] M. K. McQuillan, “Phase transformation in titanium and its alloys, Metal. Reviews (GB) 8, no 29, pp.41-104, 1963.”
- [13] S. J. Wiskel, W. Y. Youdelis, and J. G. Parr, “Alpha-beta transformation in titanium/ Trans. AIME (USA) 215, pp.875-881, oct. 1959.”
- [14] M. J. Bibby and J. G. Parr, “The β - α transformation in titanium. J. Inst. Metals (GB) 92, no 10, pp.341, 1964.”
- [15] C. Jourdan, J. Gastaldi, P. Marzo, and G. Grange, “In situ statistical study of the nucleation, the variant selection and the orientation memory effect during the α - β titanium martensitic transformation. Journal of Materials Science, 1991. 26(16): p. 4355-4360.”
- [16] J. W. Glen and S. F. Pugh, “The effect of phase transformations on the orientation of zirconium crystals. Acta Metal. (USA), pp.520, 1954.”
- [17] E. G. Brock, “Field-emission microscopy of an allotropic transformation : α - β titanium. Physical Rev. (USA) 100, no 6, pp.19-26, 1955.”
- [18] R. Tricot, “Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l’aéronautique, Matériaux et Techniques (1988) 47-64.”

- [19] P. Audrerie, “‘Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d’alliages de Titane’, Thèse ENSMP-CEMEF, Juin 1993.”
- [20] M. Long and H. J. Rac, “Biomaterials 19 (1998) 1621-1639.”
- [21] B. Champin and B. De-Gelas, “Traitements thermiques des alliages de titane,” *Tech. l’Ingénieur M1335*, 1983.
- [22] Y. Combres, “Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages, Techniques de l’ingénieur (1997).”
- [23] X. Feugas, “‘Microstructure et modelisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d’un alliage de titane biphasé’, Thèse de doctorat, UTC, Compiègne, 1994.”
- [24] S. Weissman and A. Shrier, “‘The science, technology and application of titanium’, Pergamon Press, New York, 1970.”
- [25] P. G. Wahlbeck and P. W. Gilles, “‘Reinvestigation of the phase diagram for the system Titanium-Oxygen’, Journal of the American Ceramic Society, vol.49, p.180, 1965.”
- [26] T. Sakai and M. E. Fine, “‘Failure of Schmid’s law in Ti-Al alloys for prismatic slip’, Scripta Metallurgica, vol.8, p.541, 1974a.”
- [27] G. Gray, G. Luetjering, and J. Williams, “‘The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behavior of Ti-8.6 Wt Pct Al’, Metallurgical and Materials Transactions A, vol.21, p.95, 1990.”
- [28] F. Prima, “‘Etude métallurgique d’un nouvel alliage de Titane β -métastable, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, Rennes, 2000.”
- [29] H. Conrad, “‘Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of Titanium’, Progress in Materials Science, vol.26, p.123, 1981.”
- [30] O. N. Senkov and J. J. Jonas, “‘Effect of phase composition and hydrogen level on the deformation behavior of titanium-hydrogen alloys,’ 1996.
- [31] J. Huez, X. Feugas, A. L. Helbert, I. Guillot, and M. Clavel, “‘Damage process in commercially pure alpha-titanium alloy without (Ti40) and with (Ti40-H) hydrides’, Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science, vol.29, p.1615, 1998.”
- [32] D. N. Williams, “‘Fragilisation par l’hydrogène des alliages de titane, J. Inst. Metals, pp.1049-1069, 1962.”
- [33] R. Molinier, L. Seraphin, R. Tricot, and R. Castro, “‘Les alliages de titane alpha-beta. Revue de M_ettallurgie, 71(1) :37{49, 1974.”
- [34] S. Banerjee and P. Mukhopadhyay, “‘Phase transformations : Examples from titanium and zirconium alloys (2007) 21-23.”
- [35] Y. Combres, “‘Propriétés du titane et de ses alliages. Techniques de l’ingénieur, M4780, 2013.,’ 2010.

- [36] Y. Combres and B. Champin, "Traitements thermiques des alliages de titane. Techniques de l'ingénieur, M3160, 1991."
- [37] M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, and A. K. Gogia, "Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 54, no. 3, pp. 397–425, May 2009.
- [38] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium, Springer (2007)*. 2007.
- [39] F. Prima, P. Vermaut, G. Texier, D. Ansel, and T. Gloriant, "Evidence of α -nanophase heterogeneous nucleation from ω particles in a β -metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy," *Scr. Mater.*, vol. 54, no. 4, pp. 645–648, Feb. 2006.
- [40] Y. Combres, "'Traitements thermiques des alliages de titane', Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques des aciers, des alliages et des fontes, vol. base documentaire : TIB364DUO, 2013."
- [41] E. Lee, "Microstructure evolution and microstructure/mechanical properties relationships in α + β titanium alloys Materials science and engineering. Ohio State University; 2004."
- [42] E. O. Hall, "Proceedings of the Physical Society. London, Section B 64, 747. 1951."
- [43] N.J. Petch, "Journal of the Iron and Steel Institute, 174, 25. 1953."
- [44] A. H. Cottrell, "Dislocation and plastic flow in crystals. London, Oxford U.P. 1953."
- [45] K.S. Kumar, H.V. Swygenhoven, S. Suresh "Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys, *Acta Mat.*, 2003, Vol.51(19), pp. 5743 à 5774."
- [46] Kumar KS, Suresh S, Chisholm MF, Horton JA, "Deformation of electrodeposited nanocrystalline nickel. *Acta Materialia* (2003) 51: pp. 387-405."
- [47] Nye J.F., "Some geometrical relations in dislocated solids . *Acta Metallurgica* 1, 1953, 153-162."
- [48] J. D. Eshelby, "The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems, 1957, *Proceeding of the Royal Society of London A* 376."
- [49] E. Kröner, "Konstiumstheorie der versetzungen und eigenspannungen, 1958, In *Ergebnisse der angewanten mathematik*, Springer Verlag, Berlin."
- [50] J.J. Hauser, B. Chalmers, "The plastic deformation of FC C bicrystals, 1961, *Acta Metallurgica* 9, 802 - 816."
- [51] Ashby M.F., "The deformation of plasticly non - homogeneous materials, 1970, *Philosophical Magazine* 21, 399 - 424."
- [52] Lemaitre J., Chaboche JL, Benallal A., "Mécanique des matériaux solides - 3ème édition - 2009."
- [53] G. Daveau, "Interaction dislocations – joints de grains en déformation plastique monotone : étude expérimentale et modélisations numériques, thèse de doctorat, École Centrale Paris, 2012."

- [54] Zaoui. A. François D., Pineau A., *Comportement mécanique des matériaux. Tomes 1 et 2. Paris : Editions hermès, 1995. .*
- [55] H. G. T. Rosenfield A.R., “Numerical description of the ambient low temperature and high strain rate flow and fracture behaviour of plain carbon steel, Trans. Am. Soc. Metals, Vol. 59, p. 967, 1966.”
- [56] X. Boidin, “Contribution à l’étude expérimentale et numérique à l’échelle de la microstructure de l’écaillage d’un alliage de titane. Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine - Metz, 2005.”
- [57] G. Martin, “Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane bêta-métastable Ti5553 et Ti17, thèse de doctorat, Mines Paris Tech, 2012.”
- [58] E. Schmid, “Neuere untersuchungen an metallkristallen. In Proc. 1st Int. Congr. Appl. Mech., pages 342–353. Delft.1924.”
- [59] B. Revil-Baudard, “Simulation du comportement mécanique des alliages de titane pour les procédés de mise en forme à froid, Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Paris (2010).”
- [60] S. Naka, “‘Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de phase alpha’ Thèse de doctorat, Université de Paris Sud, 1983. .”
- [61] F. Bridier, P. Villechaise, and J. Mendez, “Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales,” *Acta Mater.*, vol. 56, no. 15, pp. 3951–3962, Sep. 2008.
- [62] P. Castany, F. Pettinari-Sturmel, J. Crestou, J. Douin, and A. Coujou, “Experimental study of dislocation mobility in a Ti–6Al–4V alloy,” *Acta Mater.*, vol. 55, no. 18, pp. 6284–6291, Oct. 2007.
- [63] M. Besse, P. Castany, and T. Gloriant, “Mechanisms of deformation in gum metal TNTZ-O and TNTZ titanium alloys: A comparative study on the oxygen influence,” *Acta Mater.*, vol. 59, no. 15, pp. 5982–5988, Sep. 2011.
- [64] P. Castany, M. Besse, and T. Gloriant, “In situ TEM study of dislocation slip in a metastable β titanium alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 66, no. 6, pp. 371–373, Mar. 2012.
- [65] J. W. Christian and S. Mahajan, “Deformation twinning,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 1–2, pp. 1–157, 1995.
- [66] E. K. Amouzou, “‘Caractérisation et modélisation multi-échelles de l’anisotropie et de l’hétérogénéité de la déformation plastique du -titane en conditions de traction’, thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2015.”
- [67] H.-R. Wenk. U. F. Kocks, C. N. Tomé, “*Texture and Anisotropy Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Materials Properties*”. Cambridge University Press, 2000.
- [68] University of Cambridge, DoITPoMS, "<http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/superelasticity/twinning.php>.”

- [69] M. Battaini, E. V. Pereloma, and C. H. J. Davies, "Orientation Effect on Mechanical Properties of Commercially Pure Titanium at Room Temperature," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 38, no. 2, pp. 276–285, Mar. 2007.
- [70] G. T. Song, S. G. et Gray III, "Structural interpretation of the nucleation and growth of deformation twins in Zr and Ti–I. application of the coincidence site lattice (csl) theory to twinning problems in hcp structures. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43:2325–2337. 1995."
- [71] M. Battaini, "Deformation behaviour and twinning mechanisms of commercially pure titanium alloys," Monash University, Department of Materials Engineering, UK 2008.
- [72] J. L. Chaboche, "A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories," *Int. J. Plast.*, vol. 24, no. 10, pp. 1642–1693, Oct. 2008.
- [73] J.D. Atkinson, L.M. Brown and W.M. Stobbs "«The work-hardening of copper silicca IV. The Bauschinger effect and plastic relaxation » , *Philosophical Magazine*, Vol.30 N°6, 1974, pp. 1247-1280."
- [74] M. Choteau, "«Caracterisation de l'effet bauschinger en sollicitations uniaxiales d'un acier inoxydable austenitique X2CrNiMo17-12-2' , thèse de doctorat, Université Des Scinces et Techniques de Lille Flandres-Artois, 1999."
- [75] X. Feugas, "«Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux».Mémoire d'habilitation à diriger les recherches. 1999."
- [76] X. Feugas, "On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K : back stress and effective stress. *Acta materialia*, 47 :3617–3632. 1999."
- [77] S. Polak, J., Fardoun, F., Degallaix, "Effective and internal stresses in cyclic straining of 316 stainless steel. *Materials Science & Engineering A*, 215 :104–112. 1996."
- [78] S. Polak, J., Fardoun, F., Degallaix, "Analysis of the hysteresis loop in stainless steels I. Austenitic and ferritic steels. *Materials Science & Engineering A*, 297 :144–153. 2001."
- [79] D. Kuhlmann-Wilsdorf and C.Laird, "Dislocation behaviour in fatigue, *Materials Science and Engineering*, part. II et IV, vol. 37 et 39, 1979, p. 111 et p. 231."
- [80] J.I. Dickson, L. Handfield, G. L'espérance, "«Cyclic softening and thermally activated deformation of titanium and zirconium». *Materials Science and Engineering*. vol. 60, no 2, p. L3-L7. 1983."
- [81] J.I. Dickson, J. Boutin, L. Handfield, "«A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses». *Materials Science and Engineering*. vol. 64, no 1, p. L7-L11. 1984."
- [82] X. Feugas, "Tensile and cyclic hardening : Back and effective stresses concepts and their applications. *Recent. Res. Devel. Mat. Sci.*, 4 :35–64. 2003."
- [83] L. Taleb and A. Hauet, "Multiscale experimental investigations about the cyclic behavior of the 304L SS," *Int. J. Plast.*, vol. 25, no. 7, pp. 1359–1385, Jul. 2009.

- [84] C. Kpodekon, L. Taleb, S. Taheri, “étude de l’effet d’un pré-écrouissage sur la durée de vie d’un acier inoxydable austénitique 304L. 19ème Congrès Français de Mécanique. 2009.”
- [85] F. Vucko, “Etude expérimentale et modélisation des effets de l’hydrogène sur les propriétés mécaniques et le comportement en fatigue d’un acier à haute limite d’élasticité. Thèse de doctorat. Ecole Nationale des Mines de Saint Etienne, 2014. Flavien Vucko.”
- [86] C. Gaudin, “«Etude des mécanismes associés au rochet cyclique d’un acier austénitique AISI 316L». Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne. 2002.”
- [87] D. Gentet, “«Compréhension et modélisation du comportement mécanique cyclique anisotherme de l’acier austénitique AISI 316L». Thèse de Doctorat, Université de La Rochelle. 2009.”
- [88] H. Mughrabi, Dislocation clustering and long-range stresses in monotonically and cyclically metal crystals, *Revue Phys. Appl.*, vol. 23, pp. 367-379 (1988).
- [89] L. Priester, “Les joints de grains, de la théorie à l’ingénierie” EDP Sciences – 2006.
- [90] A. Lodini, T. Baudin, “Rayonnement synchrotron, rayons X et neutrons au service des matériaux – Analyse des contraintes et des textures” EDP Sciences – 2012.
- [91] Arsenlis, A. and Parks, D. (1999). Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density. *Acta Materialia*, 47(5): 1597–1611.

CHAPITRE II : TECHNIQUES ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

SPS, PREP, MEB et EBSD, les outils utilisés dans le cadre de ces travaux de recherche sont présentés dans ce chapitre. La chaîne d'élaboration de la structure harmonique est également détaillée.

1 Les outils de l'élaboration

1.1 Introduction

Dans le cadre de la précédente ANR MIMIC « Méthodes en Ingénierie de MICrostructures multi-échelle de types métal/métal » pilotée par le LSPM, une expertise a été obtenue dans l'élaboration et le contrôle de structures bimodales. C'est donc tout naturellement que le concept a été complexifié à l'occasion de l'ANR HighS-Ti.

La technologie de la métallurgie des poudres (MdP) est retenue pour la production des métaux et des alliages étudiés lors de cette étude. Elle se distingue par le fait que l'on génère les formes et les dimensions avant les caractéristiques mécaniques, à l'inverse de nombreux autres procédés de façonnage.

La MdP est une méthode avérée pour l'élaboration de matériaux massifs dotés de propriétés mécaniques particulières, obtenus en mélangeant des poudres élémentaires ou d'alliages puis en donnant à ce mélange une forme par compactage ou injection par un procédé nommé le frittage.

1.2 Principe des structures harmoniques

En combinant déformation plastique sévère (par broyage de poudres micrométriques) et frittage flash, il est possible de concevoir des matériaux massifs présentant une microstructure harmonique, constituée d'un "core" à gros grains, entouré par un "shell" à grains ultra-fins (figure 1). Ces matériaux présentent une microstructure bimodale dans la droite ligne des microstructures élaborées dans le cadre de l'ANR MIMIC.

Ces microstructures mises au point par Ameyama *et al* [1][2] assurent un gain de résistance pour une faible perte de ductilité. Dans le cadre de cette étude, deux types de structures seront élaborées à partir de la MdP suivant le protocole de fabrication défini par Ameyama *et al* [3]. Toutes deux ont pour point de départ la même poudre métallique produite par la méthode PREP. La structure dite conventionnelle est issue directement du frittage par SPS de la poudre (figure 2). La structure dite harmonique suit un processus incluant une étape supplémentaire. La poudre subit un broyage mécanique dans un broyeur planétaire à billes, elle présente alors une composition bimodale puis elle est frittée au SPS pour au final donner la structure harmonique (figure 2).

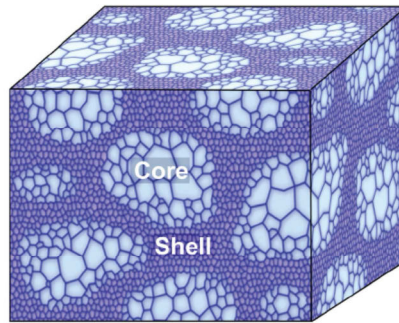


Figure 1 : Représentation schématique de la structure harmonique [3].

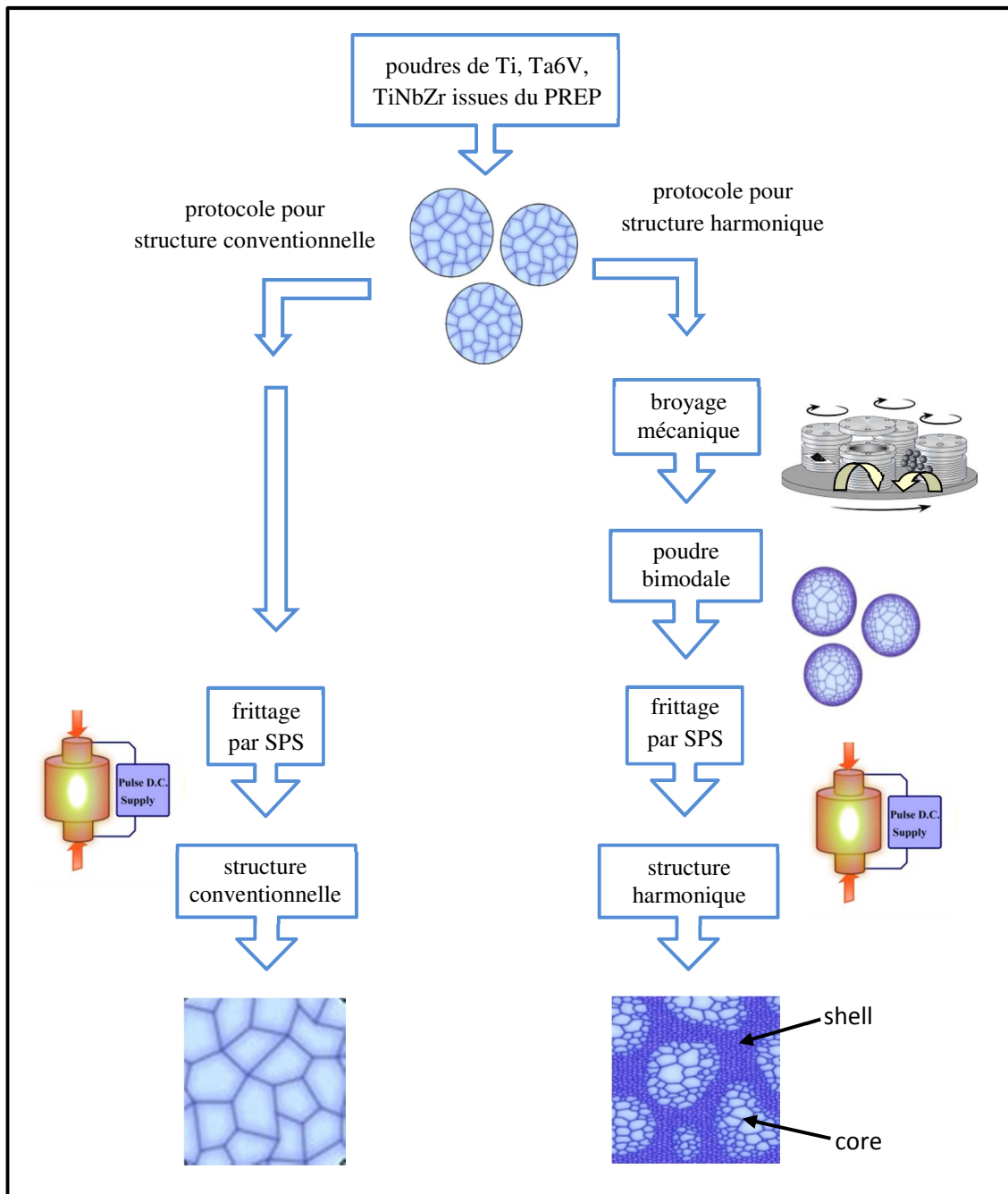


Figure 2 : Protocole d'élaboration des structures conventionnelles et harmoniques [3].

1.3 Principe du SPS

Le SPS ou Spark Plasma Sintering est un procédé de frittage sous pression qui s'apparente au pressage à chaud conventionnel. Son fonctionnement est basé sur l'utilisation de plasmas à haute température générés entre les particules de poudres par une série d'impulsions de courant électrique de forte intensité et de faible tension [4].

L'échantillon est disposé au sein d'une chemise en graphite à l'aide de deux pistons eux-mêmes recouverts d'entretoises en graphite qui serviront à concentrer le courant électrique et à transmettre la pression. L'ensemble est monté entre les deux plateaux du dispositif de pressage. Le tout est isolé dans une enceinte sous vide. Le SPS permet d'appliquer à l'ensemble du montage, simultanément ou séparément, le courant électrique et la contrainte uniaxiale (figure 3).

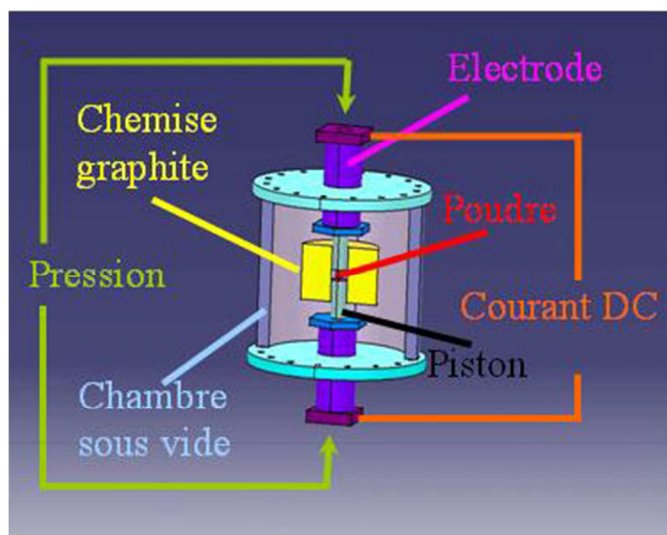


Figure 3 : Principe de fonctionnement du SPS [17].

D'une manière générale, au cours du frittage, deux phénomènes sont en compétition : la densification et la croissance des grains. La vitesse de chauffe étant élevée, cette technique permet d'augmenter la cinétique de frittage et par là même de réduire le temps disponible pour le grossissement des grains. Le maintien en température étant court, la densification du matériau est obtenue à une température plus basse que celle des procédés conventionnels. Le SPS qui combine un mode de chauffage au plus près de l'échantillon et l'application d'une pression uniaxiale permet d'obtenir des matériaux très denses présentant une microstructure fine. Ces matériaux présentent des caractéristiques différentes comparées aux procédés de frittage usuels [5].

1.4 Principe du PREP

La méthode PREP pour Plasma Rotating Electrode Process est un procédé de fabrication de poudre métallique basé sur le principe de l'électrode tournante [6] (figure 4).

Une barre métallique placée horizontalement est mise en rotation à une grande vitesse (plusieurs milliers de tours par minute), son extrémité est alors chauffée par une torche plasma jusqu'à atteindre sa fusion. Sous l'action de la force centrifuge, les gouttelettes de métal liquide sont éjectées et refroidies au contact d'un gaz neutre (argon ou hélium), l'ensemble est confiné dans une enceinte fermée afin d'éviter toute contamination. L'enceinte est suffisamment grande pour que les gouttelettes arrivent solidifiées avant d'atteindre le collecteur.

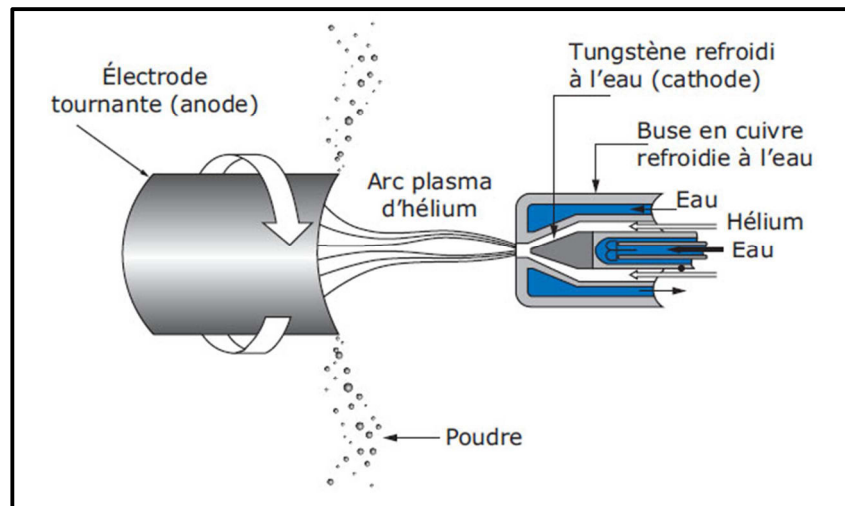


Figure 4 : Méthode PREP, principe de la fusion par torche plasma [6].

Contrairement à d'autres procédés de fabrication tels que l'atomisation ou l'hydruration, la méthode PREP permet d'obtenir des particules sphériques sans satellites collés à leur surface (figure 5) présentant un diamètre de quelques dizaines de micromètres, de plus elles ne présentent pas de porosité. Toutefois, cette méthode ne garantit pas une taille de particules constante (figure 5). Le facteur contamination de la poudre est à prendre en considération. Elle peut être polluée durant les différentes phases de l'élaboration soit par le tungstène de l'électrode, soit par l'usure du cuivre provenant de la torche ou encore par l'environnement immédiat de l'enceinte de confinement.

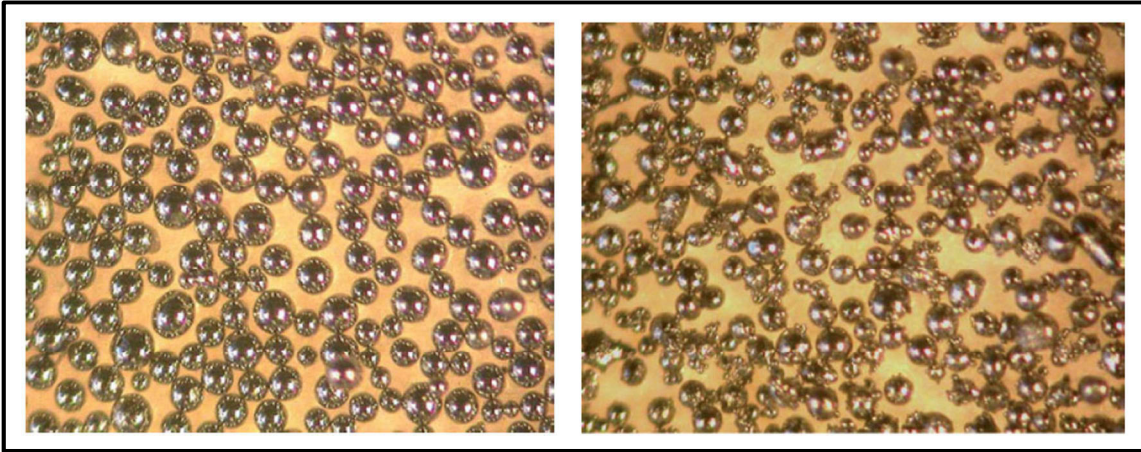


Figure 5 : Poudres de Ta6V, (a) obtenus par PREP, (b) obtenus par atomisation.

2 Les outils de la caractérisation

2.1 La microscopie électronique à balayage

2.1.1 Principe du MEB

La microscopie électronique à balayage ou MEB est une technique d'imagerie permettant de produire des images tridimensionnelles de la surface d'un échantillon d'une haute résolution pouvant atteindre quelques nanomètres et d'une très grande profondeur de champ. C'est un outil de caractérisation de la matière qui utilise le principe des interactions électrons-matière. Le fonctionnement est basé sur l'utilisation d'un fin faisceau d'électrons, émis par un canon à électrons, focalisé sur l'échantillon au moyen de lentilles électromagnétiques. Ce faisceau balaye point par point et ligne après ligne la surface observée. Des électrons irradient la surface et pénètrent plus ou moins profondément dans le matériau et affectent un volume appelé "poire d'interaction" (figure 6). Le volume de cette poire dépend du numéro atomique moyen de l'échantillon et de l'énergie des électrons incidents.

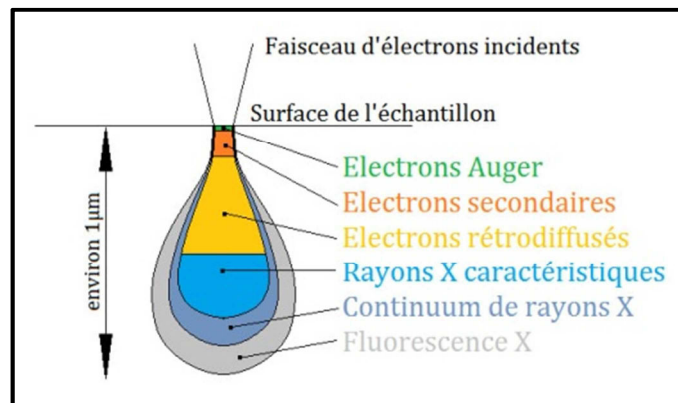


Figure 6 : Poire d'interaction entre le faisceau d'électron et la matière [18].

L'interaction entre les électrons incidents (primaires) et l'échantillon génère différents signaux qui sont amplifiés, détectés puis interprétés pour reconstruire une image en relief en fonction de l'intensité du courant électrique produit. Le MEB réalise donc une topographie de la surface, c'est pourquoi il fournit des images en noir et blanc où chaque nuance de gris est le résultat de l'intensité du courant détecté [7][8].

Les diverses interactions entre les électrons et la matière génèrent simultanément différentes particules ou rayonnements (électrons Auger, électrons rétrodiffusés, rayons X) qui apportent des informations complémentaires et permettent d'étudier d'autres aspects du matériau (analyse chimique, cristallographie...) (figure 7).

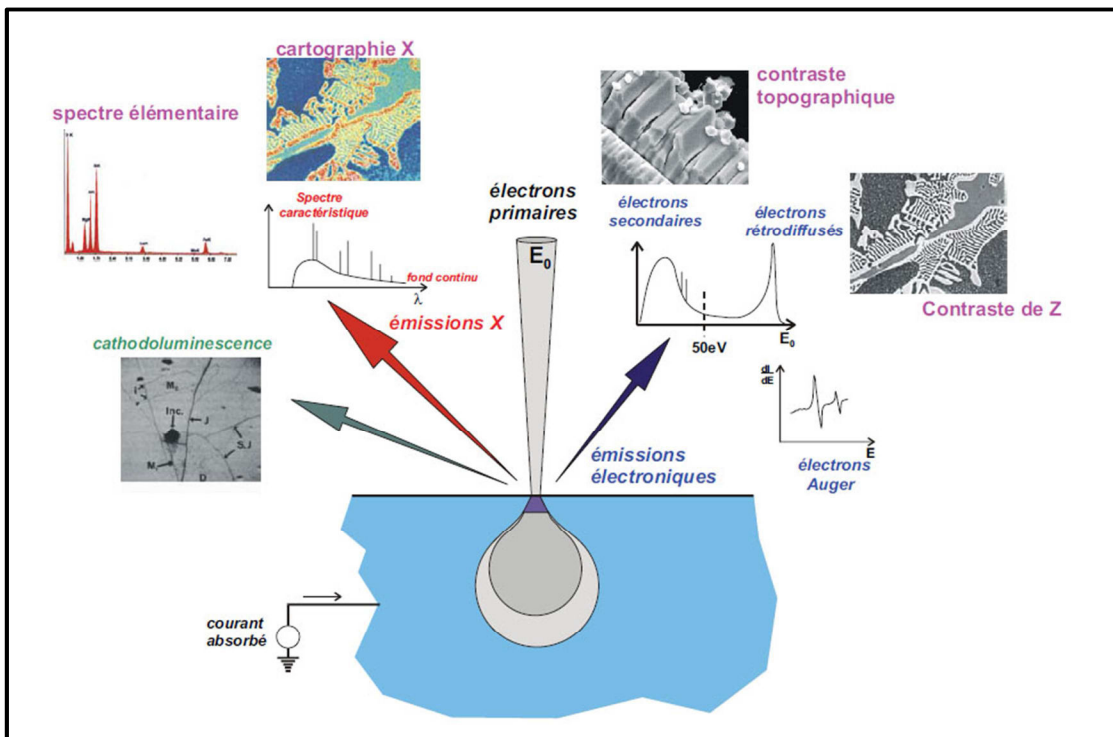


Figure 7 : Principales émissions dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon [8].

Dans le cadre de cette étude, nous utiliserons un microscope MEB – FEG à canon à effet de champ (Field Emission Gun) Zeiss 40VP, équipé d'un dispositif d'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD (pour Electron Backscattered Diffraction). Cette technique présente l'avantage de fournir une information globale et statistique sur plusieurs mm^2 à partir d'une analyse locale. Elle donne de nombreuses informations telles que l'orientation cristallographique des grains et l'histogramme de leur taille. Elle permet d'accéder à la nature des joints de grains et de mettre en évidence les systèmes de maillage.

2.1.2 L'imagerie en MEB

En fonction des particules analysées, différents types d'imageries sont envisageables. L'imagerie obtenue en mode « électrons secondaires » ou SE (Secondary Electrons) se caractérise par une très bonne définition, jusqu'à des grossissements compris entre x20.000 et x50.000 en résolution standard et jusqu'à x500.000 en haute résolution. Les électrons secondaires sont issus de l'interaction inélastique entre les électrons primaires du faisceau et les électrons orbitaux (en général les électrons de Valence) du matériau. Ces interactions provoquent la perte progressive de l'énergie des électrons primaires qui est transférée aux électrons orbitaux ce qui provoque une ionisation des atomes. Ces électrons dits secondaires possèdent une faible énergie (50 eV) et proviennent des couches superficielles proches de la surface. Ils sont par conséquent sensibles aux variations de la face observée, ce qui permet de reconstruire une image en relief montrant la topographie de la surface, avec une résolution de quelques dizaines de nanomètres.

L'imagerie obtenue en mode « électrons rétrodiffusés » ou BSE (back-scattered electrons) offre un contraste chimique, car le taux d'électrons rétrodiffusés est fonction du numéro atomique moyen de l'échantillon. Le niveau d'énergie élevé de ces électrons (jusqu'à 30 KeV) va permettre une diffusion plus profonde dans l'échantillon. La résolution est donc relativement faible, le grossissement est de l'ordre de x4000.

Les électrons rétrodiffusés caractérisent les électrons du faisceau primaire qui ont réagi de façon quasi élastique avec les atomes de l'échantillon. Ils sont renvoyés dans une direction proche de leur direction d'origine avec une faible perte d'énergie. Les éléments chimiques possédant un numéro atomique élevé produisent davantage d'électrons rétrodiffusés que ceux ayant un numéro atomique faible. Les électrons rétrodiffusés sont donc sensibles au numéro atomique des atomes. Dès lors, les zones de l'échantillon possédant un numéro atomique élevé seront donc plus blanches que celles ayant un numéro atomique faible. Cette particularité, nommée contraste de phase, permet de visualiser les diverses phases constituant un matériau et donc de juger l'homogénéité chimique d'un échantillon.

2.2 La technique d'analyse EBSD

2.2.1 Principe de fonctionnement

L'EBS (pour Electron Back Scattering Diffraction) est une technique d'analyse mise en œuvre sous microscopie électronique à balayage. Elle est basée sur l'acquisition et l'analyse de clichés de diffraction issus de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon. Elle permet de déterminer l'orientation cristallographique de la matière en surface sur une profondeur d'interaction allant de 20 à 30 nm [9].

Un faisceau d'électrons est focalisé sur la surface de l'échantillon, les électrons rétrodiffusés se trouvant en position de Bragg avec les plans cristallins vont diffracter selon deux cônes de diffraction appelés cônes de Kossel. L'intersection de ces cônes avec un écran de phosphore plan laisse apparaître deux hyperboles, mais en pratique, les angles de diffraction étant petits pour un faisceau d'électrons très énergétiques, les deux hyperboles apparaissent comme deux lignes parallèles, appelées lignes ou bandes de Kikuchi (figure 8).

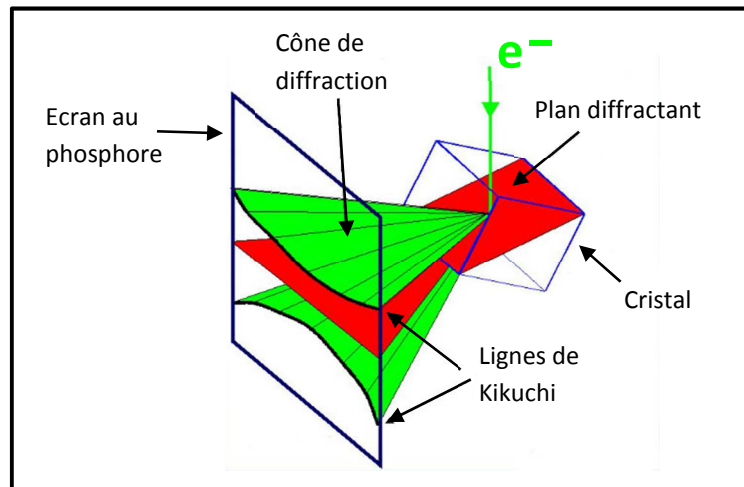


Figure 8 : Principe de formation des lignes de Kikuchi [19].

Les électrons rétrodiffusés impliqués dans la formation des bandes de Kikuchi, possèdent une énergie proche de celle des électrons incidents. Pour une tension d'accélération des électrons de 20 kV, ils présenteront une longueur d'onde précise ($\lambda=0,087 \text{ \AA}$) ce qui, satisfaisant la relation de Bragg, permet la formation de bandes nettes. Pour obtenir une diffraction optimale, l'échantillon doit présenter un angle d'inclinaison de 70° par rapport au faisceau incident (figure 9). Cette configuration permet de recueillir le maximum d'électrons rétrodiffusés tout en minimisant ses variations en fonction des espèces chimiques en présence.

Les angles entre ces lignes ainsi que leurs largeurs sont caractéristiques d'une structure cristalline donnée. Donc chaque paire de lignes, correspond à une famille de plans et la distance inter réticulaire est liée à leur espacement.

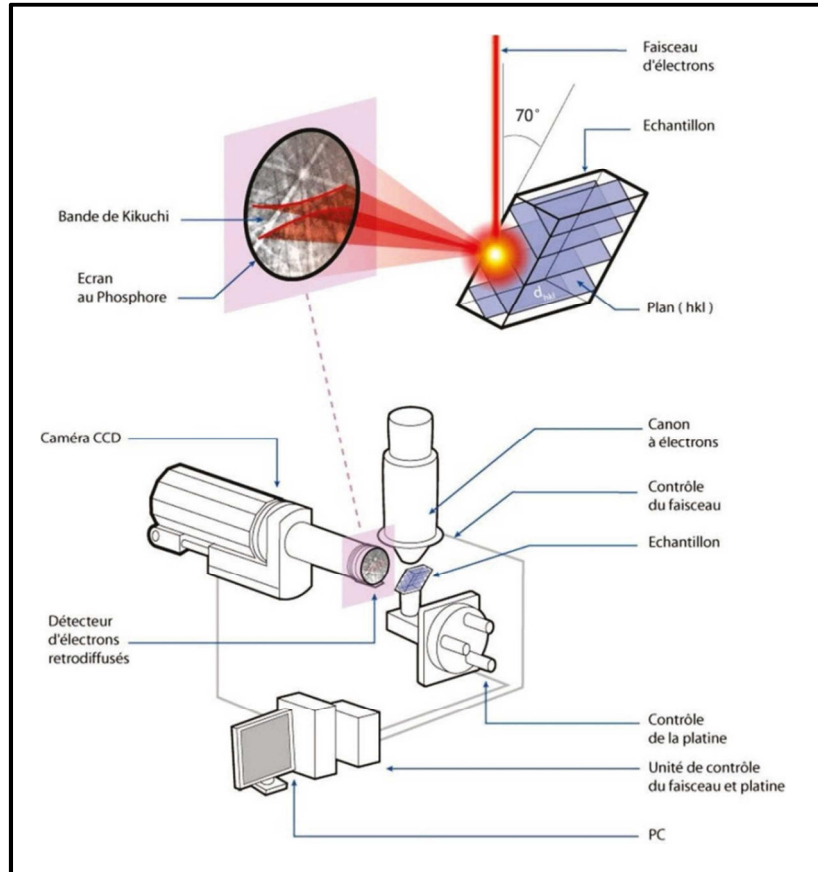


Figure 9 : Représentation schématique du principe de l'EBSD [20].

En mesurant les angles entre les plans et connaissant la structure cristalline du matériau, il est possible d'indexer l'ensemble des bandes de Kikuchi et ainsi reconstituer des cartographies à partir desquelles il est possible d'accéder aux orientations cristallographiques, à la texture ou encore à la distribution des joints de grains. L'indexation des bandes de Kikuchi est réalisée automatiquement à l'aide du logiciel TSL OIM (Orientation Imaging Map). La gestion informatisée de cette opération permet de traiter de manière statistique cette opération et donc d'introduire différents paramètres tels que les indices IQ (Image Quality) et CI (Confidence Index) qui sont respectivement l'indice de qualité et l'indice de confiance. Ils traduisent la différence entre la figure de diffraction expérimentale et la meilleure figure théorique à laquelle elle est associée.

Les principales étapes de l'indexation sont l'acquisition et le traitement du cliché de diffraction, l'indexation du cliché corrigé, l'acquisition des orientations sur une grille prédéfinie et pour finir la visualisation de la microstructure via la création des cartographies. Les quatre étapes sont présentées sur la figure 10 [10].

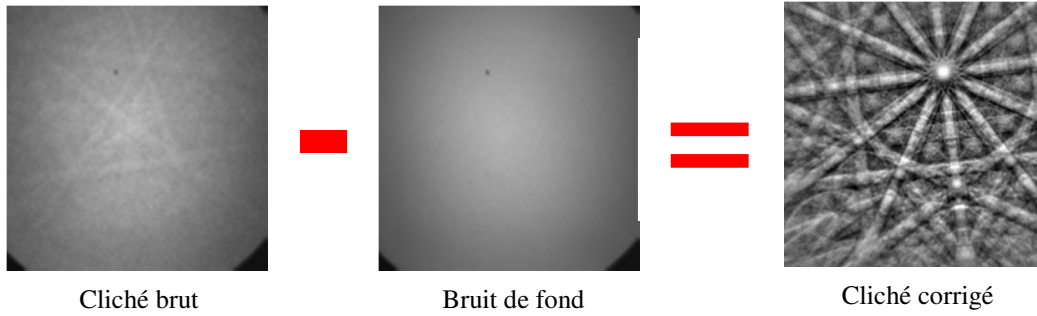
La qualité des diagrammes de diffraction est une donnée importante puisqu'elle est un indicateur de l'écrouissage du matériau. Plus le nombre de dislocations est élevé, moins bonne sera la qualité des diagrammes de Kikuchi (étape 4 de la figure 10). En effet, un trop grand nombre de dislocations va interférer avec les électrons rétrodiffusés et donc affecter l'indexation du cliché.

2.2.2 Les cartographies d'orientations

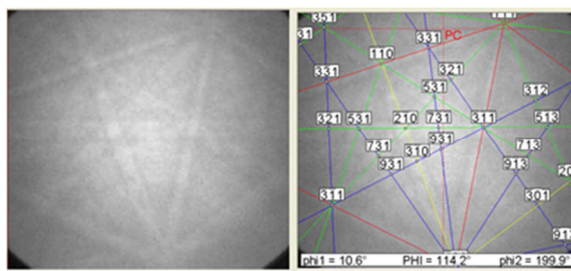
La cartographie est un outil qui très utile, car elle permet d'appréhender d'un seul coup d'œil la distribution d'un élément donné ou les corrélations entre plusieurs éléments. Ainsi, la microstructure peut être reconstruite à partir des indices CI et IQ et des paramètres caractérisant les orientations cristallographiques. La résolution des cartographies EBSD est directement liée au pas d'analyse. L'intensité moyenne de chaque cliché est représentative des phases, de l'orientation et de l'état d'écrouissage. Nous présenterons ici un tour d'horizon des principales cartographies accessibles ainsi que les analyses locales ou statistiques qui peuvent être réalisées à partir des mesures d'EBSD.

La microstructure est reproduite en niveau de gris (contraste de bandes) à partir du paramètre IQ qui est lié à la netteté des diagrammes de Kikuchi. En utilisant une échelle de différents niveaux de gris, on affecte un pixel blanc aux diagrammes très nets et un pixel noir aux diagrammes flous (ce qui peut être synonyme de déformation ou de mauvaise identification de la phase cristalline) (figure 11). Il est également possible de superposer à cette microstructure une cartographie des joints de grains (figure 11). Il est coutume de différencier quelques joints particuliers, ceux à faible désorientation dits LAGB (Low Angle Grain Boundary) définis pour des angles compris entre 3° et 15° , ceux à forte désorientation dits HAGB (High Angle Grain Boundary) définis par des angles compris entre 15° et 60° . On distingue également les joints spéciaux de type CSL (Coincident Site Lattice). À partir de données statistiques, il est possible de calculer la densité surfacique des joints de grains, en divisant la longueur des joints de grains à faible et forte désorientation par l'aire de la zone étudiée.

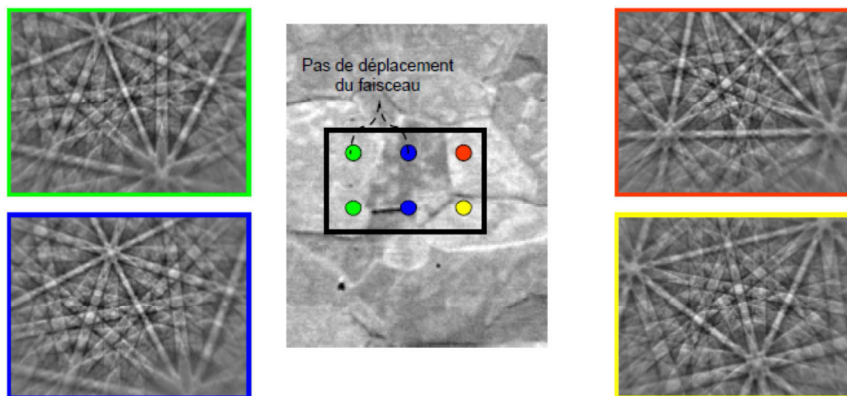
Etape 1 : l'acquisition et le traitement du cliché de diffraction. Elle consiste à extraire le bruit de fond du cliché brut afin d'obtenir un diagramme de Kikuchi net.



Etape 2 : Indexation du cliché corrigé par la détection des bandes de Kikuchi puis par l'identification des plans hkl.



Etape 3 : Acquisition des orientations à partir d'une grille prédéfinie



Etape 4 : Visualisation de la microstructure par la création d'une cartographie. Exemple : cartographie en indice de qualité.

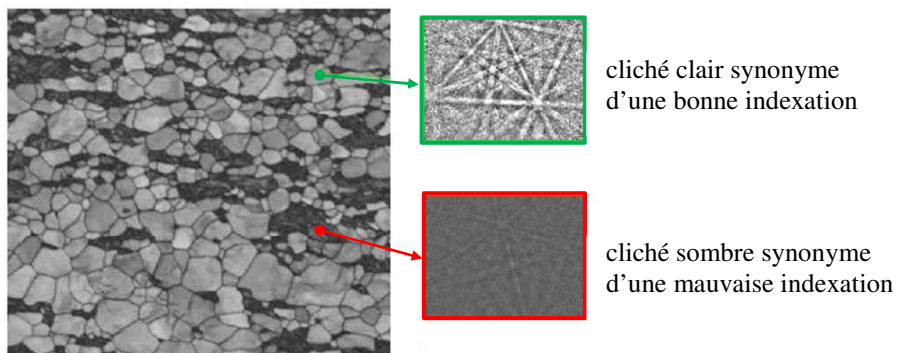


Figure 10 : Principe de formation des lignes de Kikuchi [10].

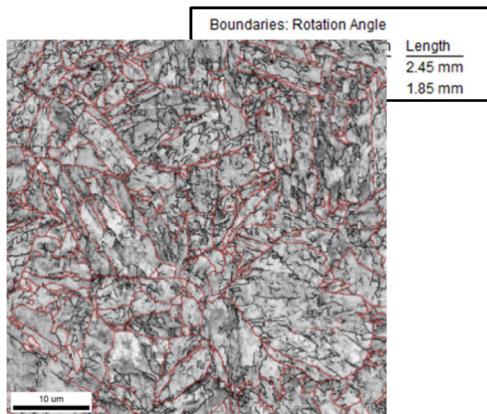


Figure 12: Cartographie IQ + joints de grains

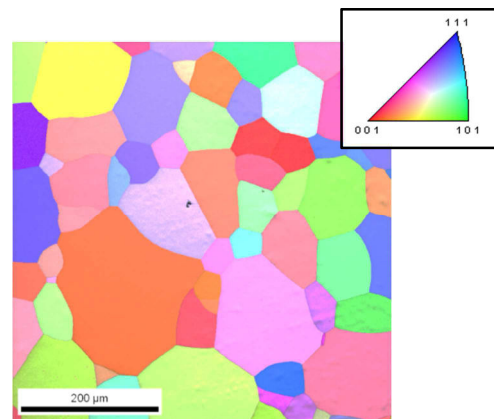


Figure 11 : Cartographie d'orientations des grains (IPF).

Les orientations cristallographiques des grains sont représentées par un code de couleur dit IPF (Inverse Pole Figure) utilisant les couleurs élémentaires rouge/vert/bleu. La couleur de chaque pixel est donnée par la projection d'une direction macroscopique de référence dans le repère du cristal. Ainsi, deux couleurs différentes indiquent toujours des orientations différentes (figure 12).

Dans le cas d'un matériau multiphasé, il est possible de tracer une cartographie des phases (figure 13). Pour cela, il est nécessaire de configurer l'indexation automatique des lignes de Kikuchi de manière à prendre en compte les phases en présence. Connaissant cela, le logiciel va pouvoir donner la distribution en phase en comparant sa base de données aux relevés effectués sur le matériau. Il est également possible d'isoler chaque phase et de tracer séparément les cartographies correspondantes.

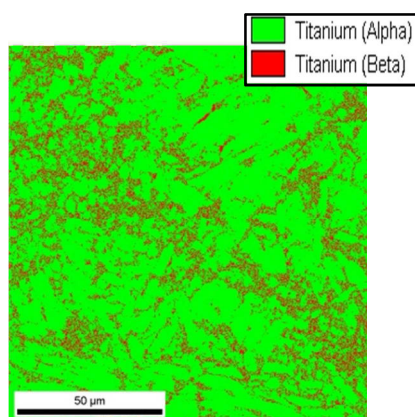


Figure 13 : Cartographie des phases

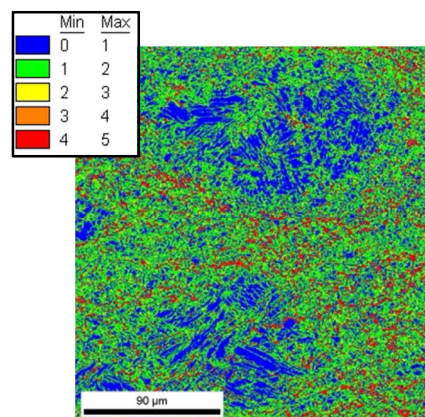


Figure 14 : Cartographie KAM

Les désorientations au sein des grains peuvent être mises en évidence à partir d'une cartographie du KAM (Kernel Average Misorientation) (figure 14). Ce paramètre permet

d'étudier la distribution de la désorientation locale. Le logiciel OIM mesure la désorientation moyenne entre le pixel considéré et les pixels qui se trouvent autour de lui à une distance donnée (définition de la taille des zones Kernel), en excluant du calcul les désorientations supérieures à un angle limite défini comme étant l'angle de désorientation seuil qualifiant un joint de grain (noté θ_{jdg}) [11]. Pour notre étude, le kernel est défini sur une grille hexagonale avec une taille de la zone limitée au 3^e voisin (figure 15). Le seuil de définition d'un joint de grains est fixé à 2°. Avec "N" le nombre de pixels voisins et " θ " l'angle de désorientation entre le pixel considéré et son voisin, pour $\theta_i < \theta_{jdg}$, le KAM est défini par :

$$KAM = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \theta_i$$

Le KAM peut être directement corrélé à la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) présentes dans le matériau déformé. Il a été montré [12][13] que la densité de GND dépend de la désorientation θ par unité de longueur X. Avec le vecteur de burgers "b" et la constante "C", la densité de GND est donnée par :

$$\rho_{GND} = \frac{C \cdot \theta}{X \cdot b}$$

L'EBSD permet également l'analyse de la morphologie des grains. Les cartographies d'orientations peuvent être analysées en termes de taille et de répartition des grains. S'il existe un allongement privilégié des grains, on peut les modéliser par des ellipses et estimer leur direction et leur taille (figure 16).

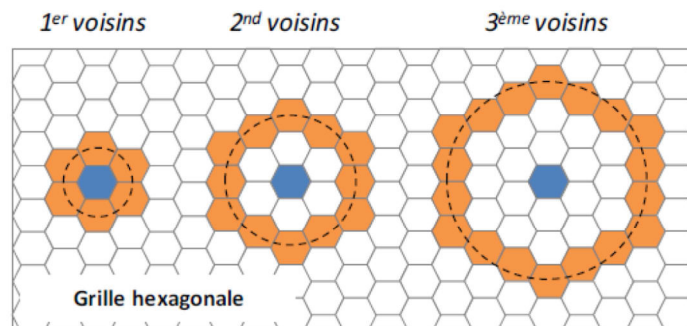


Figure 15 : Représentation du kernel sur une grille hexagonale suivant le nombre de voisins choisi [11].

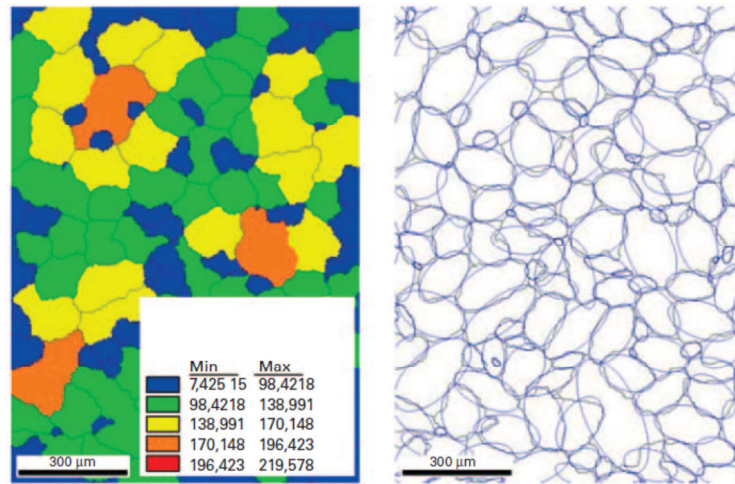


Figure 16 : Cartographie des grains, (a) colorés en fonction de la taille, (b) identifiés selon leur morphologie [20].

2.3 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons est une étape clé qui doit être effectuée avec soin pour garantir une diffraction optimale lors de l'analyse EBSD. La qualité des clichés de Kikuchi et la fiabilité de l'indexation dépendent fortement de la qualité de la surface de l'échantillon. Il est donc primordial de minimiser l'érouissage de surface qui perturbe la diffraction des électrons rétrodiffusés. En effet, un grand nombre de dislocations peuvent interférer avec ces électrons et donc flouter les diagrammes de Kikuchi.

Pour obtenir un état de surface de qualité, les matériaux de l'étude ont subi un protocole de polissage constitué de trois étapes, un prépolissage mécanique, un polissage de finition dit "poli miroir" et enfin un polissage chimique (attaque électrolytique). Les deux premières étapes sont primordiales, car elles vont consister à enlever suffisamment de matière pour faire disparaître l'érouissage superficiel sans introduire de nouvelles déformations. Il est également nécessaire de connaître, le cas échéant, le procédé utilisé pour découper l'échantillon. En effet, une découpe par électroérosion introduira très peu d'érouissage tandis qu'une tronçonneuse à disque induira des déformations sur une profondeur comprise entre 100μm et 300μm.

La première étape de ce protocole consiste à polir mécaniquement les échantillons à l'aide d'une succession de papiers abrasifs de carbure de silicium (SiC) de granulométrie décroissante, de grade 1000 (18μm) à grade 4000 (5μm). Les disques de papier sont placés

sur une polisseuse équipée de plateaux rotatifs sous un courant d'eau qui assure en même temps le refroidissement et la lubrification du matériau.

La deuxième étape a pour but d'éliminer les rayures provoquées par le prépolissage. À l'issue de cette phase, l'échantillon présentera un aspect miroir (figure 17a). Le polissage de finition est réalisé à l'aide d'une polisseuse automatique équipée d'un drap de polissage en feutre. La lubrification est assurée par une suspension abrasive de silice colloïdale (SiO_2), appelée OPS, constituée de particules de taille $0,3\mu\text{m}$.

La troisième étape intervient lorsque l'échantillon ne présente plus ou très peu de rayures. L'attaque chimique consiste à retirer la fine couche écrouie issue du polissage et à révéler la structure. Pour notre étude, les échantillons sont immergés dans une solution électrolyte A3 de marque Struers. Pour supprimer les irrégularités microscopiques, l'électrolyte arrache la matière ce qui permet de niveler sa surface en lui donnant un aspect brillant (photo 17b). Les paramètres temps et tension du courant ont été optimisés selon la nature du matériau. L'attaque électrolytique est effectuée sous une tension comprise entre 15V et 25V pendant un temps variant de 10 à 15 secondes. Le polissage électrolytique garantit une certaine reproductibilité du polissage, de plus il ne laisse aucune déformation mécanique sur la surface de l'échantillon.



Figure 17 Eprouvette de TA6V, polissage miroir (a), polissage électrolytique (b).

Il est important de noter qu'après chaque étape de polissage, il est indispensable de nettoyer méticuleusement la surface de l'échantillon afin d'éviter toutes rayures provoquées par des résidus de papier abrasif. Après un nettoyage à l'eau ou avec une solution savonneuse, il est impératif de le sécher soigneusement avec de l'éthanol.

2.4 Les essais de cisaillement

Les essais de cisaillement sont d'un grand intérêt pour l'étude du comportement des matériaux, car ils permettent d'accéder à différentes caractéristiques mécaniques à partir d'une géométrie simple d'éprouvette. L'essai de cisaillement simple ou monotone permet d'imposer à un matériau de grandes déformations homogènes, contrairement à un essai de traction pour lequel la déformation est limitée par le phénomène de striction. L'essai de cisaillement cyclique quant à lui, permet de remonter à l'origine de l'écrouissage et d'accéder à la nature des mécanismes de durcissement par le biais de l'analyse des cycles séquencés.

Les essais sont réalisés sur un dispositif de cisaillement d'une capacité de 100KN. La grande rigidité du bâti permet de déformer des échantillons allant jusqu'à 5mm d'épaisseur. Il est constitué de deux jeux de mors situés dans le même plan, un fixe et un mobile, entre lesquels est insérée l'éprouvette de forme parallélépipédique (figure 18). Le tout est maintenu en position au moyen de quatre tirants équipés chacun de quatre vis serrées au moyen d'une clé dynamométrique, à un couple de serrage dépendant de la nature du matériau. La largeur de la zone utile cisailée est de 3mm et est imposée par le montage mécanique des mors. Le glissement des mors mobiles par rapport aux mors fixes permet de solliciter le matériau en cisaillement (figure 19). Le dispositif est mis en place entre les colonnes d'une machine traction/compression de marque MTS équipée d'une cellule de force de capacité 100KN et pouvant atteindre des vitesses de déplacement de traverse de 0,001 à 500 mm/min.



Figure 18 : Dispositif de cisaillement monté sur la machine MTS.

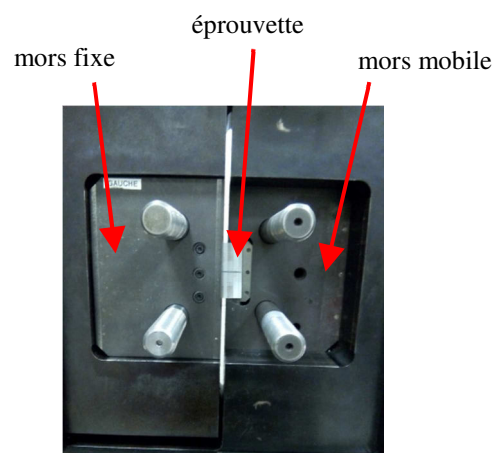


Figure 19 : Mise en place de l'éprouvette entre les mors du dispositif.

Le principe de l'essai de cisaillement repose sur le suivi en temps réel de la déformation de l'éprouvette qui est corrélée à l'inclinaison d'un trait, tracé sur une des faces de l'éprouvette, formant un angle θ de 90° par rapport à la direction de cisaillement (figure 20). La différence de couleur entre ce trait de couleur noire peint sur la surface de l'éprouvette préalablement recouverte de peinture blanche, permet à un extensomètre vidéo de suivre l'inclinaison du trait grâce à un algorithme d'extrapolation des couleurs. On obtient ainsi une mesure précise de la variation de l'angle θ .

Cet angle permet d'une part d'imposer la déformation de cisaillement γ désirée à partir de la relation " $\gamma = \tan \theta$ " avec " $\theta = \delta L/b$ " où δL représente l'allongement dans le plan de cisaillement et b la largeur cisailée (figure 21). D'autre part, il permet de définir la vitesse de déformation. La contrainte de cisaillement τ est obtenue par la relation $\tau = F/S$, F étant la force mesurée par la cellule de force et S l'aire de la section cisailée de l'éprouvette [14][15][16]. La constance de la vitesse de déformation est garantie par une boucle d'asservissement fermée qui intègre en temps réel les valeurs de θ qui permettent alors de contrôler la vitesse de déplacement de la machine MTS par l'intermédiaire d'un PID de régulation.

Le résultat final est l'obtention d'une courbe décrivant l'évolution de la contrainte de cisaillement τ en fonction de la déformation de cisaillement γ . Pour un critère isotrope de Von-Mises, la contrainte et la déformation équivalentes sont données par :

$$\sigma = \tau \times \sqrt{3} \quad \text{et} \quad \varepsilon = \gamma / \sqrt{3}$$

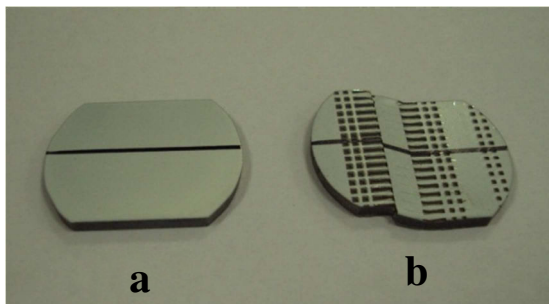


Figure 20 : Epreuve avant cisaillement (a) et après cisaillement (b).

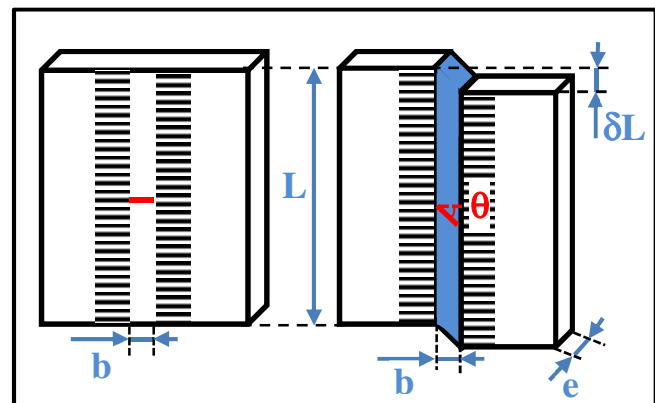


Figure 21: Géométries des éprouvettes de cisaillement.

Bibliographie du chapitre II

- [1] T. Sekiguchi, K. Ono, H. Fujiwara, and K. Ameyama, “New microstructure design for commercially pure titanium with outstanding mechanical properties by mechanical milling and hot roll sintering. *Materials transactions*. 2010.”
- [2] K. S. Vajpai, H. Yu, M. Ota, I. Watanabe, G. Dirras, and K. Ameyama, “Three-Dimensionally Gradient and Periodic Harmonic Structure for High Performance Advanced Structural Materials. *Materials Transactions*, Vol. 57, No. 9 (2016) pp. 1424 to 1432.”
- [3] S. K. Vajpai, M. Ota, Z. Zhang, K. Ameyama, “Three-dimensionally gradient harmonic structure design: an integrated approach for high performance structural materials. *Materials Research Letters*, 2016 Vol. 4, No. 4, 191–197.”
- [4] C. Estournes, “Mise en forme de matériaux par frittage flash. *Technique de l’ingénieur*. 2006.”
- [5] F. Naïmi, “Approches scientifiques et technologiques du frittage et de l’assemblage de matériaux métalliques par SPS. Thèse, Université de Bourgogne, 2015.”
- [6] Y. Millet, “Fabrication de poudres métalliques par la méthode PREP®, *Technique de l’ingénieur*, 2015.”
- [7] J. Faerber, “Microscopie électronique à balayage Microanalyse X par sonde électronique,” 2004.
- [8] F. Brisset, *Microscopie électronique à balayage et microanalyses*. 2008.
- [9] S.I. Wright, M.M. Nowell, D. P. Field, “A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction” *Microsc. Soc. Am.* 2011.
- [10] D. Barbier., “Apport de la technique EBSD en mécanique des matériaux. ArcelorMittal.”
- [11] A. Karch, “Etude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d’aciers ferritiques renforcés par dispersion d’oxydes. Thèse, Mines Paris Tech, 2014.”
- [12] A. Kubin, L.P ; Mortensen, “Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues, *Scripta Mater*, 48 (2003) 119-125.”
- [13] H. Gao, Y. Huang, Y ; W.D. Nix, J.M Hutchinson, “Mechanism-based strain gradient plasticity - I. Theory, *J Mech Phys Solids*, 47 (1999) 1239-1263.”
- [14] E. F. Rauch, “Plastic anisotropy of sheet metals determined by simple shear tests. 1989,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 241, no. 1–2, pp. 179–183, Jan. 1998.
- [15] S. Bouvier, H. Haddadi, P. Levée, and C. Teodosiu, “Simple shear tests: Experimental techniques and characterization of the plastic anisotropy of rolled sheets at large strains,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 172, no. 1, pp. 96–103, Feb. 2006.
- [16] S. Bouvier, B. Gardey, H. Haddadi, C. Teodosiu, “Characterization of the strain-induced plastic anisotropy of rolled sheets by using sequences of simple shear and uniaxial tensile tests,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 174, pp. 115–126, May 2006.

- [17] “Plateforme Nationale de Frittage Flash, <http://pnf2.cnrs.fr>.” .
- [18] E. Haye, “Substitution anioniques et cationiques de films minces de orthoferrite de lanthane LaFeO_3 élaborés par pulvérisation cathodique magnétron. Thèse, Université de Lorraine, 2016.”
- [19] “Module 4 - Introduction to EBSD – Oxford instruments. <https://www.oxford-instruments.com>.” .
- [20] D. Barbier, “Analyse de microstructures par la technique EBSD. ArcelorMittal Research.”

CHAPITRE III :

ÉTUDE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE ET CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

Une analyse EBSD vient compléter les essais de cisaillement monotone et cyclique réalisés sur les structures harmoniques et conventionnelles. La partition des contraintes révèle le rôle important du back-stress. Un effet Bauschinger est mis en évidence au travers de l'écroissage cinématique de la structure harmonique. L'inhibition des macles provoquée par l'arrangement core/shell est un des faits marquants de ce chapitre.

1 Introduction

Ce chapitre porte sur l'analyse du comportement mécanique du titane et de ses alliages. Trois matériaux seront étudiés, le titane pur (Ti) de type α , un alliage de type α/β , le TA6V (Ti-6Al-4V) et un alliage purement β , le TNZ (Ti-25Nb-25Zr). Les poudres métalliques ayant servi à l'élaboration de ces différents matériaux ont été obtenues via la méthode de fabrication PREP (voir chapitre II).

Les matériaux seront soumis à des essais de cisaillement monotone et cyclique, réalisés à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . Les essais de cisaillement monotone permettent d'imposer aux matériaux de grandes déformations homogènes. Les essais de cisaillement cyclique quant à eux, permettent de remonter à l'origine de l'écrouissage et d'accéder à la nature des mécanismes de durcissement par le biais de l'analyse des cycles séquencés.

Le module de cisaillement G (en GPa) est estimé à partir de la pente de la partie élastique de la courbe $\tau = f(\gamma)$ obtenue lors des essais de cisaillement monotone. Le module de Young E (en GPa) est relié au module de cisaillement par le coefficient de Poisson, dont la valeur est fixée à 0,33 en accord avec la littérature, par la formule $E = 2G(1 + \nu)$.

Les essais cycliques consisteront à incrémenter les cycles d'une amplitude de 1% de déformation dans les deux sens de sollicitation (-1/+1, -2/+2, -3/+3...), puis de 2% (-2/+2, -4/+4, -6/+6...). On entend par cycle, le chemin décrit pour atteindre, dans un sens, une déformation positive donnée et dans l'autre, une déformation négative donnée. Le changement de sens est obtenu en inversant la direction de chargement. Un cycle est donc constitué de deux segments, un de "montée" et un de "descente" (figure 1).

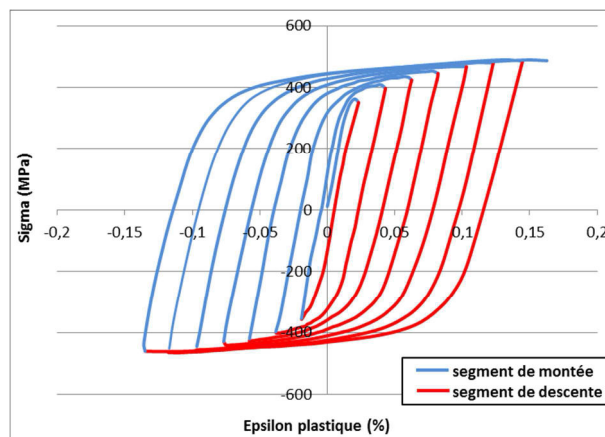


Figure 1 : Identification des segments de montée et de descente

Les résultats se présentent sous la forme d'une courbe décrivant l'évolution de la contrainte de cisaillement τ (en MPa) en fonction de la déformation γ (%). Pour un critère isotrope de Von-Mises, la contrainte et la déformation équivalentes sont données par :

$$\sigma = \tau * \sqrt{3} \quad \text{et} \quad \varepsilon = \gamma / \sqrt{3}$$

Afin d'évaluer la contribution de l'arrangement harmonique "core+shell" sur le comportement mécanique, deux types de structures seront comparées (figure 2). La première dite conventionnelle est obtenue directement en faisant endurer à la poudre nommée IP (Initial Powder) un frittage flash tandis que la poudre nommée MM (Mechanical Milling) donnant naissance à la structure dite harmonique, subit une étape de broyage par le biais d'un broyeur planétaire, puis elle est soumise au frittage flash, dans les mêmes conditions que la poudre IP. Le procédé d'élaboration est détaillé au chapitre II. La comparaison des propriétés mécaniques des deux structures permettra d'identifier l'influence de la structure harmonique et le rôle des composantes core et shell respectivement à gros grains et à grains ultra-fins.

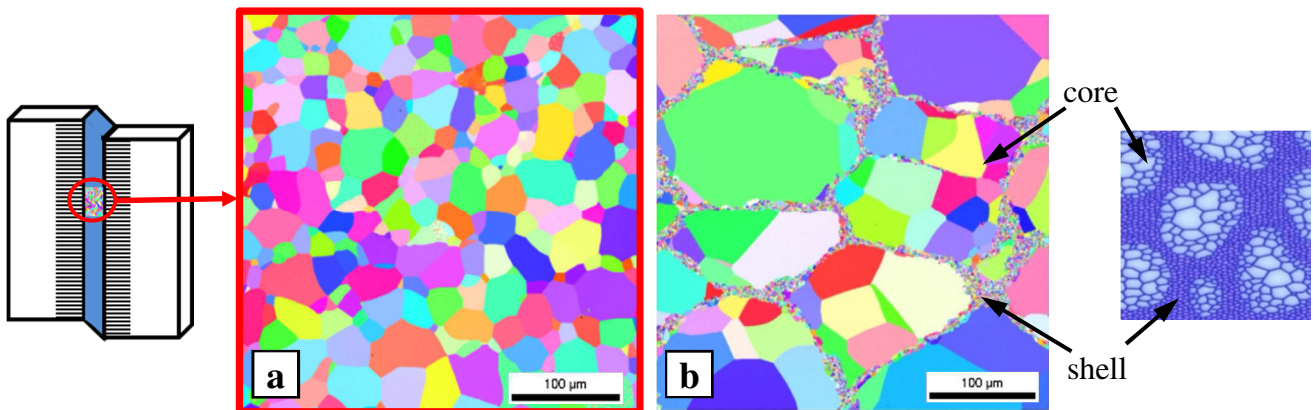


Figure 2 : structure conventionnelle IP (a) versus structure harmonique MM (b)

Afin de discuter de l'origine de l'écroutissement, on s'attachera à décrire l'évolution du taux d'écroutissement " θ " pour les segments montants et descendants. Le taux d'écroutissement est défini en chaque point comme étant la pente de la tangente à la courbe $\theta = d\tau/d\gamma$. Comprendre l'évolution de l'écroutissement est important, car elle permet de cerner les mécanismes responsables du durcissement des matériaux au cours de leur déformation plastique. L'évolution du taux d'écroutissement sera présentée sur deux graphiques distincts, un pour les segments montants et un pour les segments descendants.

Durant des essais mécaniques, il est possible d'identifier des stades d'écroutissement [1][2][3], chacun correspondant à la prédominance d'une structure de dislocations. On tâchera de mettre en évidence ces stades lorsqu'ils existent.

Dans le but d'identifier le type d'érouissage, le rôle et la nature des contraintes présentes pendant la déformation, on utilisera la décomposition des contraintes proposée par Feaugas [4] issue de l'approche de Dickson et Handfield et de la première interprétation des contraintes proposée par Cottrell (voir chapitre I).

Elle est basée sur l'identification des effets des champs de contrainte et de leur longueur d'onde, engendrés pendant la déformation plastique. La contrainte macroscopique peut être décrite comme étant la somme d'une contrainte interne X et d'une contrainte effective σ_{eff} . La contrainte interne a des interactions à longue distance avec les dislocations tandis que la contrainte effective a des interactions à courte distance, des détails sont donnés au chapitre I. La déformation plastique est gouvernée par l'érouissage du matériau, c'est-à-dire l'évolution de la forme, de la position, et de la taille de sa surface d'écoulement. En complément à l'étude des contraintes, l'évolution des variables d'érouissage isotrope R et cinématique X_c (voir chapitre I) sera présentée. Cette approche, analogue à celle de la partition des contraintes, apporte des précisions sur le comportement global du matériau via un découpage différent des contraintes [5].

Pour compléter l'étude des contraintes, une caractérisation des propriétés cristallographiques sera effectuée par le biais d'une caractérisation EBSD (voir chapitre II) effectuée sur le dessus de la zone cisailée (figure 2). Cette technique permettra d'accéder non seulement à des cartographies d'orientations, mais aussi à celles des phases. Les propriétés comme la morphologie et la taille des grains seront également analysées. De plus, il sera possible d'estimer des déformations élastiques et plastiques. Pour notre étude, un grain est défini comme ayant au minimum 3 pixels désorientés de moins de 15° , le kernel est positionné sur une grille hexagonale avec une taille de la zone limitée au 5^e voisin. Sur les cartographies des joints de grains (JDG), les macles de compression sont localisées par des cercles rouges, les macles de traction par des cercles jaunes.

Un des objectifs fixés ici est de déterminer si oui ou non, les matériaux à structure harmonique possèdent de meilleures propriétés mécaniques comparées aux mêmes matériaux ayant des structures plus classiques. Ce chapitre présente les différents résultats obtenus. Les phénomènes et les mécanismes observés seront interprétés au chapitre "Discussion".

2 Le titane pur

2.1 Caractérisation de l'état initial

2.1.1 La poudre initiale

La poudre de titane pur ayant servi à la réalisation des matériaux massifs a été obtenue via la méthode de fabrication PREP. Les particules de poudre formées sont sphériques sans satellites collés sur leur surface. La composition chimique de la poudre est donnée dans le tableau 1. La taille des grains varie entre 100 μm et 180 μm (figure 3).

Éléments	Ti	O	Fe	N	H	C
% mass	99,818	0,111	0,04	0,015	0,012	0,004

Tableau 1 : Composition de la poudre issue du PREP

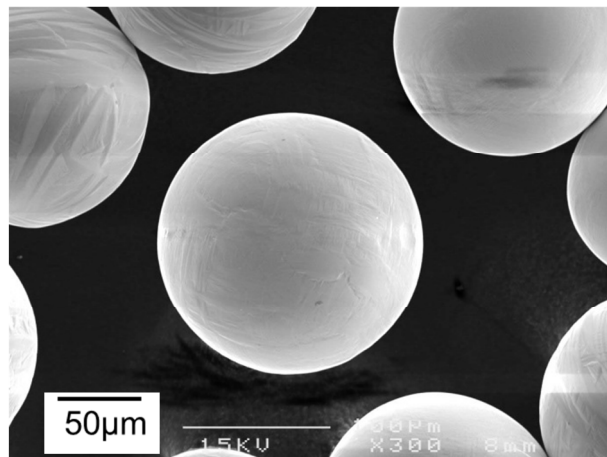


Figure 3 :Poudre initiale de Ti pur

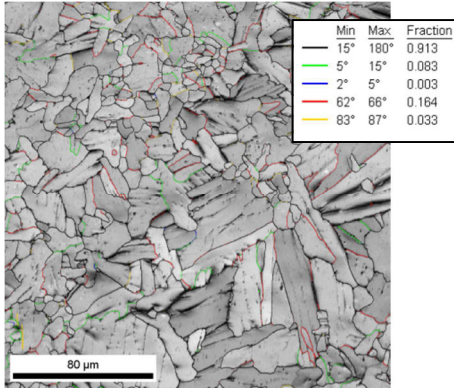
2.1.2 Les matériaux massifs

Les deux échantillons massifs de titane pur ont été frittés par SPS pendant une durée de 10 min à une température de 800 °C (1073 K). La poudre MM ayant servi à la fabrication de la structure harmonique a subi un broyage mécanique à température ambiante sous gaz argon pendant 100 heures dans un broyeur planétaire à billes.

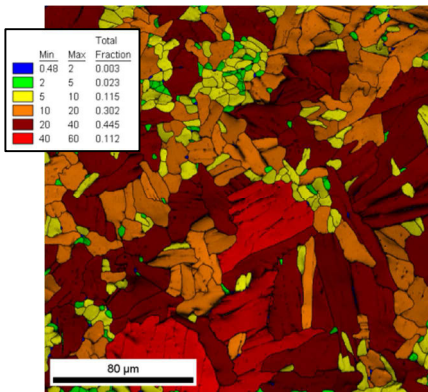
Les résultats de la caractérisation EBSD de la structure conventionnelle initiale sont donnés sur la planche 1. La cartographie des grains présente des grains allongés avec un ratio longueur/largeur de 0,45, la taille moyenne est de 25 μm . La structure ne présente pas d'orientation préférentielle comme on peut le voir sur la cartographie IPF. Elle comporte des LAGB et des macles de compression ($\approx 15\%$) et peu de macles de traction ($\approx 3\%$) (voir cartographie des JDG).

La structure initiale harmonique quant à elle est présentée sur la planche 2. Elle est constituée de grains équiaxes dont la taille moyenne est de 5 μm pour le shell et de 30 μm pour le core comme le montre la cartographie des grains. Il y a peu de LAGB, on notera la présence de quelques macles localisées dans le shell identifiables sur la cartographie des JDG. Il n'y a pas d'orientation préférentielle de la microstructure (voir cartographie IPF). Dans certaines zones, le shell n'est pas homogène comme le montrent les cartographies JDG et IQ.

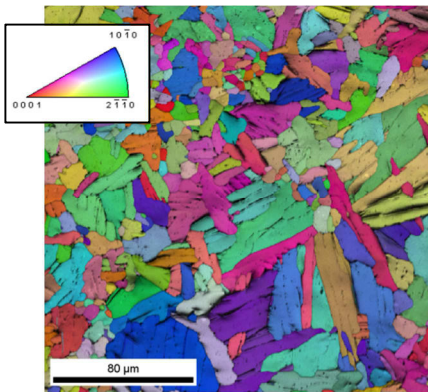
Planche 1 : état initial Ti pur IP



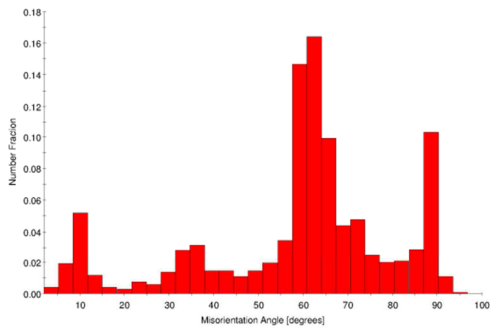
cartographie des JDG



cartographie des grains

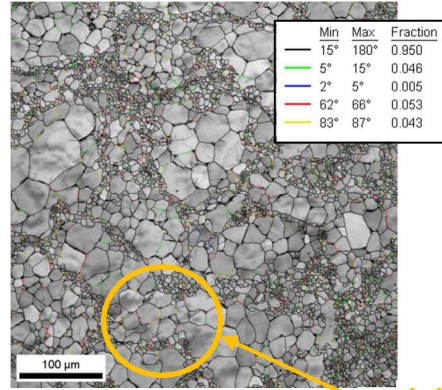


cartographie IPF



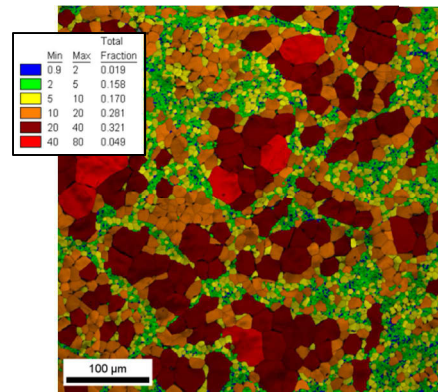
distribution des désorientations des JDG

Planche 2 : état initial Ti pur MM

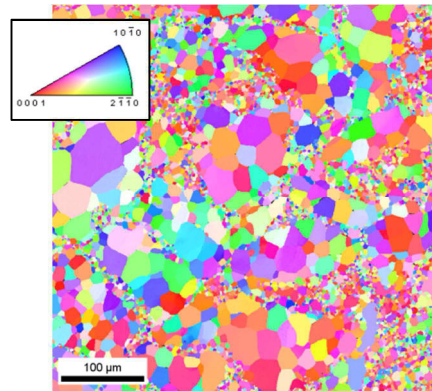


cartographie des JDG

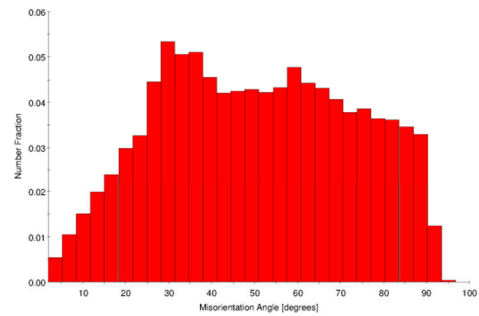
shell non homogène



cartographie des grains



cartographie IPF



distribution des désorientations des JDG

2.2 Essais de cisaillement monotone

2.2.1 Caractérisation du comportement mécanique

Des essais de cisaillement monotone jusqu'à rupture des éprouvettes ont été réalisés sur les deux types de structures. La figure 4 présente l'évolution de la contrainte de cisaillement τ (en MPa) en fonction de la déformation de cisaillement γ (en %) (fig. 4a) et l'évolution de la contrainte σ (en MPa) en fonction de la déformation ε (en %) (fig. 4b).

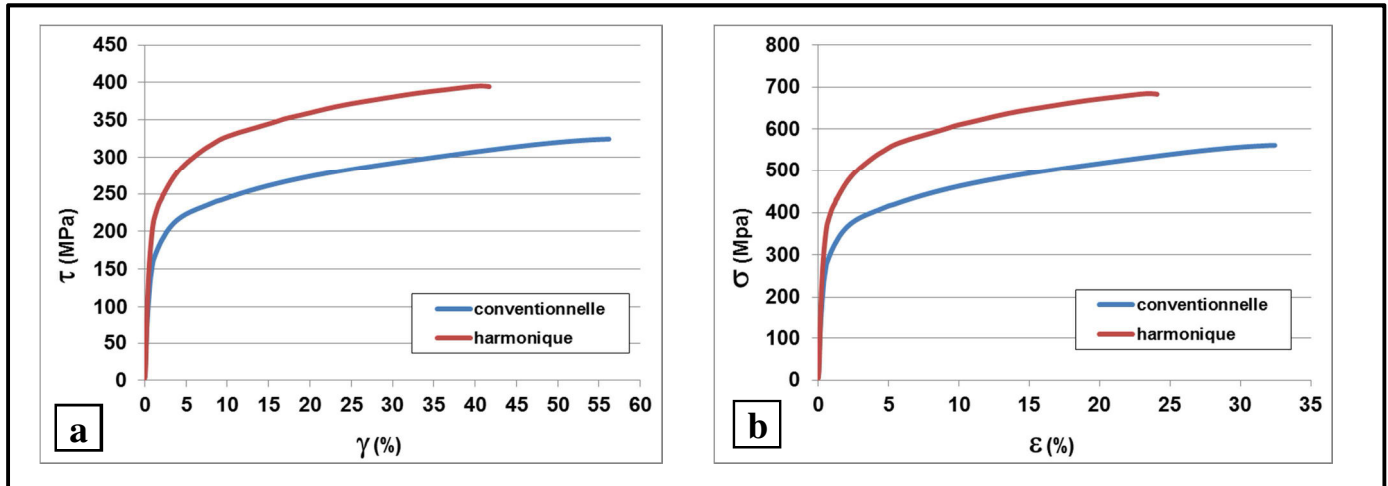


Figure 4 : Essai de cisaillement monotone Ti pur

L'étude du comportement mécanique des deux alliages indique que la structure harmonique permet un gain important de la résistance à la rupture sans perte importante de ductilité en comparaison à celle de la structure conventionnelle. La structure harmonique présente une valeur de résistance à la rupture (notée σ_{\max_h}) de 684 MPa pour une limite d'élasticité (notée σ_{elast_h}) estimée à 320 MPa tandis que la structure conventionnelle atteint 561 MPa en résistance à la rupture (notée σ_{\max_c}) pour une limite d'élasticité (notée σ_{elast_c}) de 220 MPa.

Cette différence de résistance au profit de la structure harmonique est associée à un écrouissage plus important puisque le durcissement est estimé à 364 MPa ($\sigma_{\max_h} - \sigma_{\text{elast}_h}$). Il est estimé à seulement de 341 MPa ($\sigma_{\max_c} - \sigma_{\text{elast}_c}$) pour la structure conventionnelle. Le module de Young de la structure conventionnelle est estimé à 80 GPa, inférieur à 110 GPa, valeur habituellement donnée dans la littérature pour le titane pur. La structure harmonique présente une rigidité plus importante avec un module de 105 GPa. L'étude de l'allongement à la rupture indique que la structure harmonique est plus fragile que la structure conventionnelle. Cette dernière se déforme jusqu'à une déformation $\varepsilon = 32\%$ contre 24% pour la structure harmonique, néanmoins cette valeur est déjà fort intéressante.

2.2.2 Étude de l'écroissage

L'évolution du taux de durcissement (figure 5) montre, malgré une différence notable de l'écroissage, que les deux structures ont un comportement similaire. Pour de faibles déformations, jusqu'à 2%, le taux d'écroissage chute très rapidement. Puis jusqu'à 10%, le durcissement de la structure harmonique est plus important. Au-delà de 10%, les deux courbes se superposent, le taux de durcissement se stabilise. Cette décroissance monotone, liée aux mouvements des dislocations, sera explicitée au chapitre V.

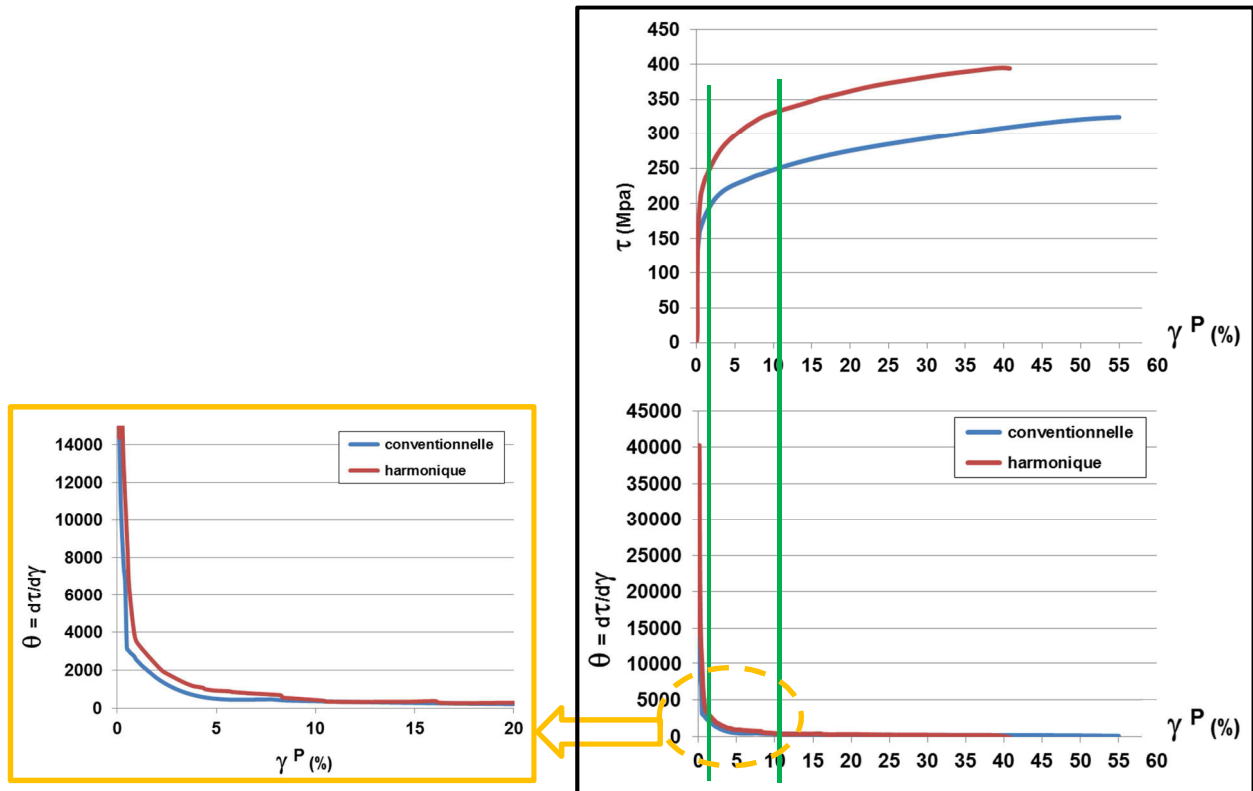
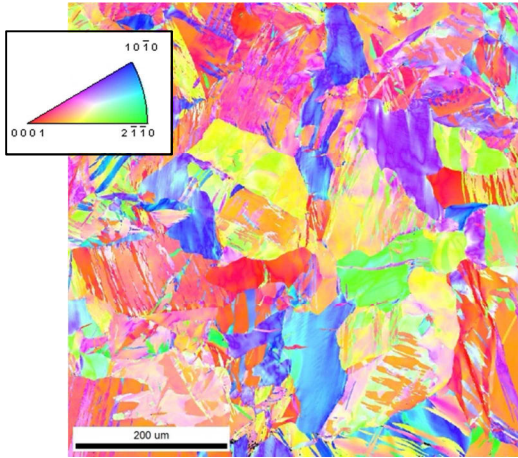


Figure 5 : Évolution du taux d'écroissage du Ti pur

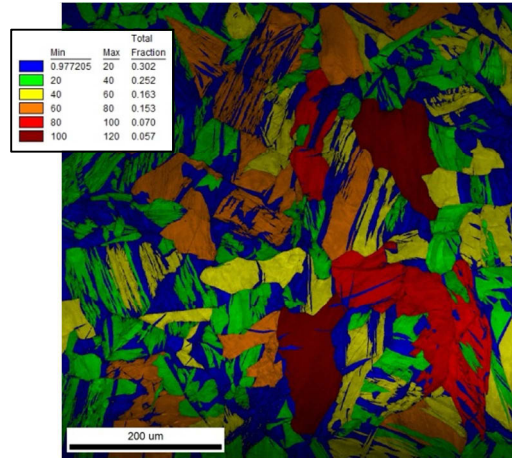
2.2.3 Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD

La structure conventionnelle (planche 3) déformée à $\epsilon \approx 32\%$ comporte des macles de compression ($\approx 3,4\%$) et de traction ($\approx 4\%$) et un grand nombre de LAGB visibles sur la cartographie des JDG. Les grains présentent un aspect allongé. La déformation est élevée dans les zones maclées (cartographie KAM). La structure harmonique (planche 4) a été déformée à $\epsilon \approx 24\%$. À certains endroits, le shell semble disparaître comme le montre la cartographie des JDG. Toutefois, la structure initiale présente un shell non homogène, cette disparition doit être corroborée par d'autres analyses. La déformation est plus importante au niveau du shell (cartographie KAM). On relève la présence de LAGB dans le shell et la formation de macles de traction ($\approx 2,8\%$) et de compression ($\approx 2,26\%$) dans le core (cartographie JDG).

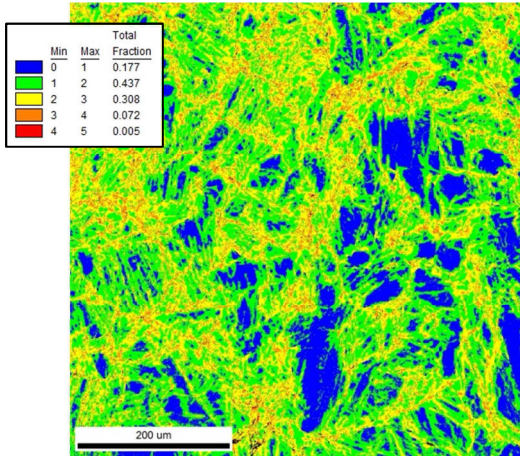
Planche 3 : caractérisation EBSD du Ti pur conventionnel après cisaillement simple



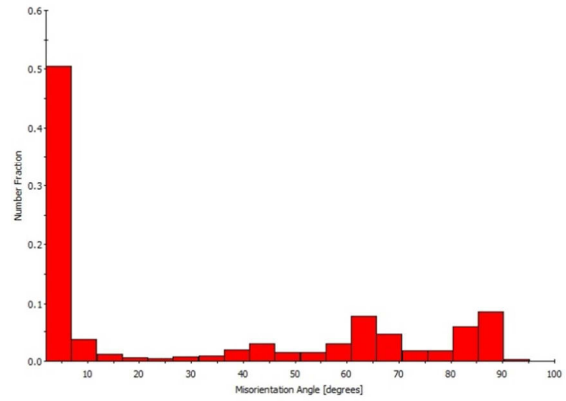
cartographie IPF



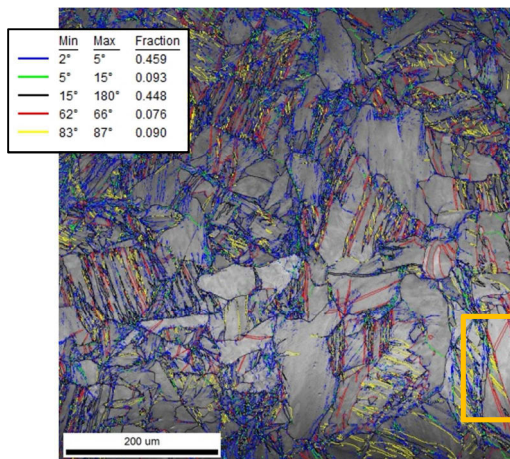
cartographie de la taille des grains



cartographie KAM

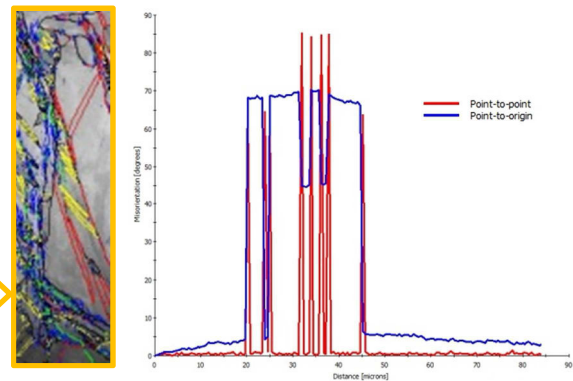


distribution des désorientations des JDG



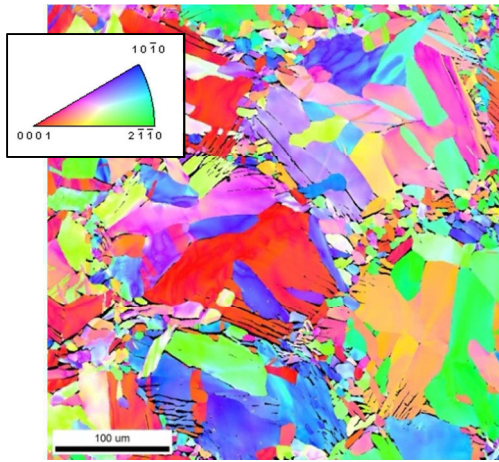
cartographie des JDG

macles de traction délimitées par deux macles de compression

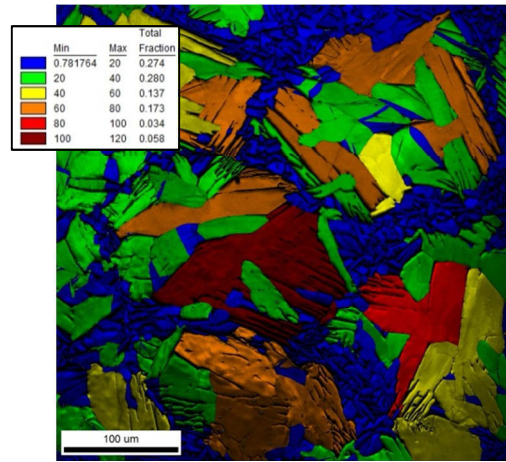


profil de désorientation

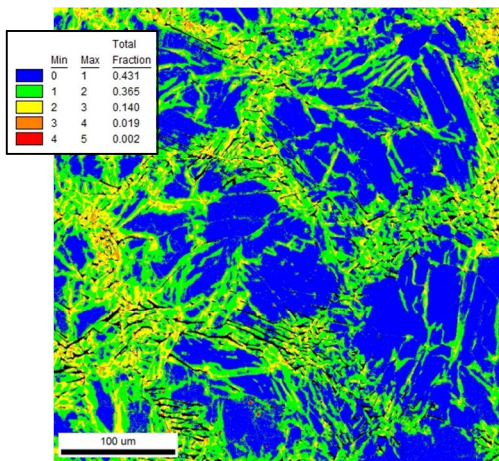
Planche 4 : caractérisation EBSD Ti pur harmonique après cisaillement simple



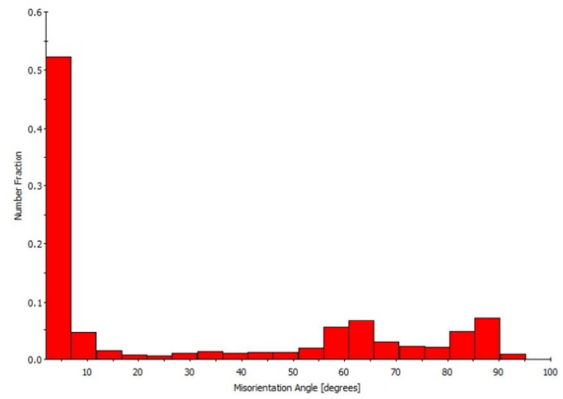
cartographie IPF



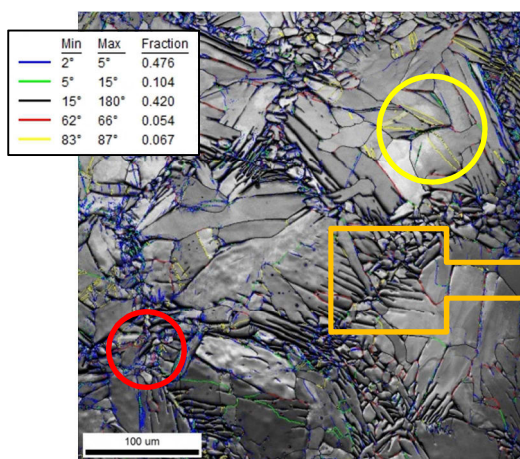
cartographie de la taille des grains



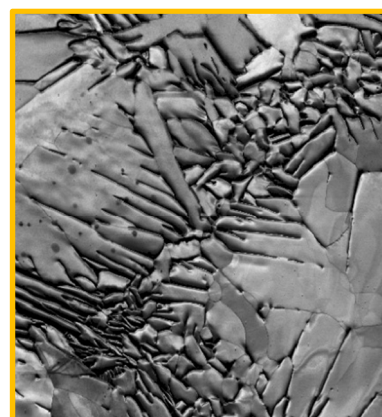
cartographie KAM



distribution des désorientations des JDG



cartographie des JDG



possible disparition du shell

2.3 Essais de cisaillement cyclique

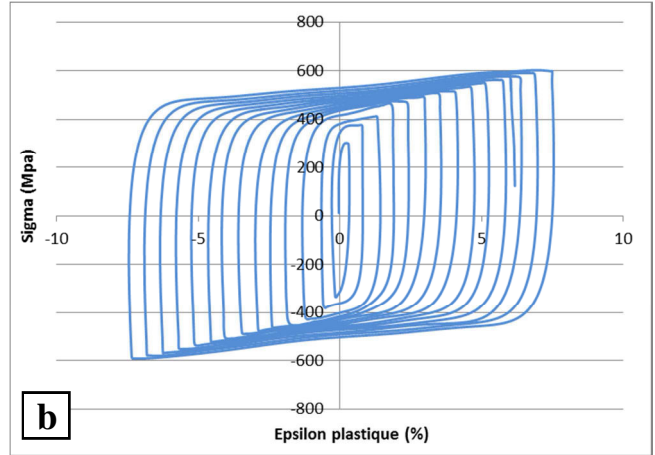
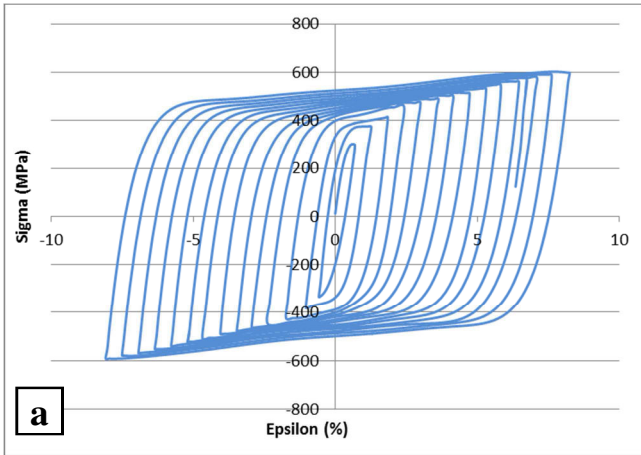
2.3.1 Caractérisation du comportement mécanique

Pour le matériau conventionnel (IP), la figure 6a présente l'évolution de la contrainte σ (MPa) en fonction de la déformation ε (%) et en fonction de la déformation plastique ε^P (%) sur la figure 6b, pour des incréments de déformation de +/- 1%. Les résultats pour les incréments de déformation de +/- 2% sont présentés aux figures 7a et 7b. Le comportement du matériau harmonique (MM) est quant à lui montré aux figures 9a et 9b pour les incréments de +/- 1% et aux figures 10a et 10b pour les incréments de +/- 2%.

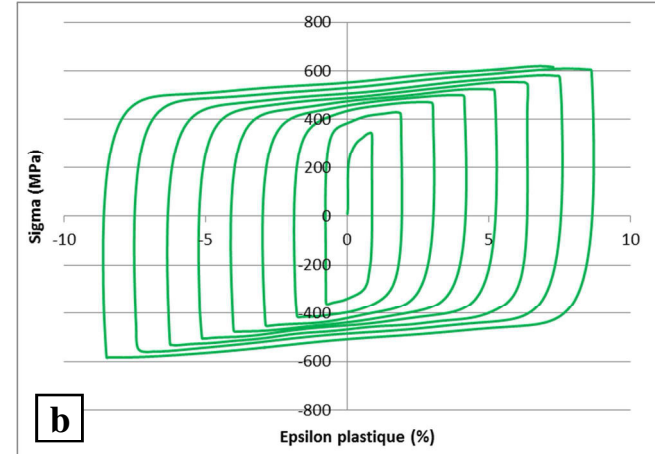
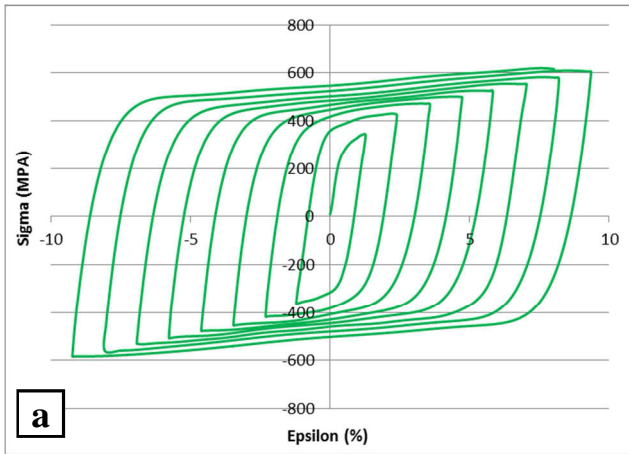
Pour les essais cycliques d'amplitude +/- 1%, l'échantillon IP a supporté un total d'environ 14,5 cycles ce qui correspond à une déformation γ cumulée de 432% (ε cumulée \approx 250 %), tandis que pour l'échantillon MM, la rupture de l'éprouvette est survenue au 11^e cycle, soit à une déformation γ cumulée de 253 % (ε cumulée \approx 146 %).

Pour les essais cycliques d'amplitude +/- 2%, l'échantillon IP a supporté un total d'environ 8,5 cycles avant de se rompre, ce qui correspond à une déformation γ cumulée de 302% (ε cumulée \approx 174 %), tandis que pour l'échantillon MM, la rupture de l'éprouvette est survenue au 7^e cycle, soit à une déformation γ cumulée de 210% (ε cumulée \approx 121%).

La représentation des essais cycliques montre que les deux structures ont sur certains points un comportement similaire. Indépendamment de l'amplitude de la déformation, les cycles présentent une évolution homothétique des enveloppes centrées à l'origine. Les figures 7 et 10 mettent en avant le fait que les deux structures ne sont pas influencées par l'amplitude des cycles de déformation ni par le niveau de déformation atteint au cours des cycles. Respectivement pour chaque matériau, le niveau de contrainte atteint pour la sollicitation +1/-1 est identique à celui de la sollicitation +2/-2, c'est-à-dire que pour une même amplitude de déformation, les cycles s'intercalent et se superposent parfaitement (figures 8 et 11). De plus on peut noter qu'une certaine symétrie est respectée tout le temps que dure la sollicitation. Pour un cycle donné, quel que soit le matériau et quelle que soit l'amplitude de déformation, les segments de montée sont symétriques aux segments de descente.



Figures 6a et 6b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau conventionnel IP**, amplitude +/-1%



Figures 7a et 7b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau conventionnel IP**, amplitude +/-2%

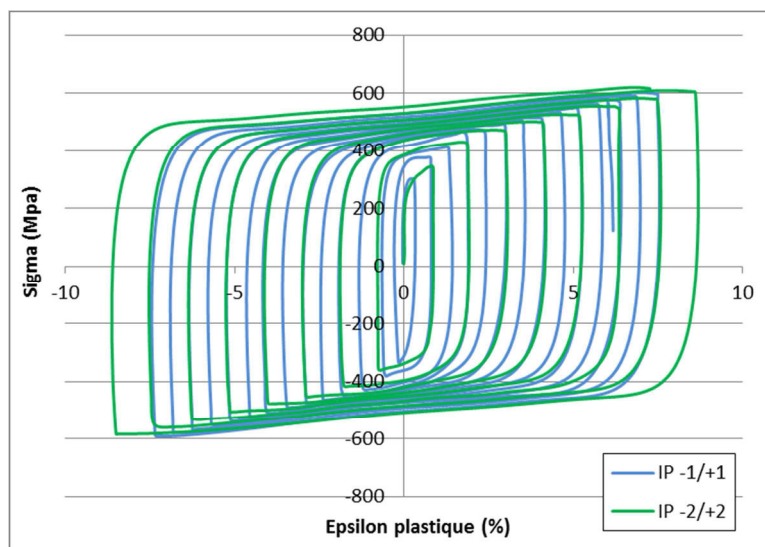
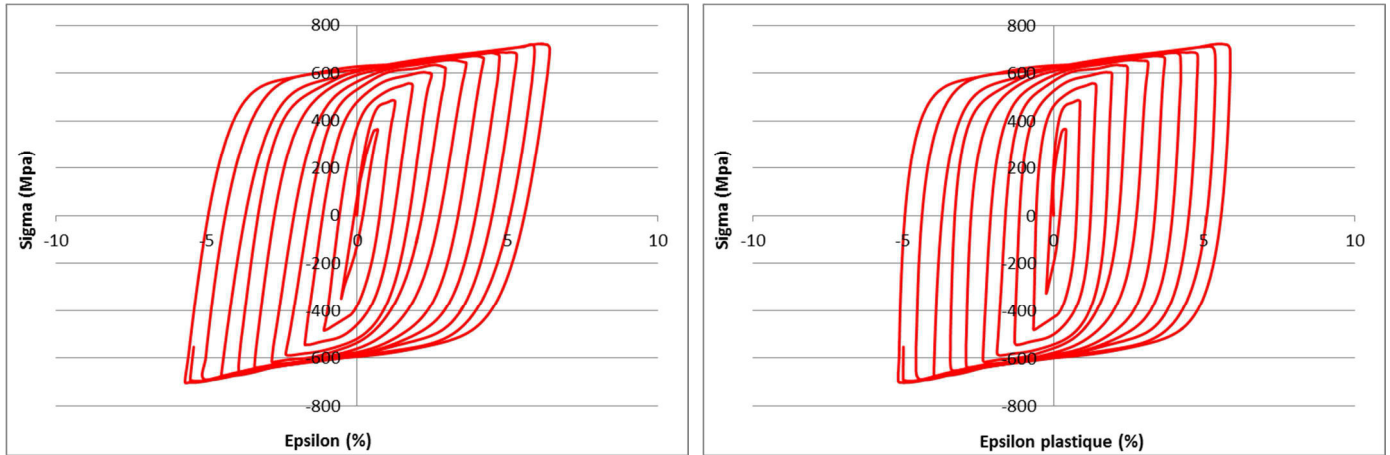
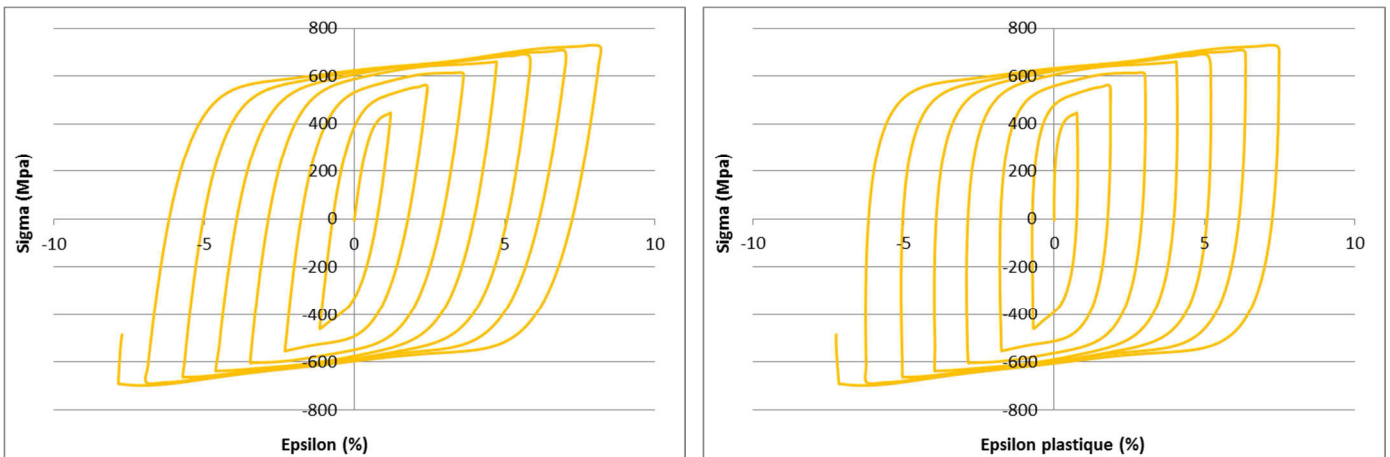


Figure 8: Superposition des essais cycliques, **matériau conventionnel IP** amplitude +/- 1% versus amplitude +/-2%



Figures 9a et 9b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau harmonique MM**, amplitude +/-1%



Figures 10a et 10b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau harmonique MM**, amplitude +/-2%

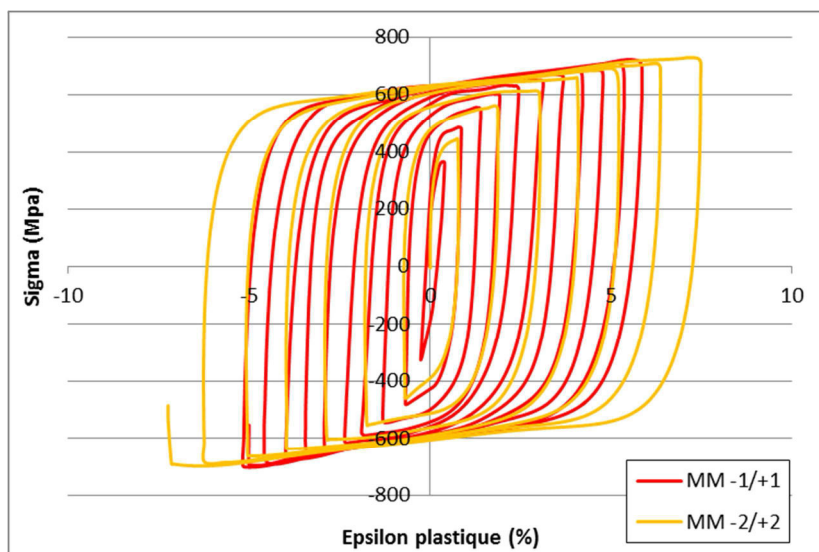


Figure 11 : Superposition des essais cycliques, **matériau harmonique MM** amplitude +/- 1% versus amplitude +/-2%

Ces premiers résultats montrent que la structure conventionnelle est plus ductile que la structure harmonique, la différence de déformation cumulée est d'environ 180% pour l'amplitude +/- 1% et de 92% pour l'amplitude +/-2%. Par contre la structure harmonique est plus résistante, car elle permet d'atteindre des niveaux de contrainte plus élevés, phénomènes visibles sur les figures 12 et 13.

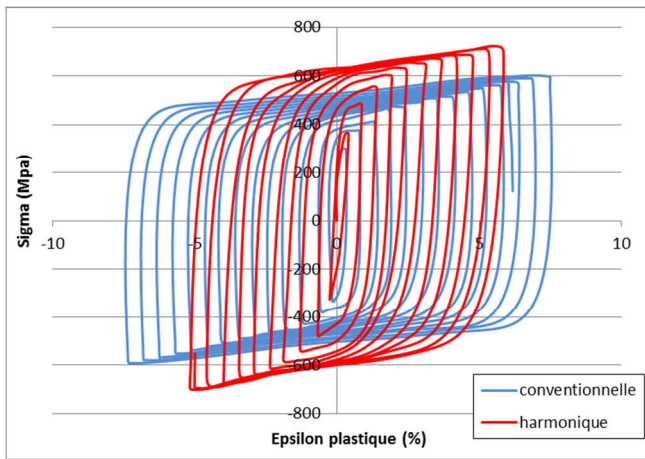


Figure 12: Superposition des courbes, amplitude +/-1%

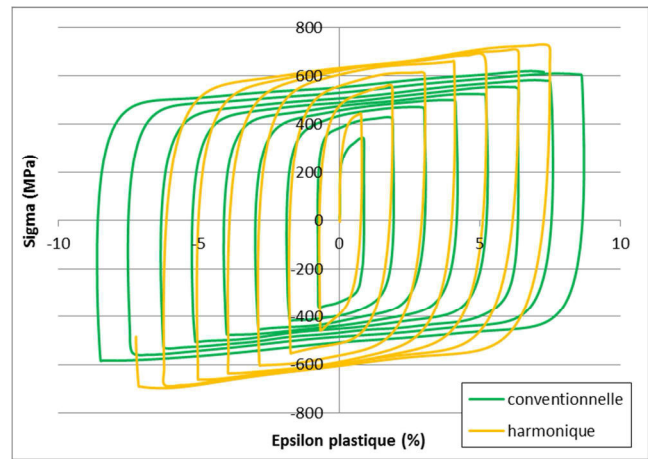


Figure 13: Superposition des courbes, amplitude +/-2%

Même si l'allure des enveloppes est semblable pour les deux matériaux, ils présentent une différence notable dans le comportement. En effet la structure conventionnelle décrit un durcissement cyclique, le niveau de contrainte augmente au fur et à mesure des cycles, le cycle "N" est toujours inscrit dans le cycle "N+1" (figures 14 et 15), tandis que la structure harmonique, qui elle aussi présente un durcissement cyclique, va réagir différemment.

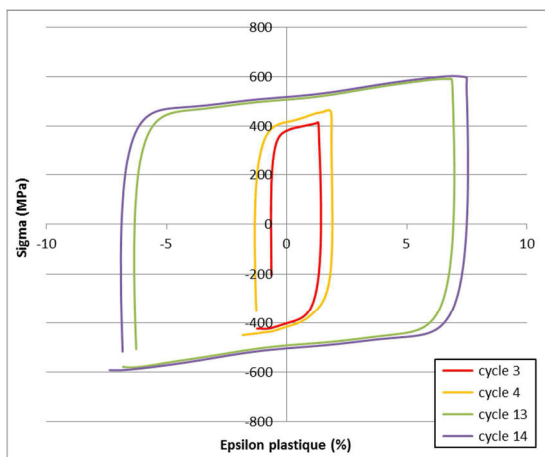


Figure 14 : Cycles n° 3,4 et 13,14 matériau conventionnel IP, amplitude +/-1%

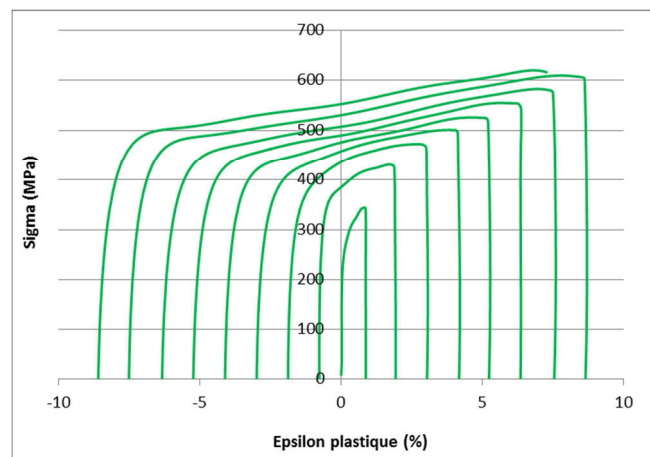


Figure 15 : Matériau conventionnel IP, amplitude +/-2%

La structure harmonique présente un seuil de saturation qui apparait lorsque la contrainte atteint une valeur proche de 600MPa et - 600MPa (les figures 16 et 17 ne présentent que la partie supérieure des cycles). Une fois ce stade passé, la contrainte croit jusqu'au changement du sens de sollicitation. Pour l'amplitude +/- 1%, la saturation apparait au 6^e cycle soit à partir d'une déformation ϵ cumulée $\approx 45\%$, pour l'amplitude +/- 2%, le cycle de saturation est atteint au 4^e cycle, pour une déformation ϵ cumulée $\approx 72\%$.

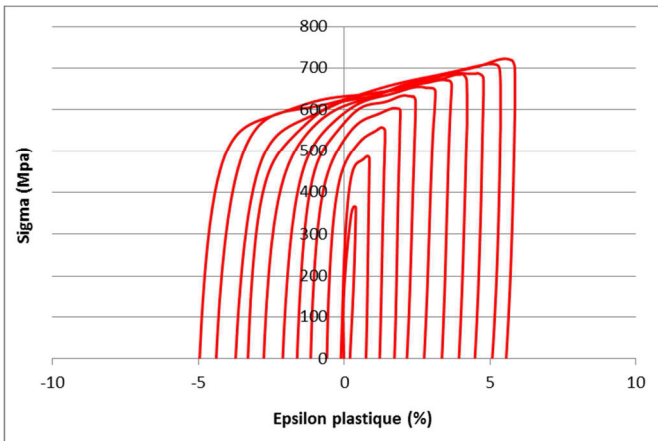


Figure 16 : **Matériau harmonique**, amplitude +/-1%

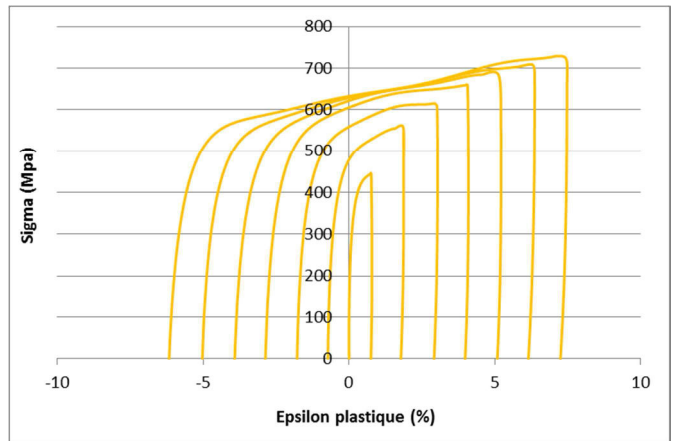


Figure 17 : **Matériau harmonique**, amplitude +/-2%

Une autre différence marquante peut être soulevée. Si on isole le premier cycle des amplitudes +/- 2% issue d'une courbe Sigma/Epsilon, on peut mettre en évidence un effet Bauschinger présent pour la structure harmonique et non visible pour la structure conventionnelle (figures 18 et 19). Sachant que ce mécanisme est caractéristique de l'écroutissage cinématique, on peut avancer qu'au début de la déformation, le matériau subit un durcissement lié à des interactions à longue distance. En inversant le sens de sollicitation, l'agencement core/shell faciliterait la déformation. Ceci sera vérifié lors de l'interprétation de la partition des contraintes.

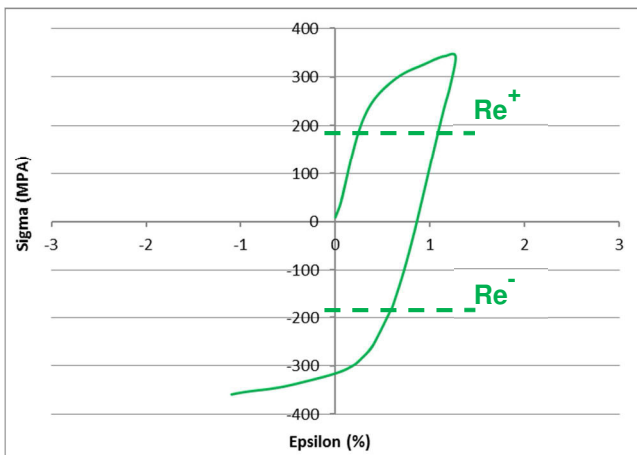


Figure 18 : **Matériau conventionnelle**, amplitude +/-2%, absence d'effet Bauschinger ($Re^+ = Re^-$)

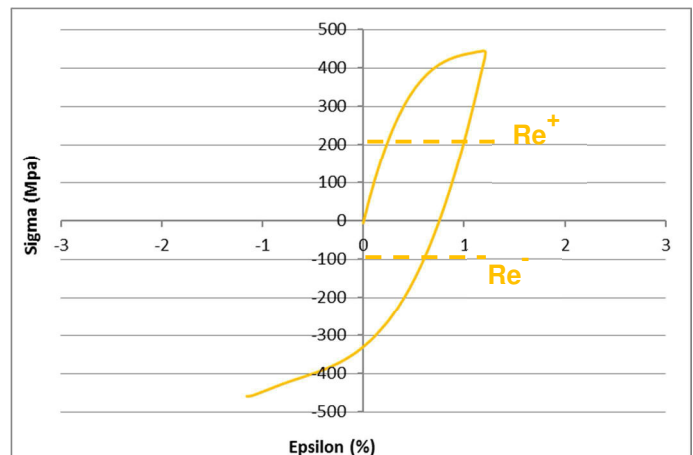


Figure 19 : **Matériau harmonique**, amplitude +/-2%, caractérisation de l'effet Bauschinger ($Re^+ > Re^-$)

2.3.2 Évolution du taux d'érouissage

Comme pour le cisaillement monotone, le taux d'érouissage de la structure conventionnelle (figures 20 et 21) et celui de la structure harmonique (figures 22 et 23) présentent des similitudes notamment dans leur réponse à la sollicitation, en effet elles vont avoir un comportement durcissant identique. Pour les deux structures, le taux de durcissement dévoile des allures différentes entre le premier et le dernier cycle. Toutefois, les niveaux d'érouissage atteints par la structure harmonique sont plus élevés que pour la structure conventionnelle. Pour une déformation donnée, le durcissement est plus important pour le matériau MM.

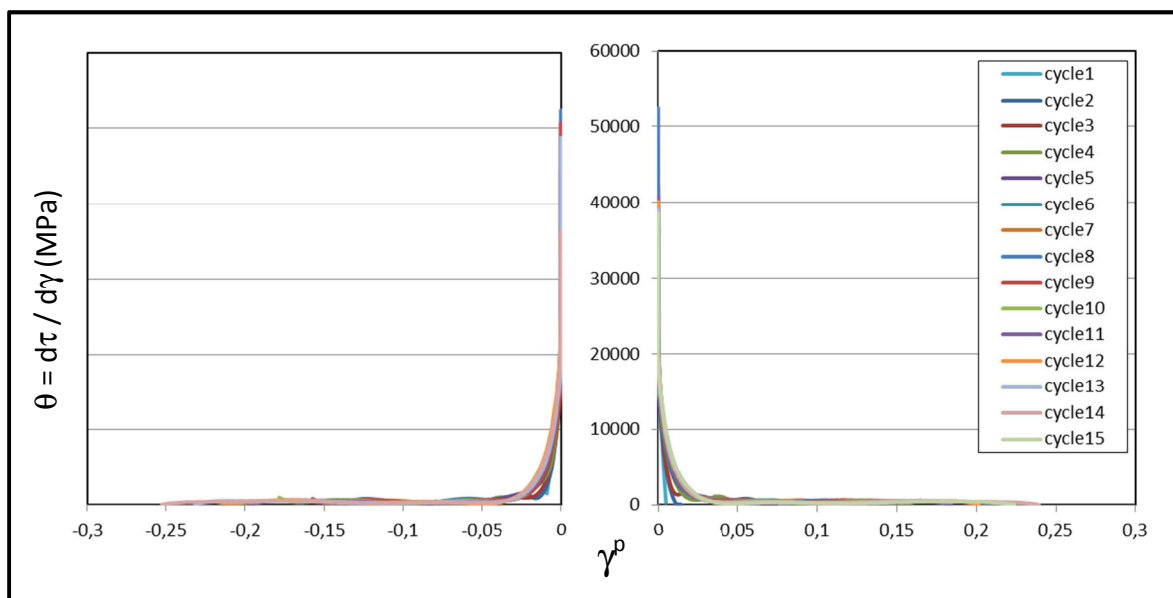


Figure 20: Évolution du taux d'érouissage, **matériau conventionnel**, essais cycliques, amplitude +/-1%

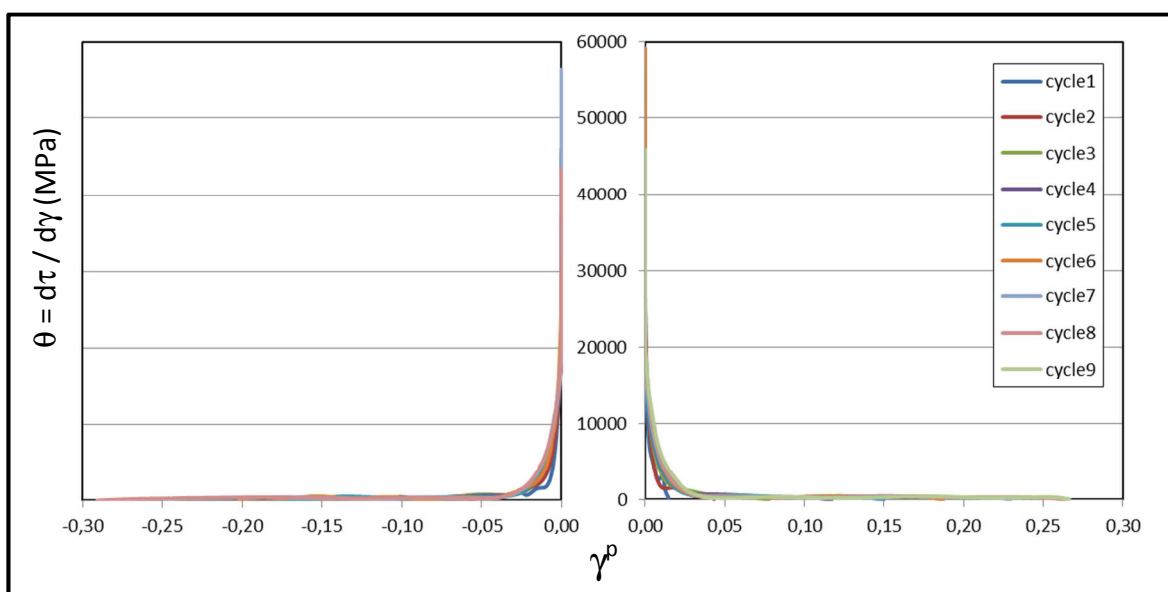


Figure 21: Évolution du taux d'érouissage, **matériau conventionnel**, essais cycliques, amplitude +/-2%

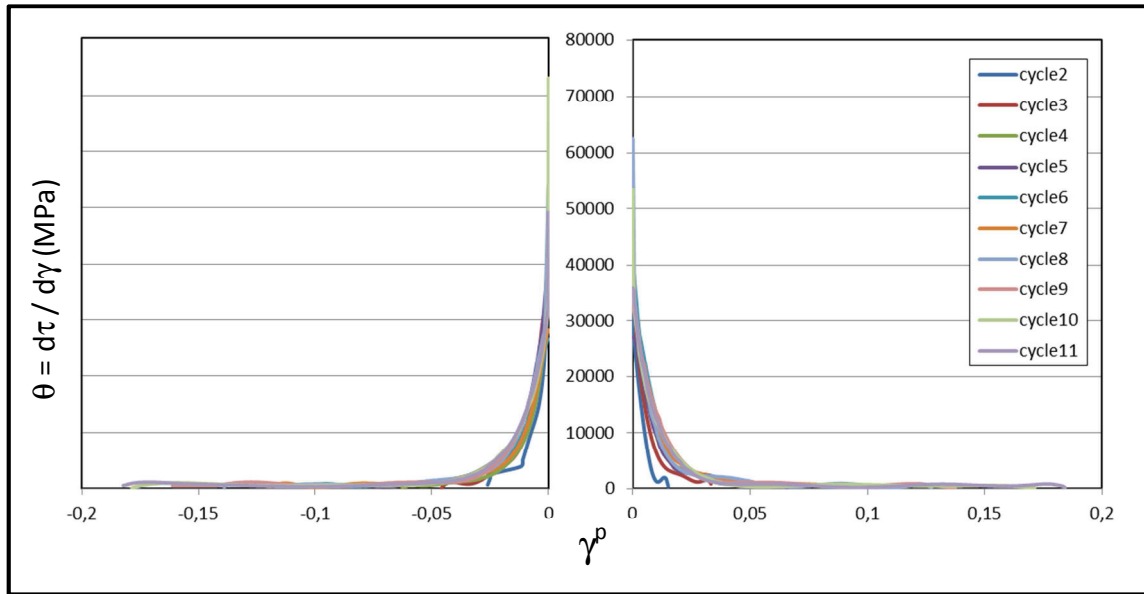


Figure 22: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau harmonique**, essais cycliques, amplitude +/-1%

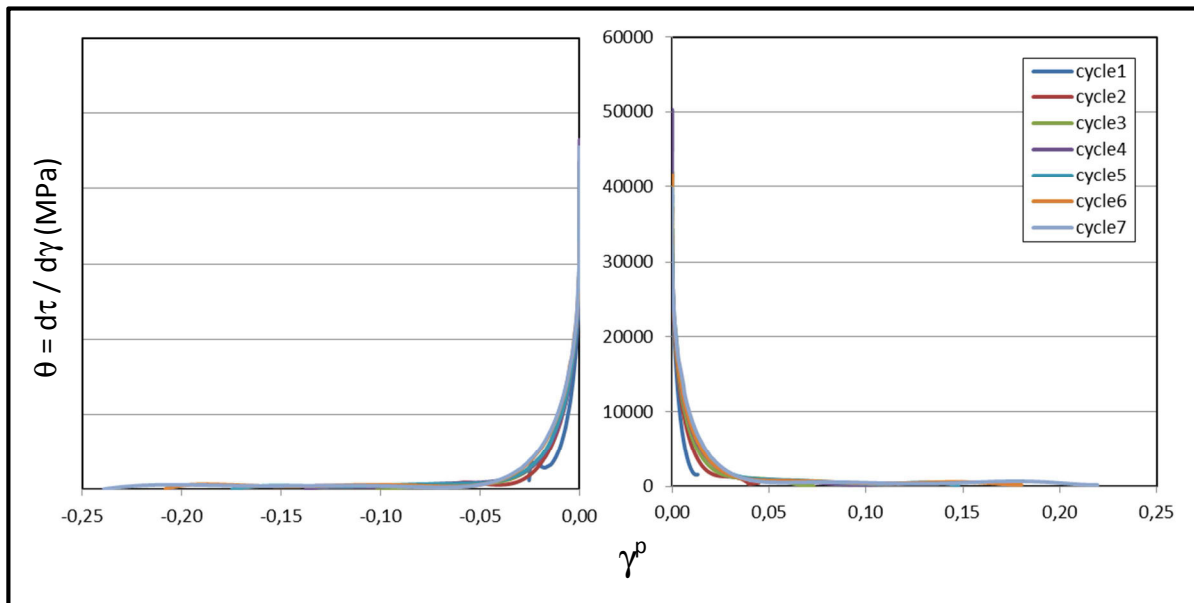


Figure 23: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau harmonique**, essais cycliques, amplitude +/-2%

Pour la structure conventionnelle, la courbe de durcissement du cycle « n » est située en dessous de celle du cycle « n+1 », ce qui indique que l'écrouissage augmente cycle après cycle. Il n'y a pas de cycle de saturation ce qui confirme bien l'écrouissage cyclique décrit précédemment. Tandis que pour la structure harmonique, on constate que les dernières courbes sont superposées ce qui traduit bien une saturation de l'écrouissage qui apparaît au 6^e cycle pour l'amplitude +/- 1 % soit à ϵ cumulée $\approx 45\%$ (figure 24) et au 4^e cycle pour l'amplitude +/- 2%, soit à ϵ cumulée $\approx 72\%$ (figure 25).

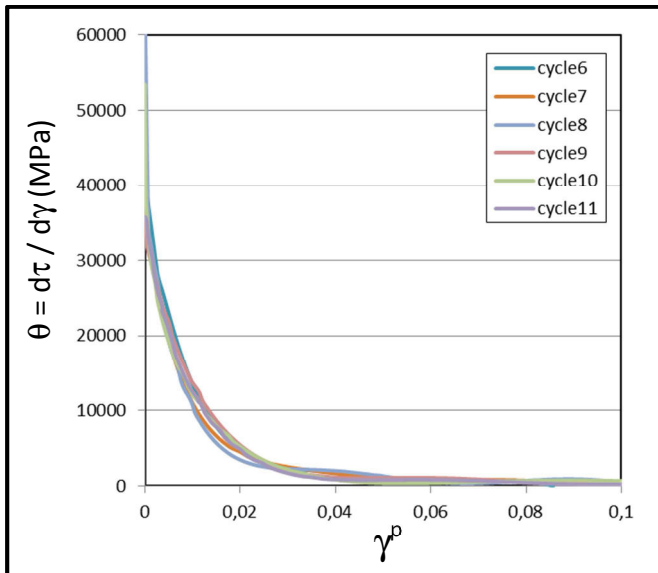


Figure 24: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau harmonique**, amplitude +/-1%

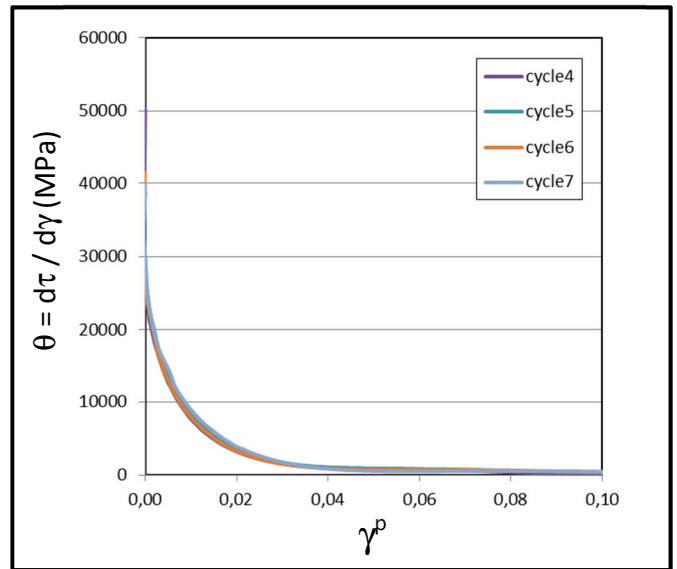


Figure 25: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau harmonique**, amplitude +/-2%

Quelle que soit l'amplitude de la sollicitation (+/-1 % ou +/-2 %) et quel que soit le sens de la sollicitation (segment de montée ou de descente), les premiers cycles de déformation révèlent un écrouissage en trois stades (une chute de l'écrouissage suivie d'une augmentation puis à nouveau une chute), puis progressivement ces trois stades laissent place à une décroissance monotone. Ces deux phénomènes sont visibles sur les figures 26 et 27. Selon la littérature cette évolution en trois stades est attribuée à la formation de macles tandis que le stockage des dislocations est considéré comme le phénomène à l'origine du durcissement monotone[6][7]. L'interprétation de ces deux comportements sera donnée au chapitre V.

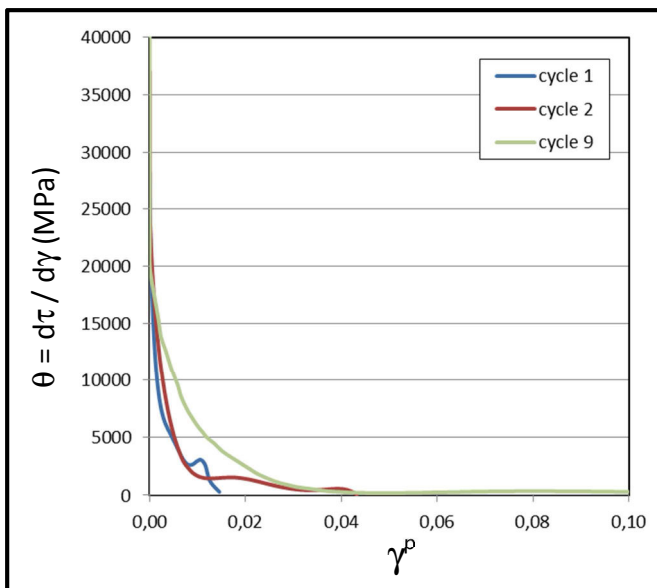


Figure 26: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau conventionnelle**, amplitude +/-2%

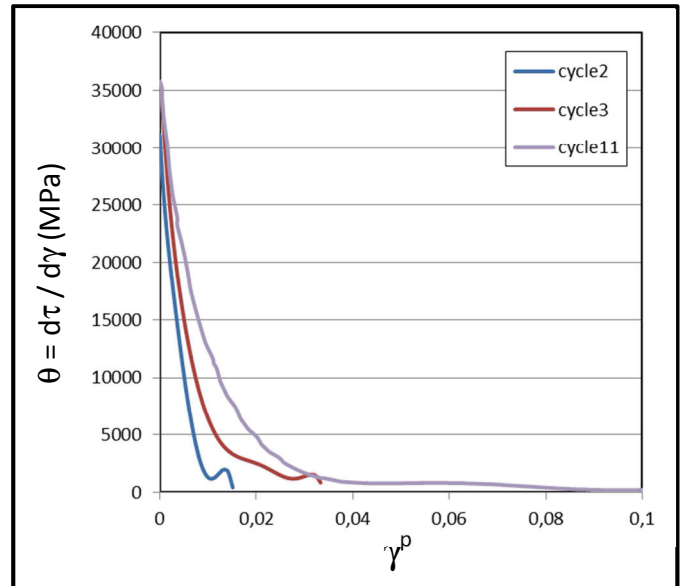


Figure 27: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau harmonique**, amplitude +/-1%

2.3.3 Partition des contraintes

Une première lecture des graphiques des planches 5 et 6, issus de la partition des contraintes, met en avant le fait que les deux matériaux, malgré des structures différentes, ont un comportement mécanique similaire piloté par les mêmes contraintes. Pour les deux matériaux, les courbes obtenues à l'amplitude +/-1% et celles obtenues à +/- 2% suivent la même tendance. L'étude de la partition des contraintes précisera l'influence des différentes contraintes sur le comportement macroscopique des matériaux. Les planches 5 et 7 contiennent les tracés pour le matériau conventionnel, les planches 6 et 8 contiennent ceux du matériau harmonique.

Pour les deux matériaux et pour les deux amplitudes de sollicitation, on constate que la contrainte visqueuse (σ_{visq}) qui possède une valeur nulle n'a pas d'influence sur la contrainte effective (σ_{eff}), cette dernière est entièrement pilotée par la contrainte athermique (σ_{ath}) (planches 5a, 6a, 7a et 8a). Toutefois la baisse du niveau de la contrainte effective est plus importante pour la structure conventionnelle que pour la structure harmonique. On remarque que la déformation emmagasinée par les deux structures a une influence sur la contrainte effective. En effet, pour l'amplitude +/-1%, la baisse de la contrainte effective est notable et est de l'ordre de 90 MPa (planche 5a) pour le matériau IP et de l'ordre de 65 MPa pour le matériau MM (planche 6a). Alors que pour l'amplitude +/- 2%, la contrainte effective est quasiment constante, elle vaut environ 200 MPa pour le matériau IP (planche 7a) et 170 MPa (planche 8a) pour le matériau MM.

Concernant le back-stress, on note que pour les deux structures, cette contrainte interne varie de la même manière et présente une évolution croissante avec une augmentation d'environ 400 MPa (pour l'amplitude +/- 1%) et 300 MPa (pour l'amplitude +/- 2%). Cependant, les niveaux atteints sont plus élevés pour la structure harmonique avec un écart entre les deux types de microstructures de l'ordre de 70 MPa et 100 MPa respectivement pour les incréments de +/- 1% (planches 5b et 6b) et de +/- 2% (planches 7b et 8b). Avant rupture, pour l'amplitude +/- 1%, la contrainte interne vaut 480 MPa pour le matériau IP et 550 MPa pour le matériau MM. Pour l'amplitude +/- 2%, on relève 450 MPa pour le matériau IP et 550 MPa pour le matériau MM.

Planche 5 : Ti pur conventionnel
essai cyclique, amplitude +/- 1%

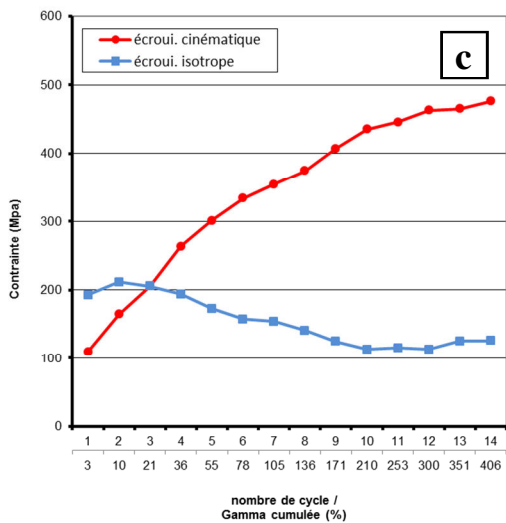
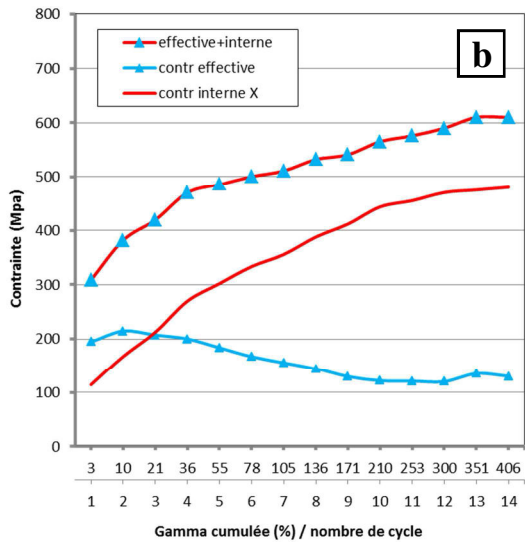
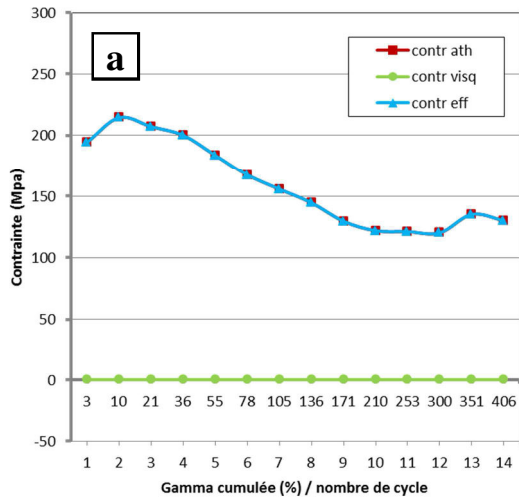
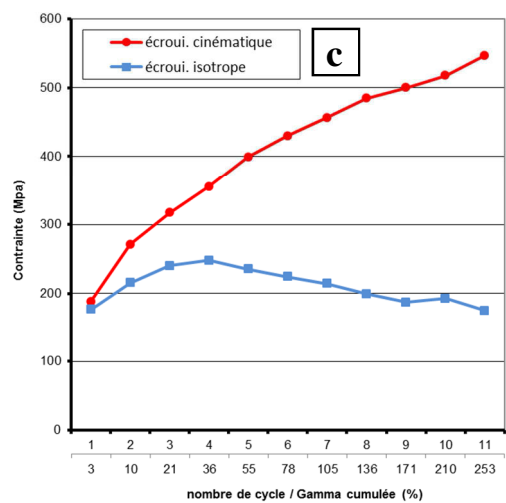
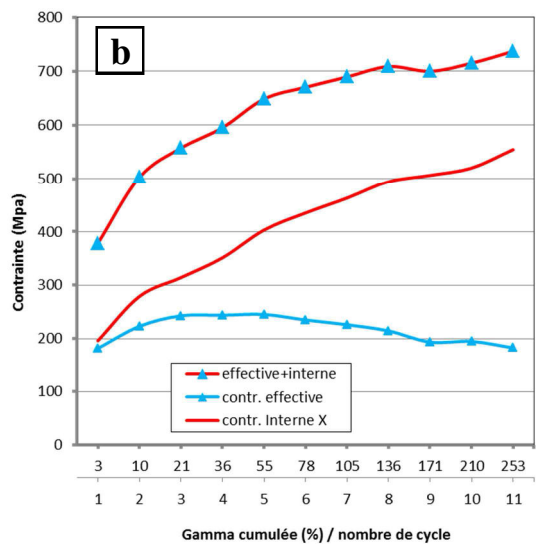
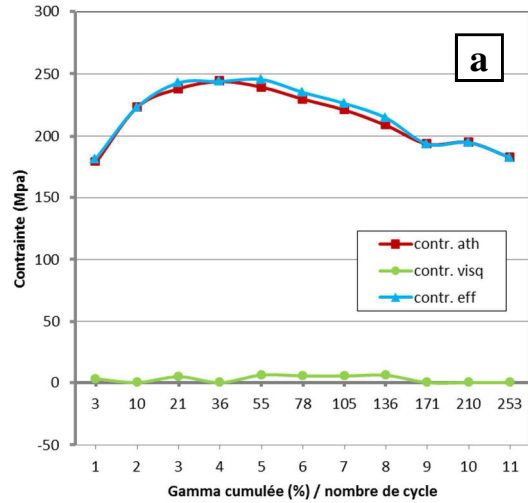


Planche 6 : Ti pur harmonique
essai cyclique, amplitude +/- 1%

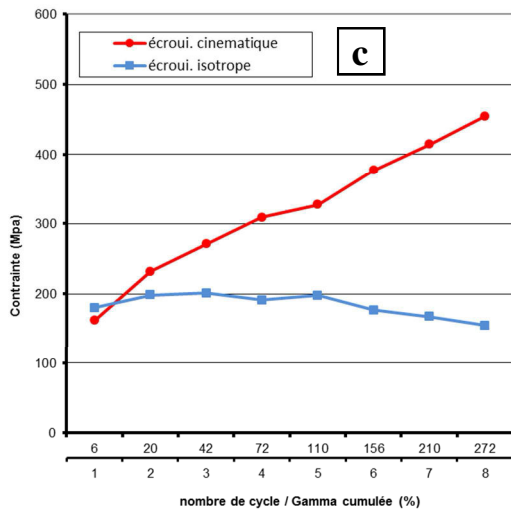
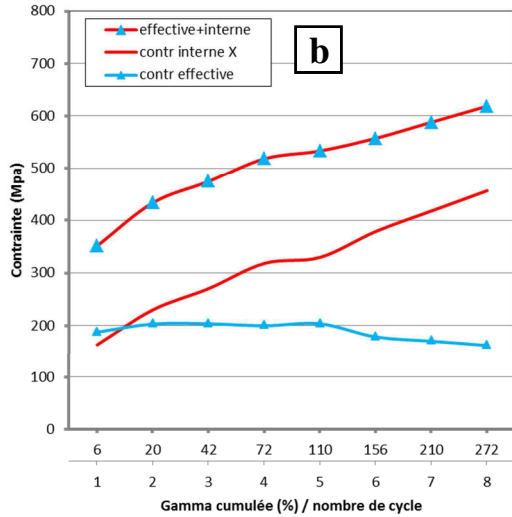
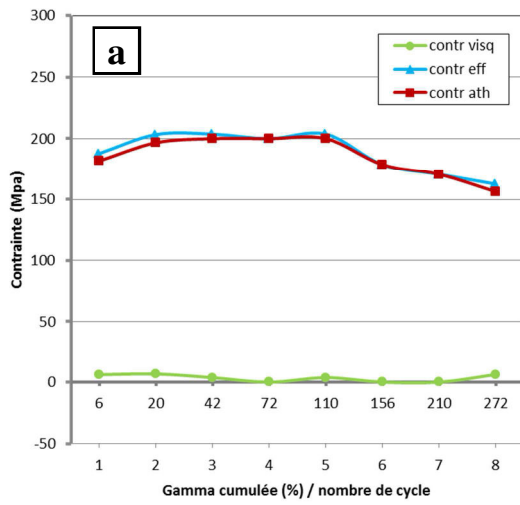


Sachant que la contrainte macroscopique est la somme de la contrainte effective (σ_{eff}) et de la contrainte interne X (ou back-stress), on peut apprécier le rôle de ces deux composantes. Dans le cas présent, on peut avancer que pour les deux structures, le comportement macroscopique est piloté exclusivement par la contrainte interne (planches 5b, 6b, 7b et 8b) qui connaît une augmentation d'environ 300 MPa dans tous les cas de figure. Là encore, la valeur finale de la contrainte macroscopique est plus élevée pour la structure harmonique avec un écart de 100 MPa par rapport à la structure conventionnelle. La contrainte macroscopique atteint 600 MPa pour le matériau IP et 700 MPa pour le matériau MM, indépendamment de l'amplitude de sollicitation.

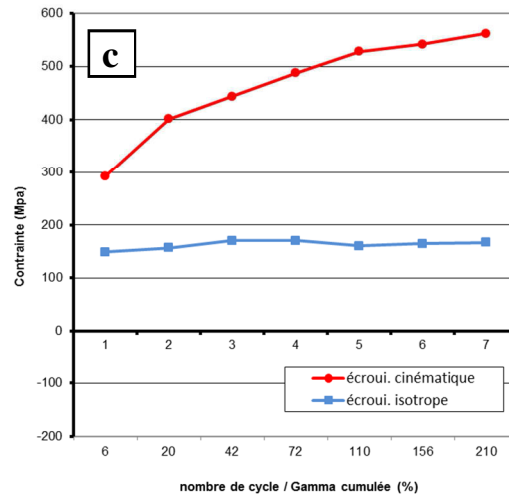
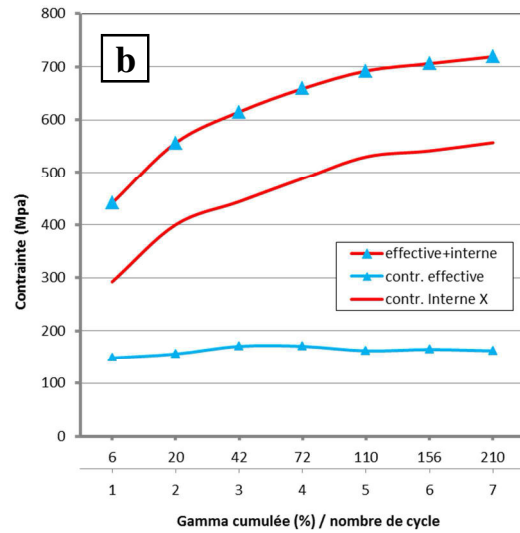
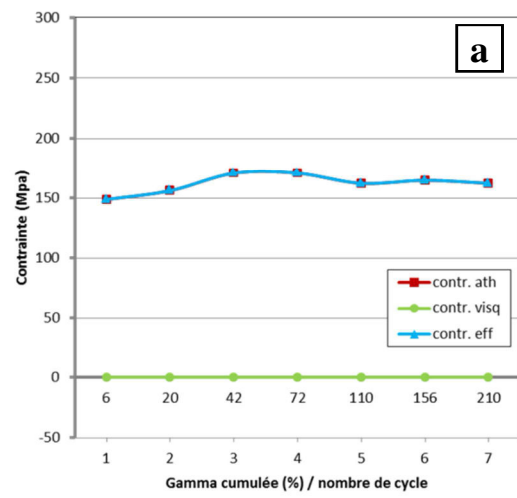
Une première synthèse de l'ensemble de ces résultats indique que le comportement macroscopique des deux structures est similaire et est en grande partie piloté par la contrainte interne (ou back-stress). Pour le matériau IP, au début de la sollicitation, la contrainte effective est prédominante jusqu'à environ ε cumulée $\approx 12\%$ (γ cumulée $\approx 20\%$) (planches 5b et 7b), puis la contrainte interne prend le relais et influence le comportement du matériau. Ce qui signifie qu'au début de la déformation, des interactions à courte distance ont lieu permettant le mouvement des dislocations qui vont déclencher la déformation. Puis une fois la déformation provoquée, les interactions entre les champs de contraintes des dislocations mobiles et ceux des obstacles distants vont alors déterminer le comportement du matériau.

Pour le matériau MM, les interactions à longue distance sont présentes dès le début de l'essai comme le montre l'évolution à la hausse du back-stress X . Ce qui signifie que la déformation "supportée" par la structure harmonique durant le premier cycle de sollicitation (intervalle 0% à 2% de déformation γ), est suffisamment importante pour initier la déformation par le biais, dans le cas présent, de l'effet Bauschinger, effet constaté lors de l'étude du cisaillement cyclique. Puis par la suite, la déformation engendre plus de dislocations qui vont être "gênées" entre autres par les joints des grains constituant le shell, plus petits que ceux du core (effet Hall-Petch). Des éléments d'analyses complémentaires pour expliquer ce phénomène seront donnés dans le chapitre "Discussion".

**Planche 7 : Ti pur conventionnel
essai cyclique, amplitude +/- 2%**



**Planche 8 : Ti pur harmonique essai
cyclique, amplitude +/- 2%**



L'évolution macroscopique du durcissement durant les cycles est décrite via l'évolution des variables d'écroutissage isotrope R et cinématique X_c , planches 5c et 7c pour le matériau conventionnel, planches 6c et 8c pour le matériau harmonique. Ce découpage est comparable à celui de la partition des contraintes, mais permet des précisions sur le comportement global des matériaux via une analyse différente des contraintes. On constate que l'allure des courbes et les niveaux de contrainte de R et de X_c sont proches de ceux de σ_{eff} et X . En effet, l'écroutissage isotrope est issu des interactions à courte distance et l'écroutissage cinématique provient des interactions à longue distance.

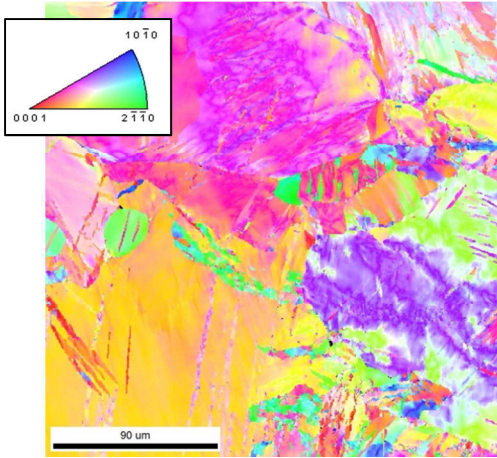
En accord avec la précédente analyse des contraintes, on peut confirmer que le comportement macroscopique des deux matériaux durant l'ensemble des essais de cisaillement est influencé et dirigé par l'écroutissage cinématique qui évolue à la hausse dans les mêmes proportions que la contrainte interne, au détriment de l'écroutissage isotrope qui lui baisse ou stagne de la même manière que la contrainte effective.

2.3.4 Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD

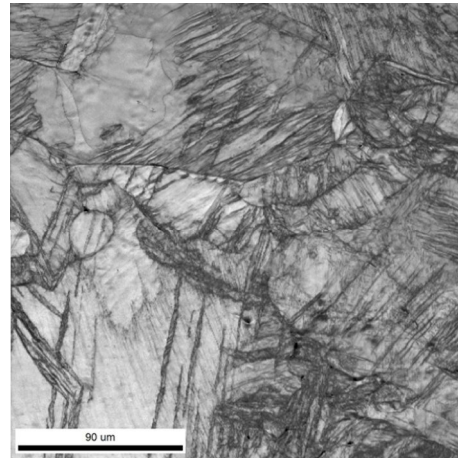
L'étude des cartographies obtenues par EBSD montre que la structure conventionnelle (planche 9) qui a supporté une déformation ε cumulée de 250 % présente une grande proportion de LAGB identifiable sur la cartographie des JDG. On y distingue peu de macles, 2,1% de traction (cercle jaune) et 1,2% de compression (cercle rouge). La déformation est plus importante dans les zones maclées comme le montre la cartographie KAM.

Concernant la structure harmonique (planche 10), le cisaillement cyclique et la déformation ε cumulée de 146 % ont peut-être eu pour effet la diminution, voire la disparition du shell (visible sur la cartographie IQ), mais cette observation doit être confirmée par d'autres essais au vu de l'aspect non homogène du shell de l'état initial. Les grains les plus gros du core semblent s'être fragmentés formant des grains plus petits. On relève la présence de LAGB dans le "pseudo shell" et l'apparition de macles en grande partie de compression ($\approx 8,6\%$) et quelques de traction ($\approx 2,3\%$) (cartographie JDG). La cartographie KAM révèle que la déformation est homogène sur l'ensemble de la zone observée. En se déformant, il s'avèrerait que dans un premier temps la structure harmonique délimite la déformation au shell avant qu'elle ne s'étende à l'ensemble du core.

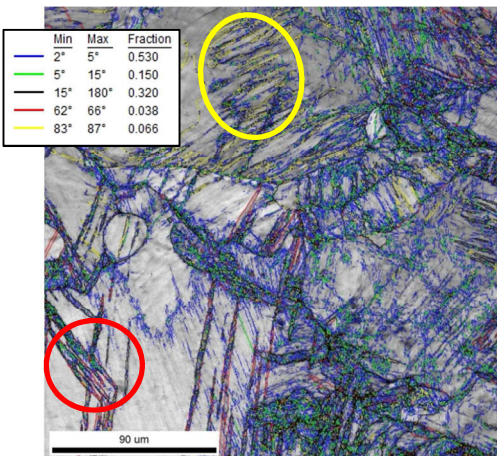
Planche 9 : caractérisation EBSD post-mortem du Ti pur conventionnel, cisaillement cyclique +1/-1



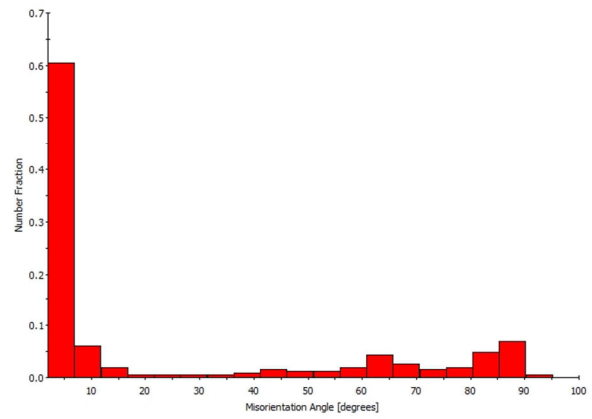
cartographie IPF



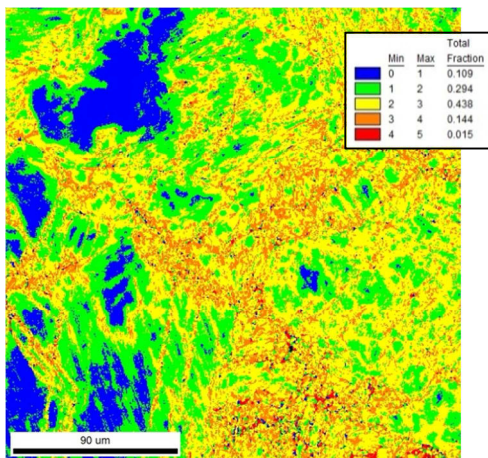
cartographie IQ



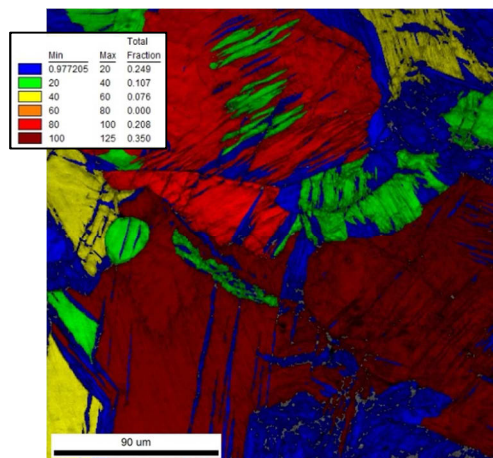
cartographie des JDG



distribution des désorientations des JDG

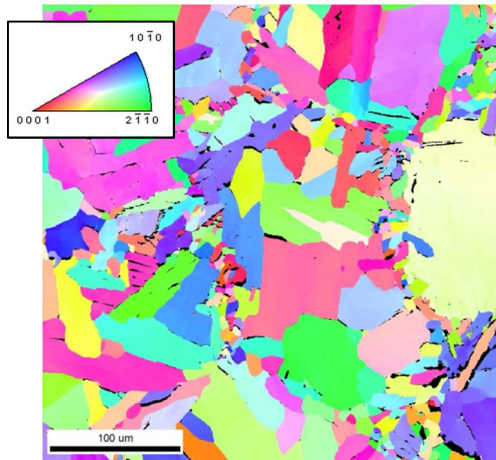


cartographie KAM

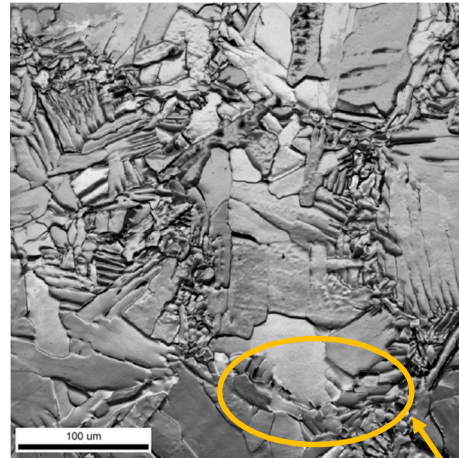


cartographie de la taille des grains

Planche 10 : caractérisation EBSD post-mortem du Ti pur harmonique, cisaillement cyclique +1/-1



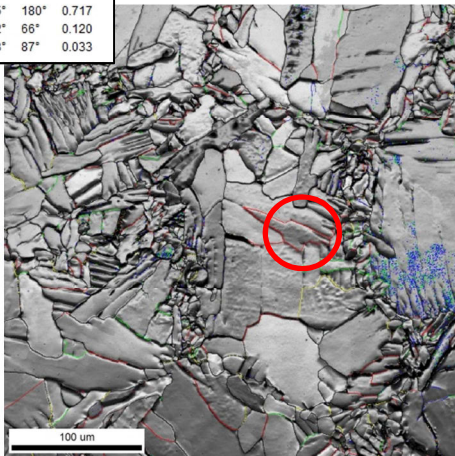
cartographie IPF



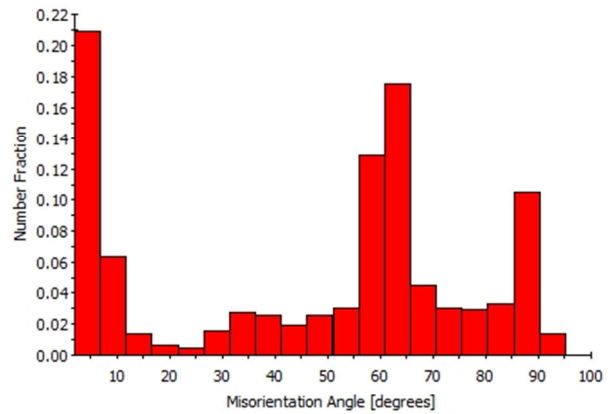
cartographie IQ

possible
disparition
du shell

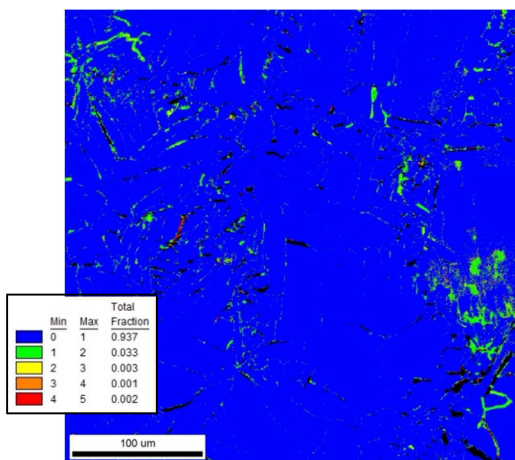
	Min	Max	Fraction
—	2°	5°	0.176
—	5°	15°	0.108
—	15°	180°	0.717
—	62°	66°	0.120
—	83°	87°	0.033



cartographie des JDG

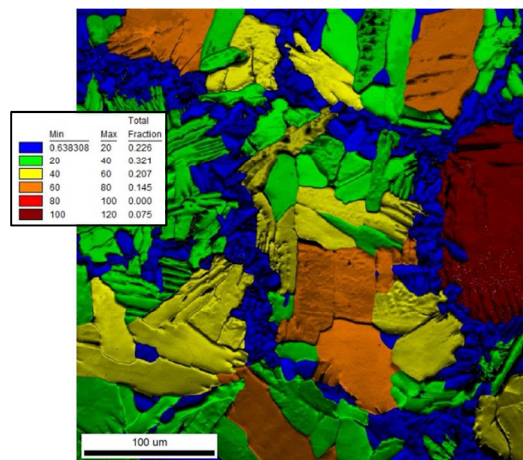


distribution des désorientations des JDG



	Min	Max	Total Fraction
—	0	1	0.937
—	1	2	0.033
—	2	3	0.003
—	3	4	0.001
—	4	5	0.002

cartographie KAM



	Min	Max	Total Fraction
—	0.638308	20	0.226
—	20	40	0.321
—	40	60	0.207
—	60	80	0.145
—	80	100	0.000
—	100	120	0.075

cartographie de la taille des grains

2.4 Conclusion

Les essais de cisaillement réalisés sur le Ti pur conventionnel et harmonique ont permis de mettre en évidence certaines similitudes dans le comportement de ces deux matériaux malgré des structures différentes. Les tableaux 2 et 3 permettent un comparatif des différentes propriétés et performances des deux matériaux.

	cisaillement monotone					
matériaux	G (GPa)	E (GPa)	Re (MPa)	Re _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	ε max (%)
conventionnel	30	80	220	280	561	32
harmonique	39,5	105	320	360	684	24

Tableau 2 : Propriétés mécaniques du Ti pur IP et MM

	cisaillement cyclique, amplitude +/- 1%			cisaillement cyclique, amplitude +/- 2%		
matériau	nbre de cycles	γ cumulée (%)	ε cumulée (%)	nbre de cycles	γ cumulée (%)	ε cumulée (%)
conventionnel	≈ 14,5	432	250	≈ 8,5	302	174
harmonique	11	253	146	7	210	121

Tableau 3 : Performances du Ti pur IP et MM

Les essais de cisaillement monotone montrent que la structure harmonique offre une plus grande résistance (684 MPa contre 561 MPa), avec une ductilité moindre que la structure conventionnelle ($\epsilon = 24\%$ contre $\epsilon = 32\%$). Les mêmes observations peuvent être faites à l'issue des essais de cisaillement cyclique, à savoir que les niveaux de contrainte atteints par les cycles du matériau MM sont plus élevés que ceux du matériau IP, qui lui, supporte une déformation cumulée plus importante. Le module de Young de la structure harmonique est du même ordre de grandeur que les valeurs habituellement mesurées, celui de la structure conventionnelle est plus bas.

Les essais cycliques permettent de constater que l'allure globale des courbes est identique. Les deux structures présentent une évolution homothétique des cycles centrés à l'origine avec une symétrie entre les segments montants et descendants. Toutes deux montrent un durcissement cyclique. Une différence est toutefois notable dans leur comportement respectif, en effet la structure harmonique présente un cycle de saturation visible, quelle que soit l'amplitude de sollicitation. Pour l'amplitude +/- 1%, le cycle de saturation apparaît pour ϵ

cumulée $\approx 45 \%$, et pour ε cumulée $\approx 72 \%$ pour l'amplitude $\pm 2\%$. Une autre différence de comportement porte sur la présence ou non d'un effet Bauschinger. En étudiant le comportement des deux matériaux, on constate qu'en se déformant, le matériau harmonique produit un effet Bauschinger.

L'évolution du taux d'écrouissage présente également des similitudes. Sous cisaillement simple, les deux structures produisent un durcissement décrivant une évolution décroissante monotone, les deux courbes se superposent avec toutefois un durcissement plus important pour la structure harmonique. Sous cisaillement cyclique, là encore, des ressemblances sont constatées. Les premiers cycles de déformation révèlent un écrouissage en trois stades (une chute de l'écrouissage suivie d'une augmentation brutale puis à nouveau une chute), puis progressivement ces trois stades laissent place à une décroissance monotone. Ce mode de durcissement déjà observé sur du titane est corrélé à la formation de macles. Des précisions seront données lors de la discussion finale.

Suite à la partition des contraintes, on observe que pour les deux matériaux, les différentes contraintes évoluent dans le même sens. La contrainte macroscopique est influencée et pilotée par la contrainte interne (ou back-stress) présentant une progression croissante au fil de la déformation. La contrainte effective quant à elle, est constante ou diminue selon l'amplitude de sollicitation. Concernant l'évolution du durcissement durant les cycles, on constate que c'est l'écrouissage cinématique qui guide le comportement macroscopique et que l'écrouissage isotrope varie dans les mêmes proportions que la contrainte effective. Ces observations permettent d'avancer que durant la déformation, les deux structures sont soumises essentiellement à des interactions à longue portée générées par des dislocations.

La caractérisation post-mortem par EBSD montre que la structure conventionnelle comporte plusieurs macles de compression et de traction et une grande proportion de LAGB. L'aspect des grains est préservé. La déformation est homogène, quel que soit le mode de cisaillement. Concernant la structure harmonique, un fait marquant serait la disparition du shell au profit du core qui voit ses grains équiaxes se fragmenter. Lors du cisaillement monotone, la déformation est localisée dans le shell tout comme de nombreux LAGB, des macles apparaissent dans le core. Lors du cisaillement cyclique, donc pour une déformation plus importante, la caractérisation post-mortem montre que la déformation est homogène. On relève la présence de LAGB et l'apparition de macles de compression.

3 Le TNZ (Ti-25Nb-25Zr)

3.1 Caractérisation de l'état initial

3.1.1 La poudre initiale

La poudre de TNZ ayant servi à la réalisation des matériaux massifs a été obtenue via la méthode de fabrication PREP (Plasma Rotating Electrode Process). Les particules de poudres formées sont sphériques sans satellites collés sur leur surface. La composition chimique de la poudre est donnée dans le tableau 4. La taille moyenne des grains est de 163 μm (figure 28).

Éléments	Ti	Zr	Nb	Fe	O	C	H	N
% mass	49,65	25,22	24,92	0,08	0,08	0,01	0,01	0,03

Tableau 4 : Composition de la poudre issue du PREP

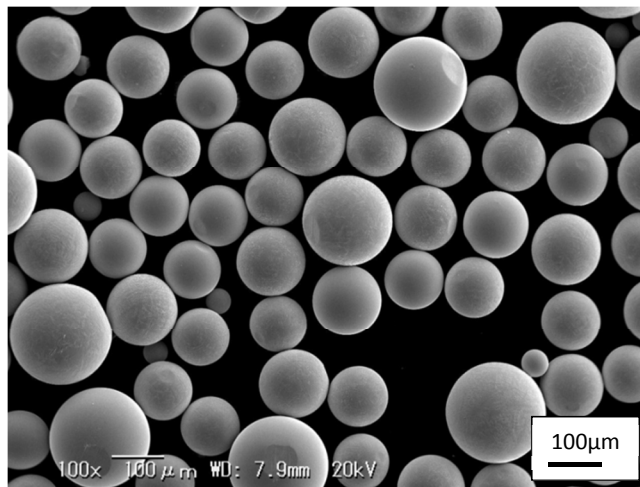


Figure 28 : Poudre initiale de TNZ

La poudre MM (figure 29) a subi un broyage mécanique à température ambiante sous gaz argon pendant 20 heures dans un broyeur planétaire à billes. Les billes de broyage sont en acier chromé et mesurent 5 mm de diamètre. La vitesse de broyage est de 150 tr/min pour un rapport masse billes/masse poudre de 9:2. La poudre IP quant à elle n'a subi aucun traitement mécanique, elle est directement frittée.

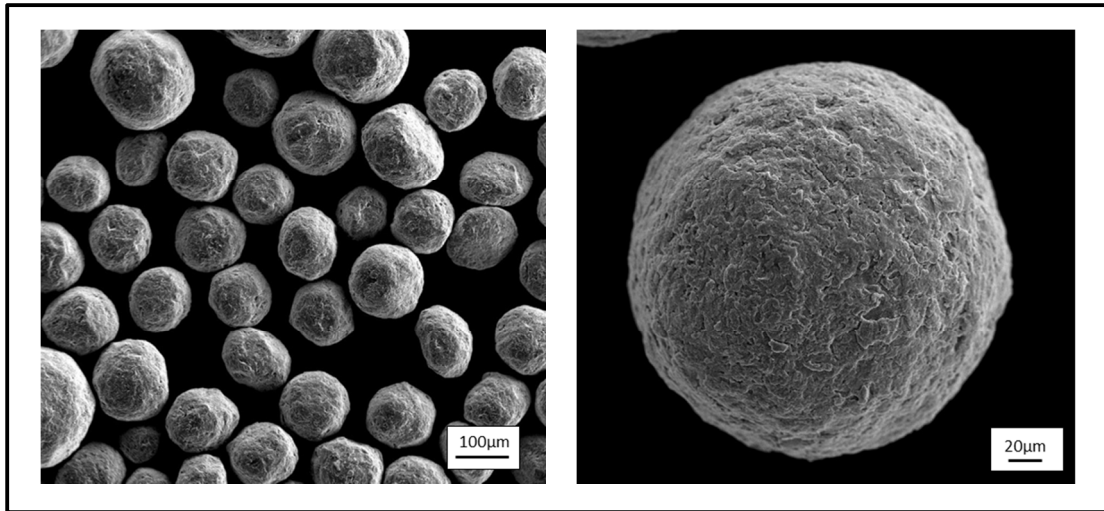


Figure 29 : Poudre TNZ MM après broyage mécanique

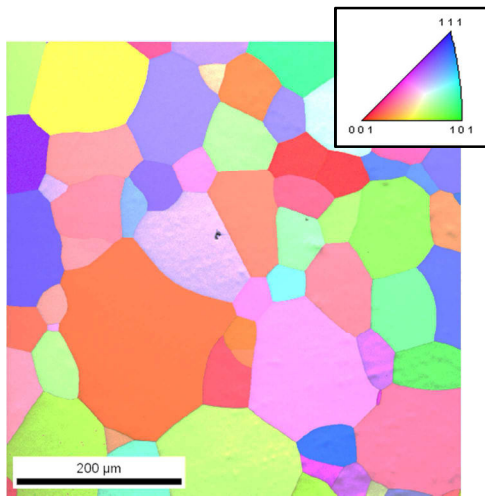
3.1.2 Les matériaux massifs

Les deux variétés d'échantillons massifs ont été obtenues par compactage des poudres IP (pour le matériau conventionnel) et MM (pour le matériau harmonique) au moyen du procédé de frittage SPS (Spark Plasma Sintering). Les poudres ont été frittées pendant une durée de 30 min à une température de 800°C (1073 K) sous une pression de 100 MPa.

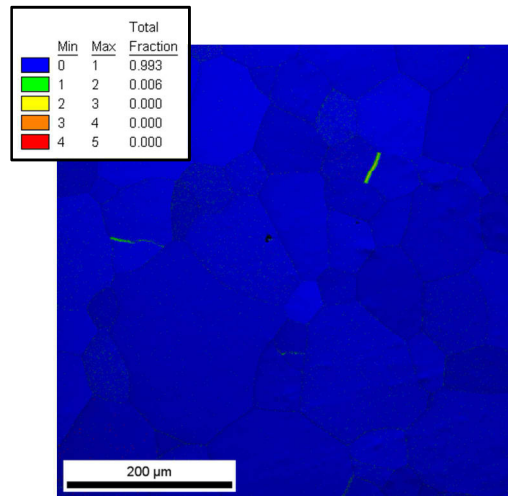
La caractérisation par EBSD des structures des états initiaux des deux massifs après frittage est présentée sur la planche 11 pour le matériau conventionnel et sur la planche 12 pour le matériau harmonique.

La caractérisation EBSD du matériau conventionnel après frittage montre une structure sans déformation locale avec la présence de quelques interfaces dans l'intervalle 5° à 15° comme on peut le voir sur la cartographie des JDG. Il n'y a pas d'orientation préférentielle de la microstructure selon la cartographie IPF. Pour le matériau harmonique, l'analyse amène aux mêmes conclusions, le core ne présente de déformation locale, la déformation légèrement plus élevée dans le shell comme le montre la cartographie KAM. On note la présence d'interfaces dans l'intervalle 5° à 15° (cartographie des JDG). La cartographie IPF montre qu'il n'y a pas d'orientation préférentielle de la microstructure que ce soit dans le core ou dans le shell.

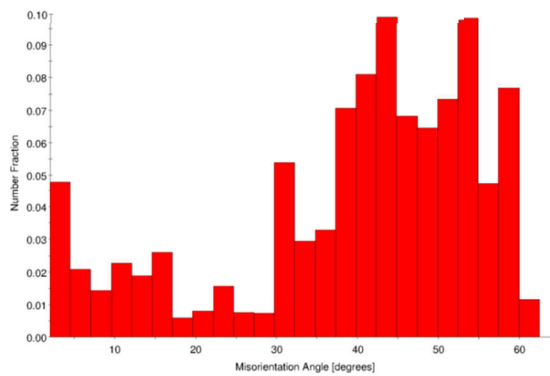
Planche 11 : caractérisation EBSD de l'état initial du TNZ conventionnel



cartographie IPF

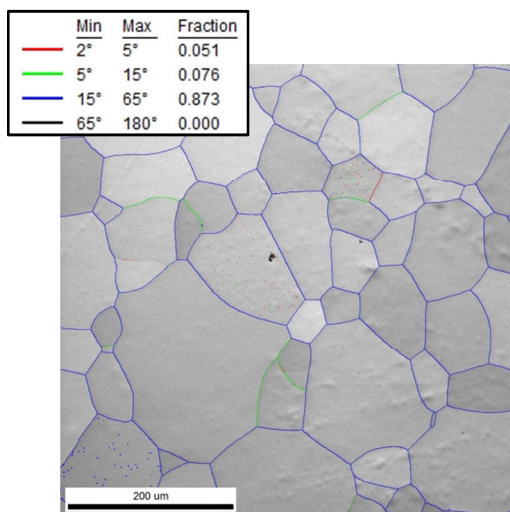


cartographie KAM

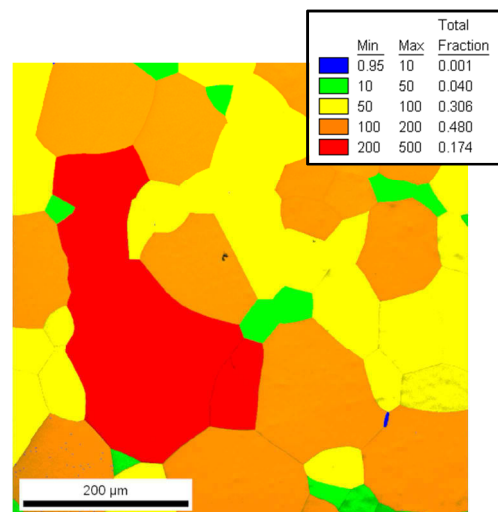


distribution des désorientations des JDG

Taille des grains rapportée :
 - à l'aire : 130 μm
 - au nombre : 30 μm

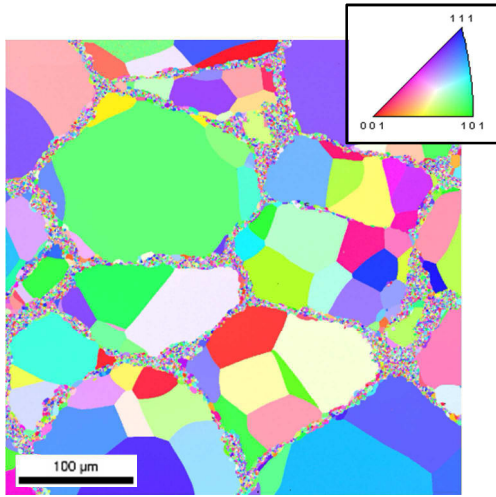


cartographie des JDG

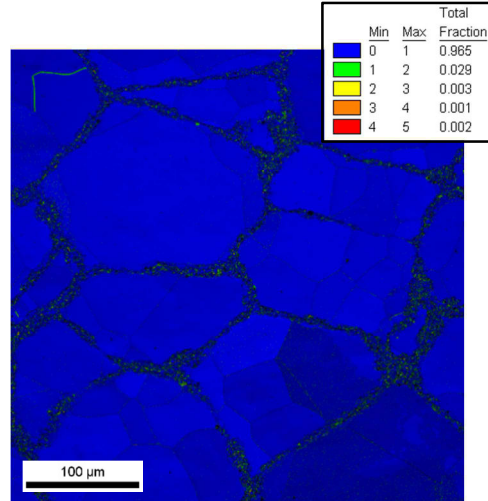


cartographie de la taille des grains

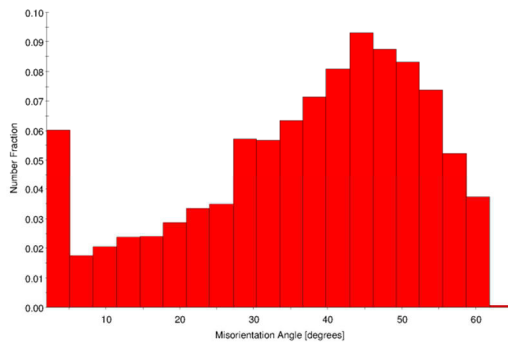
Planche 12 : caractérisation EBSD de l'état initial du TNZ harmonique



cartographie IPF



cartographie KAM

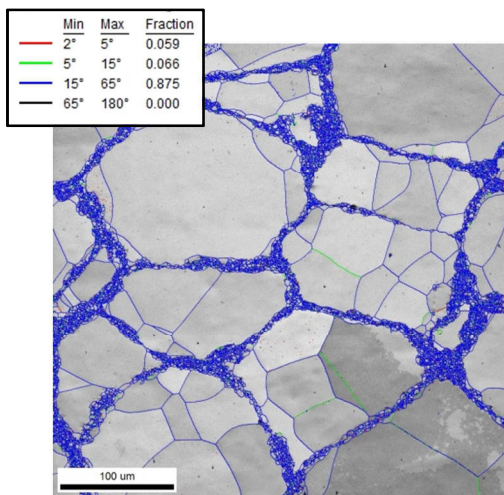


distribution des désorientations des JDG

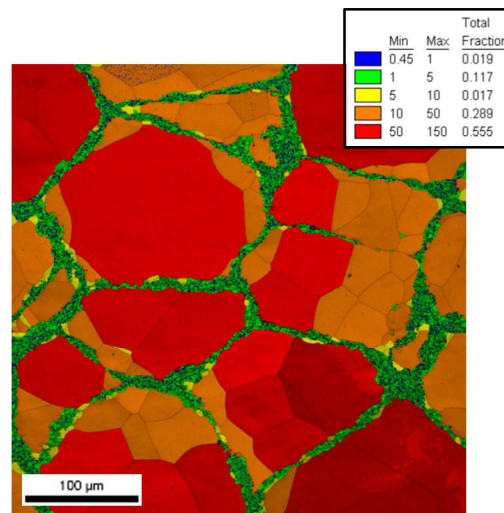
Taille des grains au niveau du core :
 - rapportée à l'aire : 76.5 µm
 - rapportée au nombre : 37 µm

Taille des grains au niveau du shell :
 - rapportée à l'aire : 2.6 µm
 - rapportée au nombre : 1.25 µm

Epaisseur du shell : 12µm



cartographie des JDG



cartographie de la taille des grains

3.2 Essais de cisaillement monotone

3.2.1 Caractérisation du comportement mécanique

Des essais de cisaillement monotone jusqu'à rupture de l'éprouvette ont été réalisés sur les structures harmoniques et conventionnelles. La figure 30 présente l'évolution de la contrainte de cisaillement τ (en MPa) en fonction de la déformation totale γ (en %) (fig. 30a) et l'évolution de la contrainte sigma σ en fonction de la déformation ϵ (en %) (fig. 30b).

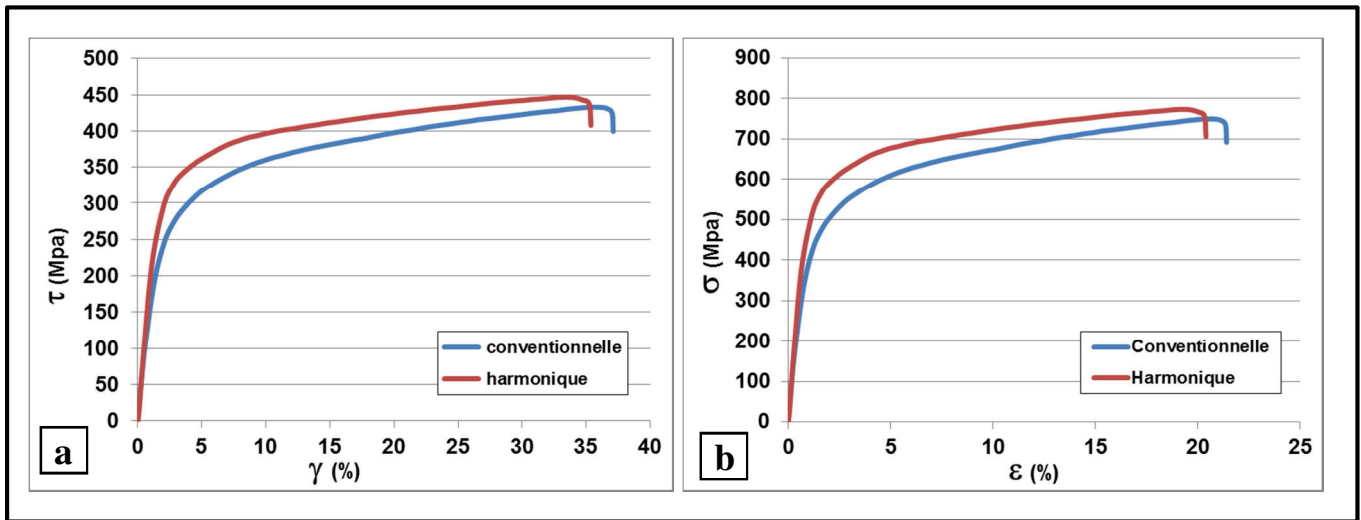


Figure 30 : Essai de cisaillement monotone TNZ

L'analyse du comportement mécanique des deux alliages indique que la structure harmonique présente une résistance à la rupture (notée σ_{\max_h}) légèrement supérieure, proche de 773 MPa pour une limite d'élasticité (notée σ_{elast_h}) estimée à 480 MPa tandis que la structure conventionnelle atteint 750 MPa en résistance à la rupture (notée σ_{\max_c}) pour une limite d'élasticité (notée σ_{elast_c}) de 360 MPa. À l'inverse, l'écrouissage de la structure conventionnelle est plus important avec un durcissement estimé à 390 MPa ($\sigma_{\max_c} - \sigma_{\text{elast}_c}$), et seulement de 293 MPa ($\sigma_{\max_h} - \sigma_{\text{elast}_h}$) pour la structure harmonique. La rigidité des deux matériaux est très proche puisque le module de Young estimé pour la structure conventionnelle est de 48 GPa et est de 53 GPa pour la structure harmonique. Dans une étude menée sur un alliage de Ti-13Nb-13Zr, *Mishra et al* [8] ont estimé le module de Young de l'alliage ternaire à 85 GPa.

Il est intéressant de noter que dans le cas présent, la déformation avant rupture des deux alliages est quasiment identique, de l'ordre de 20,4% pour la structure harmonique et 21,4% pour la structure conventionnelle. En plus d'améliorer la résistance mécanique, la structure harmonique permet de conserver une certaine ductilité. Un gain de ductilité a déjà été signalé suite à des essais de traction réalisés sur des structures harmoniques [9][10][11][12].

3.2.2 Étude de l'écroissage

Si on s'intéresse maintenant à l'évolution du taux de durcissement des deux structures, évolution représentée sur la figure 31, on observe qu'elle est similaire. La chute du taux de durcissement est brutale pour des faibles déformations, le taux de durcissement décroît rapidement de 23000 MPa jusqu'à 14000 MPa. Puis la décroissance est monotone de 1% jusqu'à environ 10%, sur cet intervalle, l'écroissage de la structure conventionnelle est légèrement supérieur. Au-delà, les deux courbes se superposent. Cette évolution caractéristique des matériaux à grains ultra-fins sera détaillée au chapitre "Discussion" tout comme l'interprétation des phénomènes présents à chaque moment marquant de cette évolution.

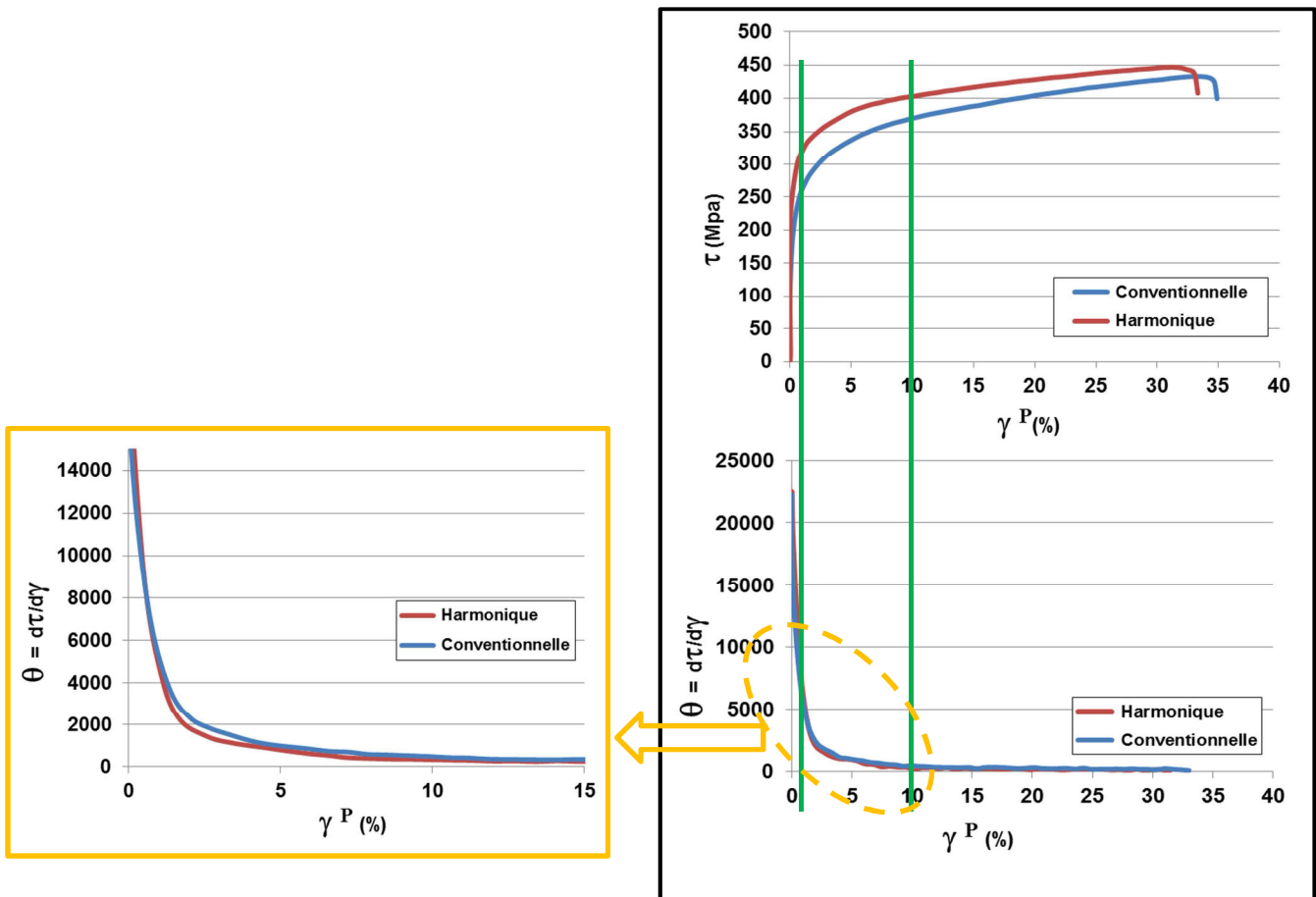


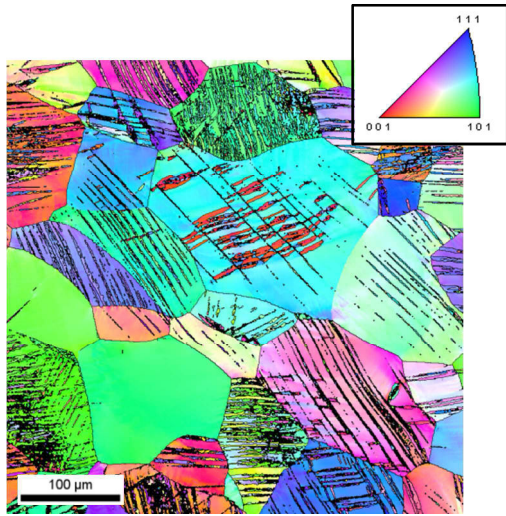
Figure 31 : Évolution du taux d'écroissage du TNZ

3.2.3 Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD

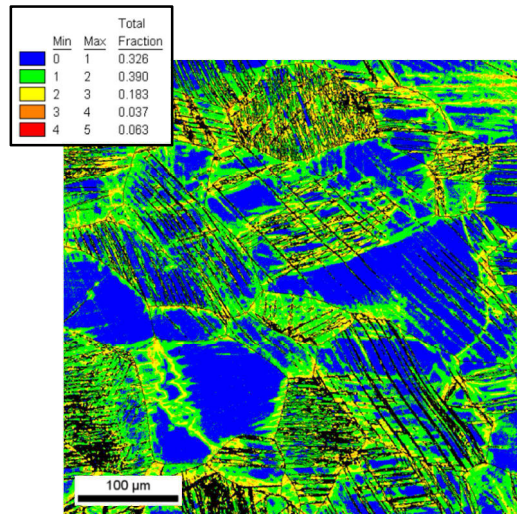
Les caractérisations EBSD des deux matériaux mettent en évidence des phénomènes différents. Pour le matériau conventionnel (planche 13) déformé jusqu'à $\epsilon \approx 21,5\%$, on constate que l'essai de cisaillement a engendré l'apparition de nombreuses macles mécaniques, visibles sur la cartographie des JDG, en accord avec les modes de déformation habituellement observés dans les alliages de titane β métastables [13][14][15][16]. La densité élevée de joints de grains de coïncidence $\Sigma 11$ subdivise les grains et entraîne l'apparition de domaines plus petits, eux-mêmes présentant des macles secondaires. Des zones fortement désorientées (cartographie KAM), donc fortement déformées, contenant une densité élevée de joints de type LAGB, apparaissent au niveau des domaines maclés et des macles elles-mêmes. On est en présence d'un phénomène de maclage par effet TWIP (TWinning Induced Plasticity) activé pendant la déformation.

Pour le matériau harmonique (planche 14) qui a atteint une déformation ϵ de 20,4%, on constate en premier lieu que la configuration core/shell est préservée (cartographie IPF). On peut identifier, sur la cartographie IPF, un gradient d'orientation localisé dans le shell à grains ultra-fins et dans les gros grains du core. La répartition des joints de grains montre la présence de nombreux LAGB localisés dans le shell et aux interfaces. On observe également que les déformations, visibles sur la cartographie KAM, se produisent essentiellement dans le shell et aux interfaces avec les gros grains ce qui laisse supposer que le shell est le lieu où des GND sont emmagasinées sous forme de LAGB pour accommoder le gradient de déformation plastique engendré par la différence de taille des grains entre les deux composantes de la structure harmonique [14]. On notera l'absence de macles à cette échelle d'observation.

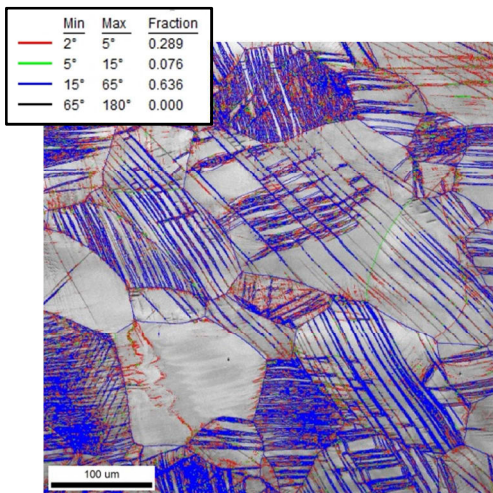
Planche 13 : caractérisation EBSD post-mortem du TNZ conventionnel cisaillement monotone



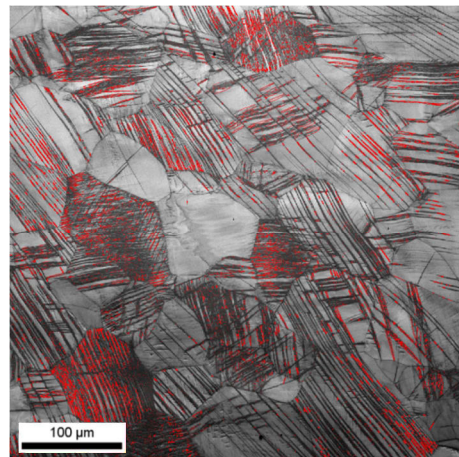
cartographie IPF



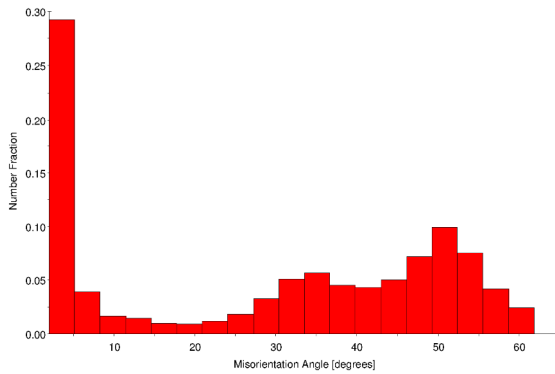
cartographie KAM



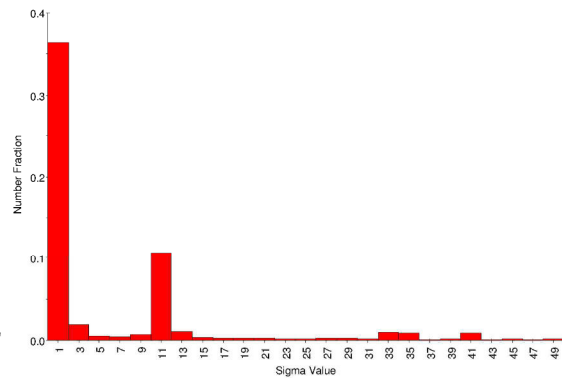
cartographie des JDG



cartographie des parois de macles $\Sigma 11$



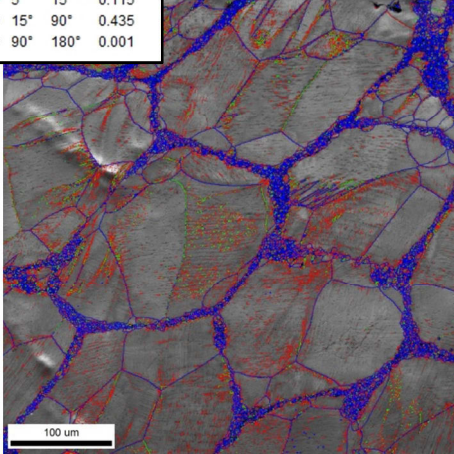
distribution des désorientations des JDG



distribution CSL des JDG

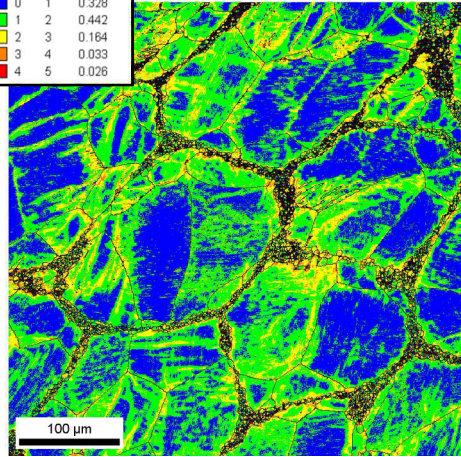
Planche 14 : caractérisation EBSD post-mortem du TNZ harmonique cisaillement monotone

Min	Max	Fraction
2°	5°	0.449
5°	15°	0.115
15°	90°	0.435
90°	180°	0.001

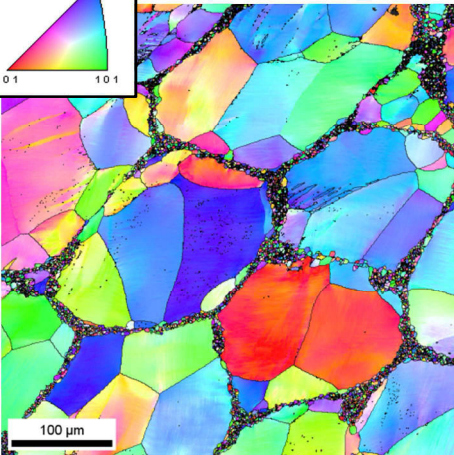
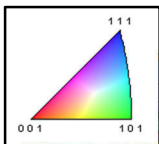


cartographie des JDG

Min	Max	Total Fraction
0	1	0.328
1	2	0.442
2	3	0.164
3	4	0.033
4	5	0.028

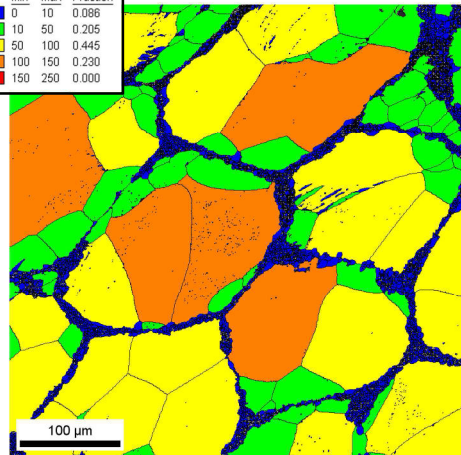


cartographie KAM

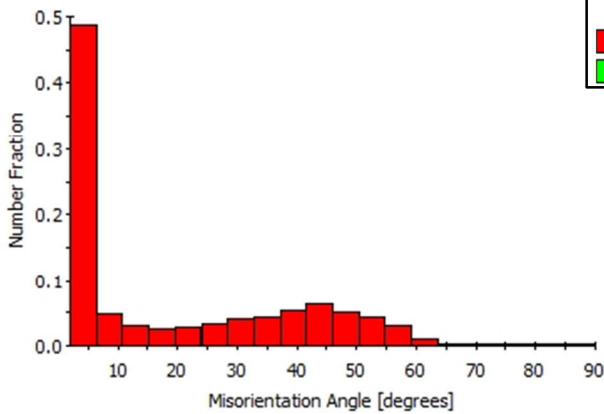


cartographie IPF

Min	Max	Total Fraction
0	10	0.086
10	50	0.205
50	100	0.445
100	150	0.230
150	250	0.000

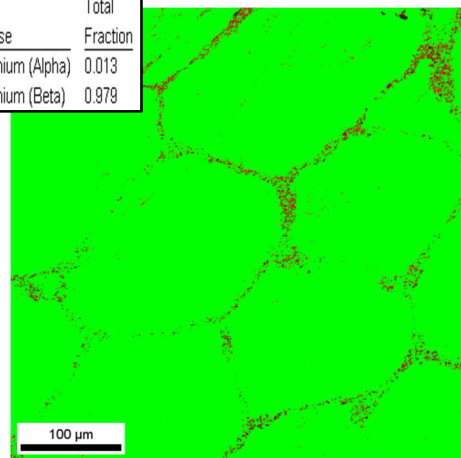


cartographie de la taille des grains



distribution des désorientations des JDG

Phase	Total Fraction
Titanium (Alpha)	0.013
Titanium (Beta)	0.979



cartographie des phases

3.3 Essais de cisaillement cyclique

3.3.1 Caractérisation du comportement mécanique

Les figures 32a et 32b présentent l'évolution de la contrainte σ (MPa) en fonction de la déformation ε (%) (fig. 32a) et en fonction de la déformation plastique ε_p (en %) (fig. 32b) pour le matériau conventionnel (IP), pour des incréments de déformation de +/- 1%. Les résultats pour les incréments de déformation de +/- 2% sont présentés aux figures 33a et 33b.

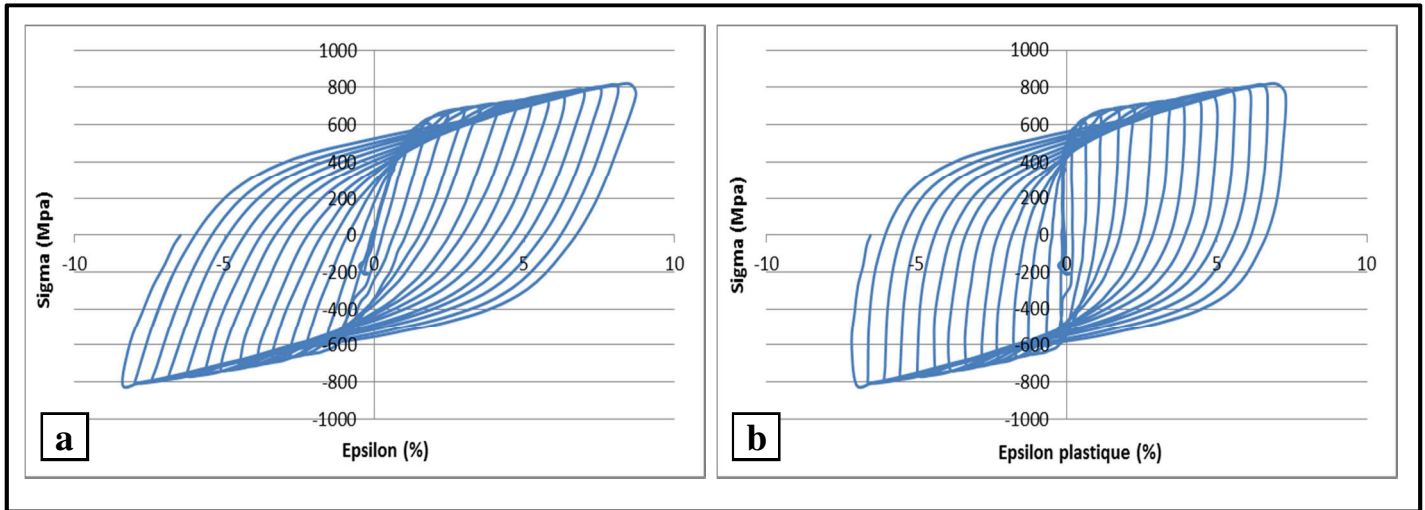
Le comportement du matériau harmonique (MM) est quant à lui montré aux figures 35a et 35b pour les incréments de +/- 1% et aux figures 36a et 36b pour les incréments de +/- 2%.

Pour les essais cycliques d'amplitude +/- 1%, l'échantillon IP a supporté un total de 15 cycles ce qui correspond à une déformation γ cumulée de 465% (ε cumulée $\approx 268\%$), tandis que pour l'échantillon MM, la rupture de l'éprouvette est survenue au 11^e cycle, soit à une déformation γ cumulée de 253% (ε cumulée $\approx 146\%$).

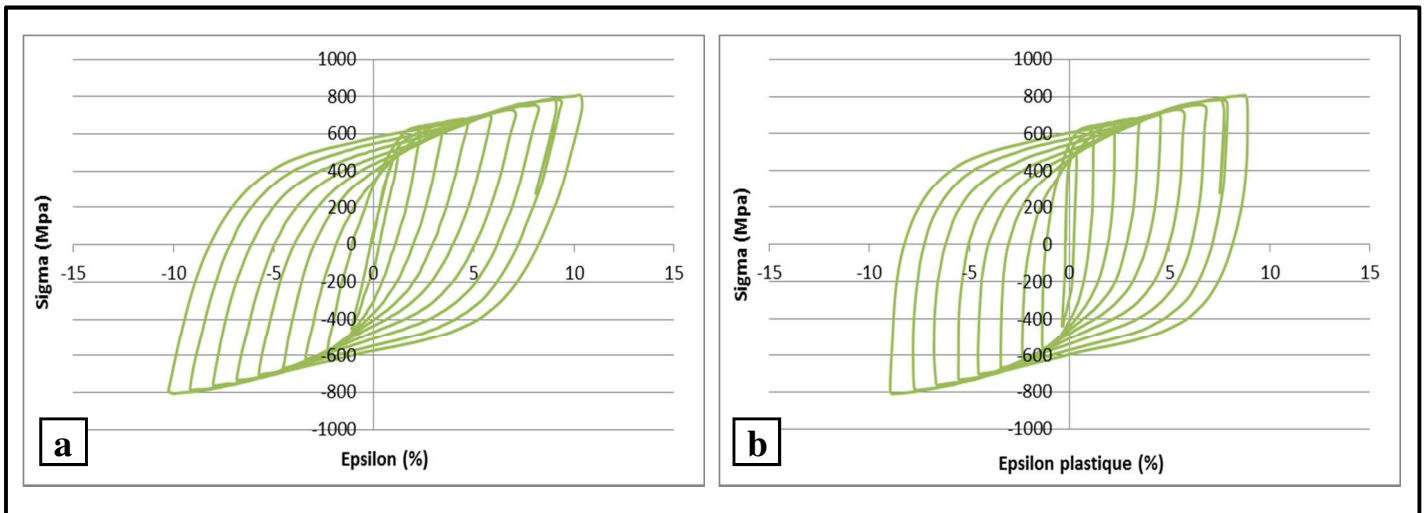
Pour les essais cycliques d'amplitude +/- 2%, l'échantillon IP a supporté un total d'environ 9,5 cycles avant de se rompre, ce qui correspond à une déformation γ cumulée de 376% (ε cumulée $\approx 217\%$), tandis que pour l'échantillon MM, la rupture de l'éprouvette est survenue à environ 7,5 cycle, soit à une déformation γ cumulée de 238% (ε cumulée $\approx 137\%$).

L'analyse des premiers cycles des quatre essais de cisaillement cyclique, n'ont pas permis de mettre en évidence un éventuel effet Bauschinger. Ceci signifie que le TNZ, indépendamment du type de structure, est soumis à un écrouissage isotrope qui traduit un durcissement quelle que soit la direction de déformation et mettant en jeu des interactions à courtes distances.

Ces résultats montrent que, en cisaillement cyclique, la structure harmonique est moins performante que la structure conventionnelle. En effet, la différence de déformation cumulée est d'environ de 212% pour l'amplitude +/- 1% et de 138% pour l'amplitude +/- 2%. En même temps, la structure harmonique est plus résistante puisqu'elle atteint des niveaux de contrainte plus importants, cette différence est visible sur les figures 38 et 39.



Figures 32a et 32b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau conventionnel IP**, amplitude +/-1%



Figures 33a et 33b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau conventionnel IP**, amplitude +/-2%

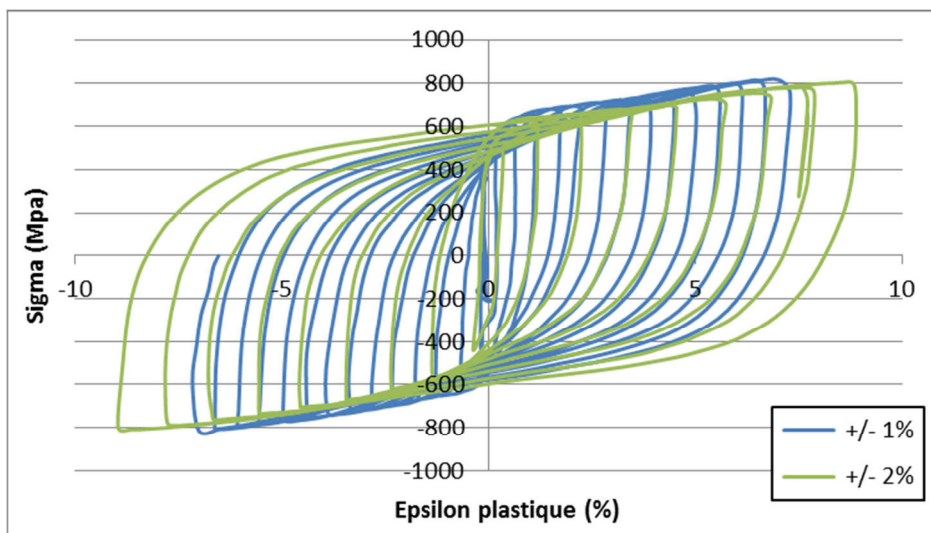
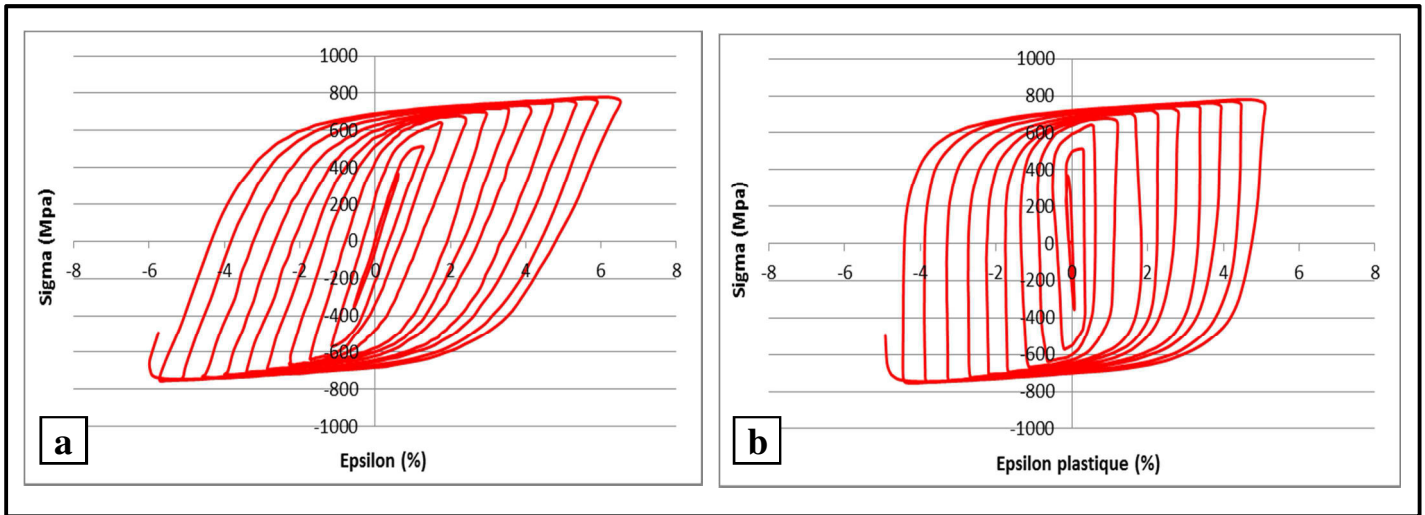
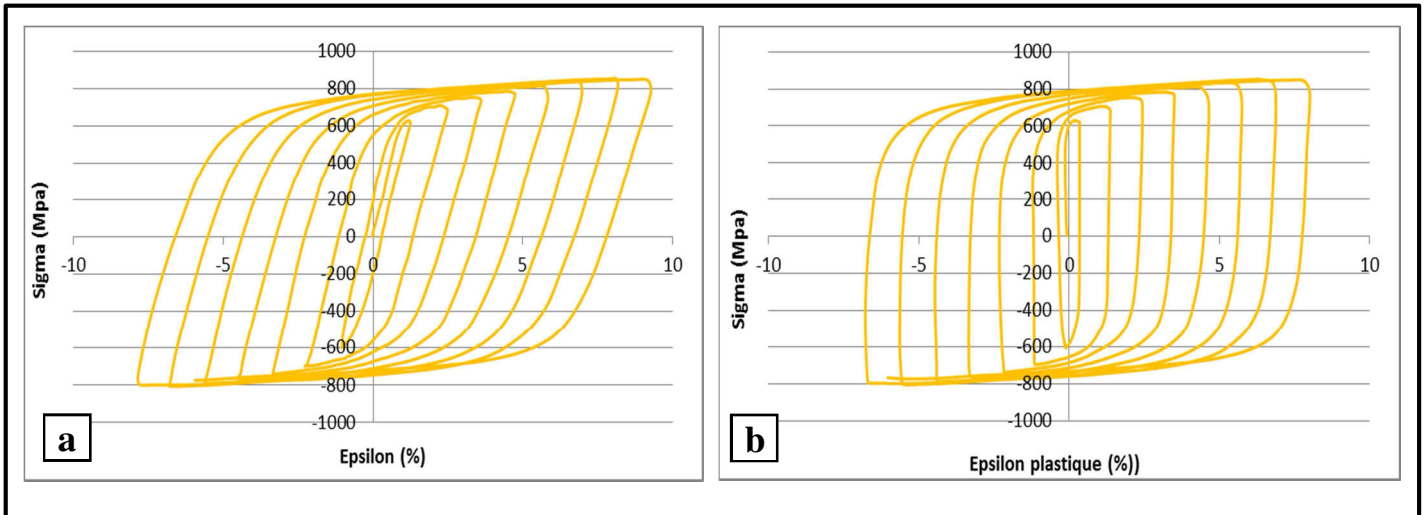


Figure 34: Superposition des essais cycliques, **matériau conventionnel IP** amplitude +/- 1% versus amplitude +/-2%



Figures 35a et 35b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau harmonique MM**, amplitude +/-1%



Figures 36a et 36b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau harmonique MM**, amplitude +/-2%

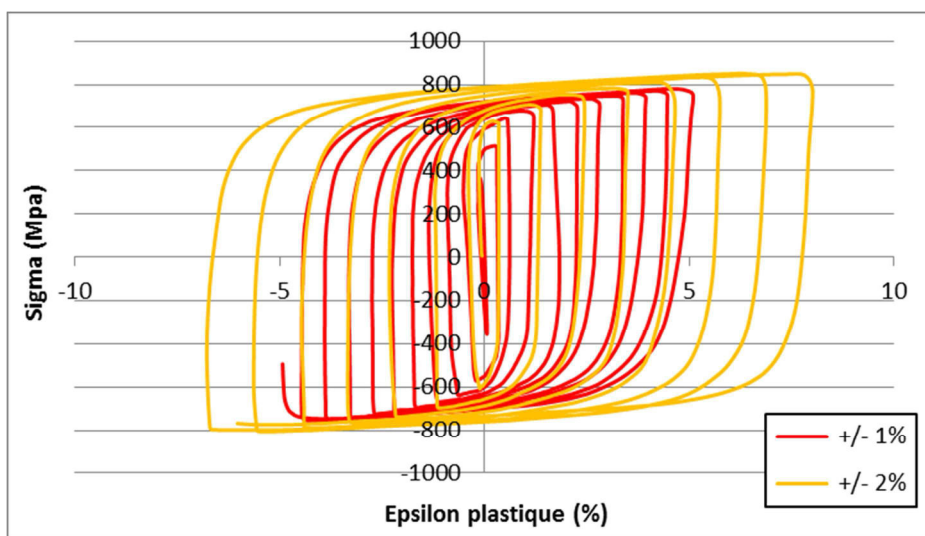


Figure 37: Superposition des essais cycliques, **matériau harmonique MM** amplitude +/- 1% versus amplitude +/-2%

La comparaison de l'allure des essais indique clairement que le comportement des deux matériaux est différent (figures 38 et 39). L'enveloppe des cycles du matériau harmonique est plus régulière avec une évolution homothétique des cycles, on constate une symétrie du comportement mécanique, c'est-à-dire que pour un même cycle, le trajet du segment montant est semblable au trajet du segment descendant (figure 37). Le matériau conventionnel présente quant à lui, une enveloppe globale plus "penchée" avec des cycles s'inclinant progressivement avec l'augmentation de la déformation. Il n'y a pas de symétrie entre les segments montants et descendants (figure 34). Concernant les valeurs de limite d'élasticité des différents cycles, elles sont beaucoup plus élevées pour le matériau harmonique que pour le matériau conventionnel, cela peut être lié au rôle plus ou moins important des contraintes internes et effectives.

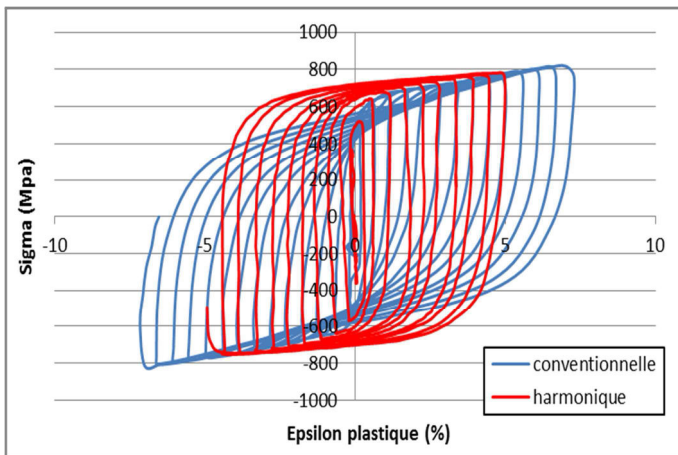


Figure 38: Superposition des essais cycliques amplitude +/-1%

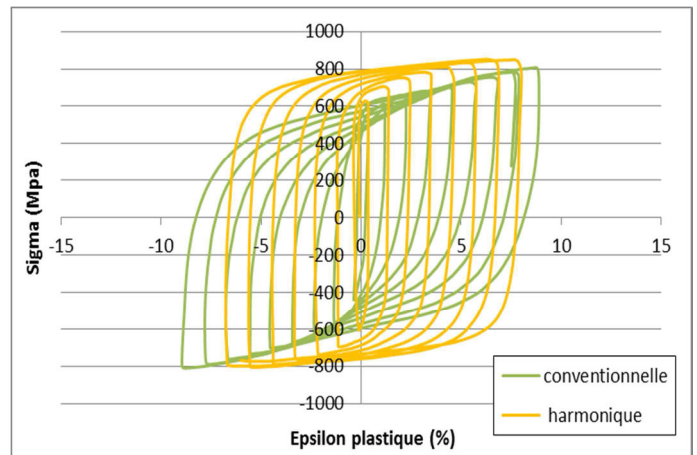


Figure 39: Superposition des essais cycliques amplitude +/-2%

Pour le matériau harmonique, on note un durcissement cyclique, la contrainte augmente cycle après cycle pour atteindre un seuil de saturation apparaissant vers 800 MPa et -800 MPa respectivement pour les segments montants et descendants des cycles. Le matériau conventionnel ne présente pas de saturation, la contrainte augmente avec la déformation jusqu'à l'inversion du sens de sollicitation (passage d'un segment montant vers descendant et inversement). En comparaison avec la structure harmonique, le comportement de la structure conventionnelle diffère en deux points. Le premier, une asymétrie entre les deux types de trajets (montée et descente). Le second, une évolution différente de la contrainte, pour les segments montants, en fonction du taux de déformation cumulée.

Afin de mettre en évidence cette différence de comportement entre les deux matériaux, les figures 40 (pour l'harmonique) et 41 (pour le conventionnel) reprennent un nombre limité de cycles, les premiers et les derniers de chaque essai.

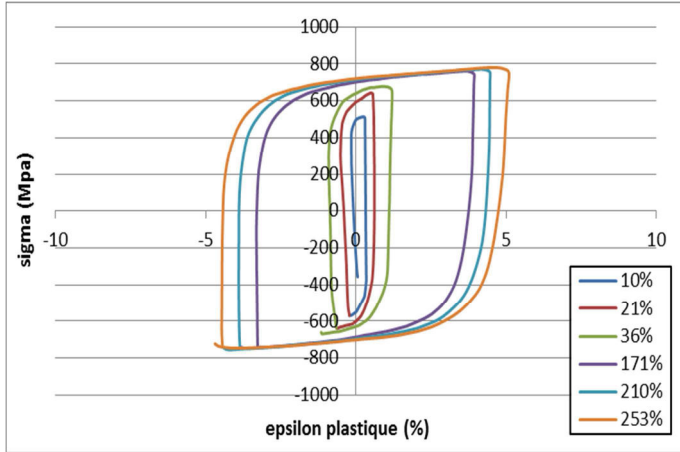


Figure 40 : Cycles n° 2,3,4 et 9,10,11
matériau harmonique MM, amplitude +/-1%

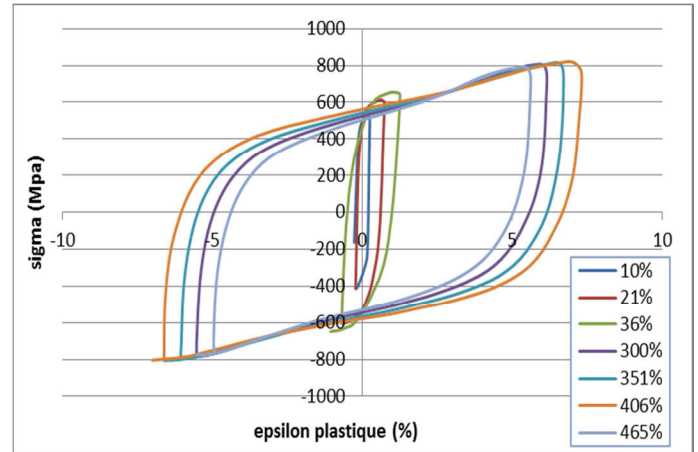


Figure 41 : Cycles n° 2,3,4 et 12,13,14,15
matériau conventionnel IP, amplitude +/-1%

La figure 40 montre clairement que les cycles du matériau harmonique sont inscrits les uns dans les autres. L'aire du cycle « n » est systématiquement plus petite que l'aire du cycle « n+1 ». Passé la limite d'élasticité, la contrainte évolue de manière linéaire. Pour le matériau conventionnel, le comportement est différent selon le pourcentage de déformation et selon que l'on se situe en phase de chargement positif (vers une valeur positive de déformation) ou en phase de chargement négatif (vers une valeur négative de déformation). Durant les 3 premiers cycles représentant une déformation cumulée de 36% et pour la partie positive des cycles uniquement, on constate un durcissement cyclique, le niveau de contrainte atteint avant le changement du sens de chargement augmente et est supérieur au niveau du cycle précédent (figure 42a). Au-delà, les trajets des deux types de chargement décrivent un durcissement en deux temps avec l'apparition d'un point particulier situé à +3% pour les chargements positifs et à -3% pour les chargements négatifs. Avant ce point particulier, le trajet d'un cycle « n » est en dessous du trajet du cycle « n+1 » puis passé ce point particulier, on constate le phénomène inverse à savoir, le trajet d'un cycle « n » est au-dessus du trajet du cycle « n+1 » (figure 42b). Le matériau présente, à partir du point particulier, un durcissement différent marqué par un changement de pente dans l'évolution de la contrainte, changement qui s'atténue au fil des cycles (figures 32b et 33b).

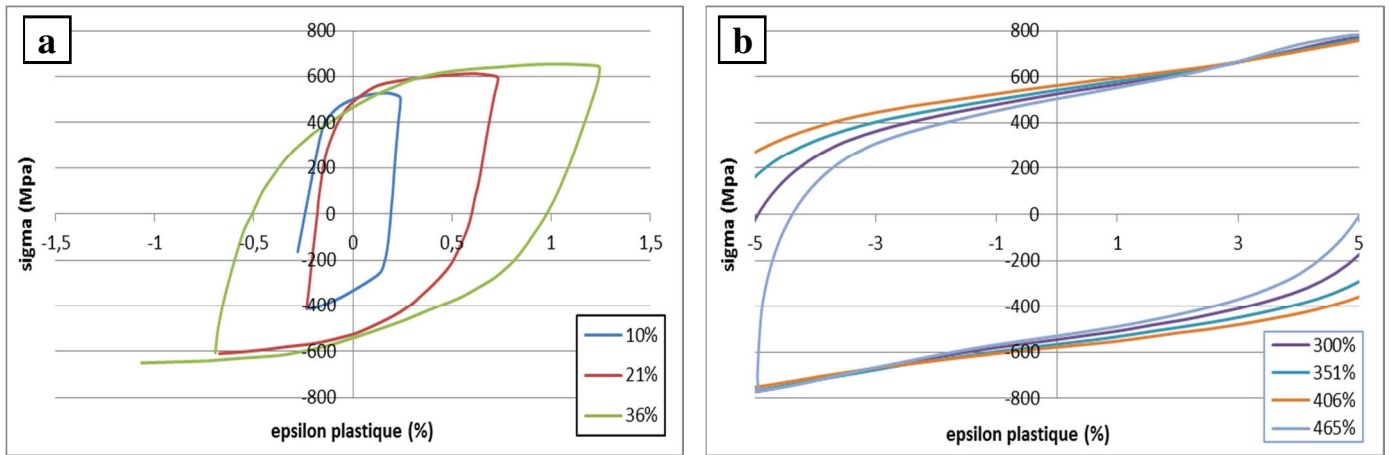


Figure 42: Matériau conventionnel IP, amplitude +/- 1%, décomposition des cycles

3.3.2 Évolution du taux d'érouissage

L'évolution du taux d'érouissage sera présentée sur deux graphiques distincts, un pour les segments montants et un pour les segments descendants. Là encore, des différences notables entre les matériaux sont visibles. Une première différence porte sur le niveau du taux d'érouissage atteint durant les essais de cisaillement. Il est nettement plus élevé pour le matériau harmonique de l'ordre de 35000 MPa pour les premiers cycles (figures 45 et 46) contre 20000 MPa pour le matériau conventionnel (figures 43 et 44). Cette différence peut être en partie liée à la structure harmonique et à la densité importante de GND qui accomode le gradient de déformation plastique dû à la différence de taille de grains entre le core et le shell [17].

L'évolution du taux d'érouissage du matériau conventionnel, pour l'amplitude +/- 1%, est similaire pour les deux types de trajets. On constate un adoucissement cyclique. En effet, cycle après cycle et pour une déformation donnée, le niveau du taux d'érouissage décroît. Pour les premiers cycles, on note l'apparition d'un palier suivi par une chute brutale du taux d'érouissage. Puis ce palier s'allonge au fur et à mesure des cycles. Les paliers laissent progressivement apparaître un phénomène d'adoucissement, qui s'étend avec la déformation, suivi d'un durcissement puis d'une chute brusque du taux d'érouissage. L'amplitude +/- 2% présente les mêmes caractéristiques avec un comportement similaire toutefois moins prononcé. L'adoucissement s'atténue progressivement et a quasiment disparu au dernier cycle tout comme le durcissement. Le taux d'érouissage n'évolue plus. Le niveau final du taux d'érouissage atteint au dernier palier (pour les deux amplitudes) reste supérieur à 1000 MPa.

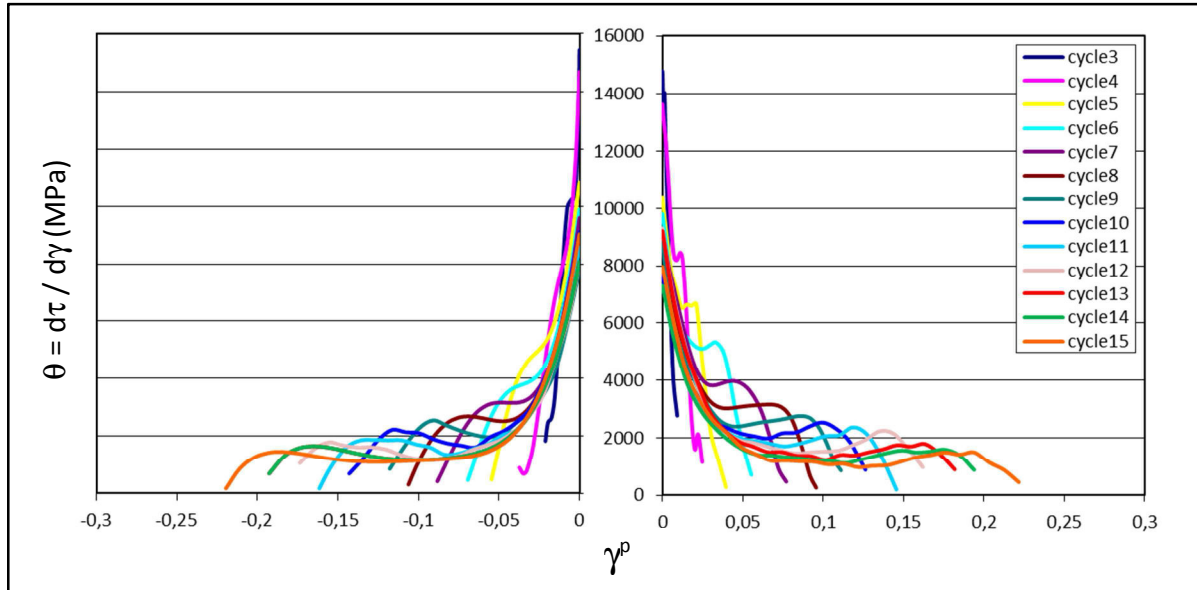


Figure 43: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau conventionnel**, essais cycliques, amplitude +/-1%

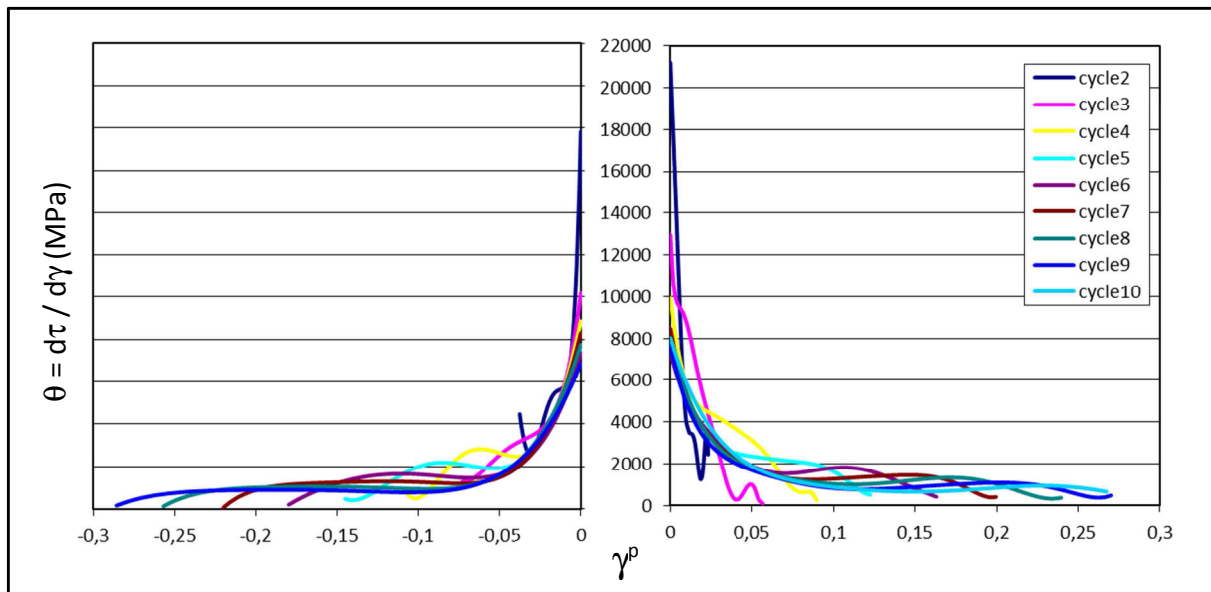


Figure 44: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau conventionnel**, essais cycliques, amplitude +/-2%

Ce type de comportement composé de différents stades de consolidation, qui associe une stagnation du taux d'écrouissage accompagné d'une reprise du durcissement est généralement observé dans les alliages de titane β et est attribué soit aux effets TRIP liés à la formation d'une phase martensitique α'' , soit à la diminution de la taille des grains engendrée par les effets TRIP [18]. Un comportement similaire de durcissement en trois stades a été observé sur un alliage de Ti-12Mo [19]. Ce phénomène a été attribué aux effets TRIP et TWIP. Des essais de traction réalisés sur un alliage de titane β -métastable Ti-8,5Cr-1,5Sn ont eux aussi mis en évidence un écrouissage en 3 stades ainsi qu'une valeur élevée du taux d'écrouissage.

Il a été associé à des effets combinés TRIP/TWIP [20]. Toutefois, l'alliage étudié ici est de type β -stable ce qui nous permet d'écarter l'hypothèse d'un durcissement par effet TRIP. Cet écrouissage en plusieurs stades sera discuté et analysé au chapitre "Discussion".

Le matériau harmonique présente une chute brutale du taux d'écrouissage jusqu'à environ 15000 MPa puis présente une décroissance monotone (figures 45 et 46). On note que le taux d'écrouissage atteint un seuil de saturation à partir du 5^e cycle puisque par la suite ils se superposent tous.

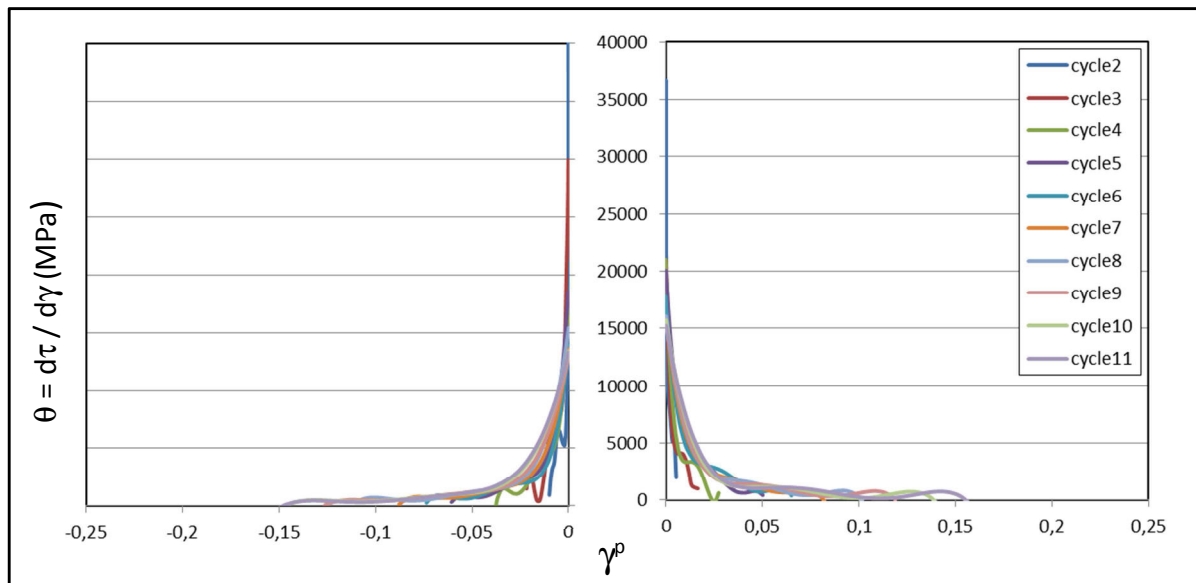


Figure 45: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau harmonique**, essais cycliques, amplitude +/-1%

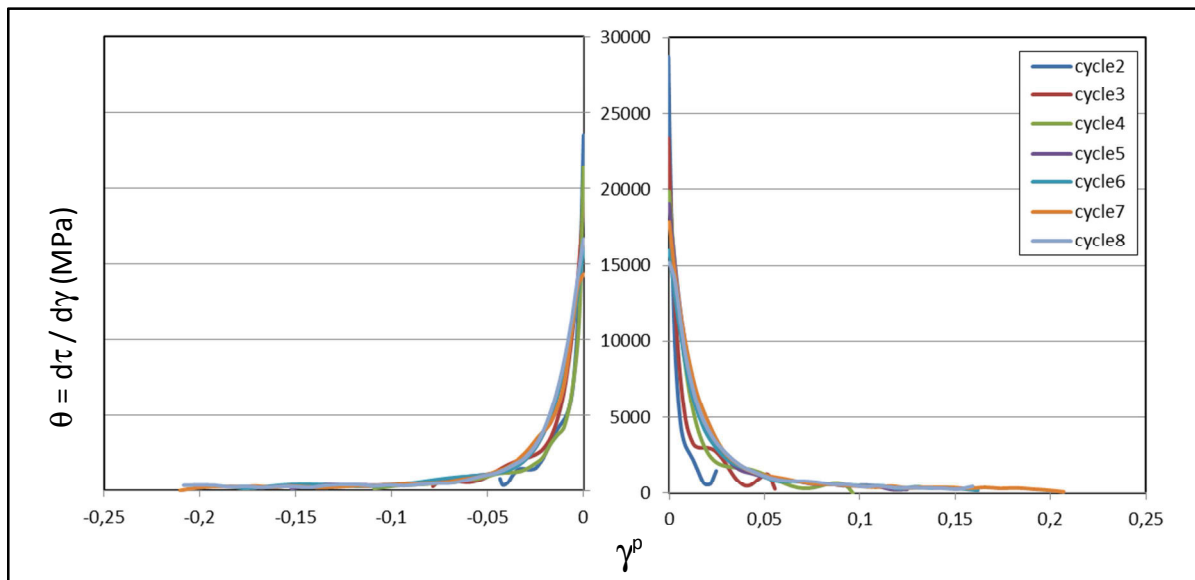


Figure 46: Évolution du taux d'écrouissage, **matériau harmonique**, essais cycliques, amplitude +/-2%

3.3.3 Partition des contraintes

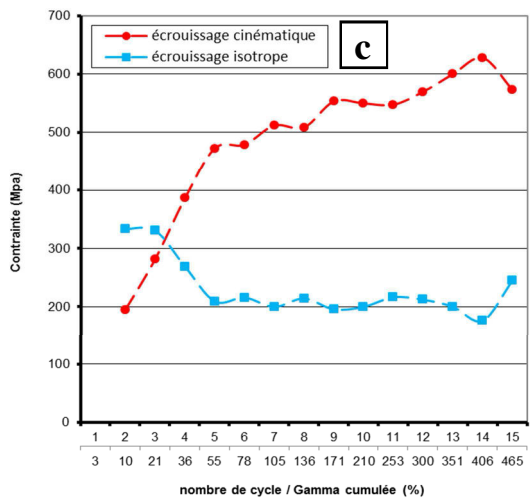
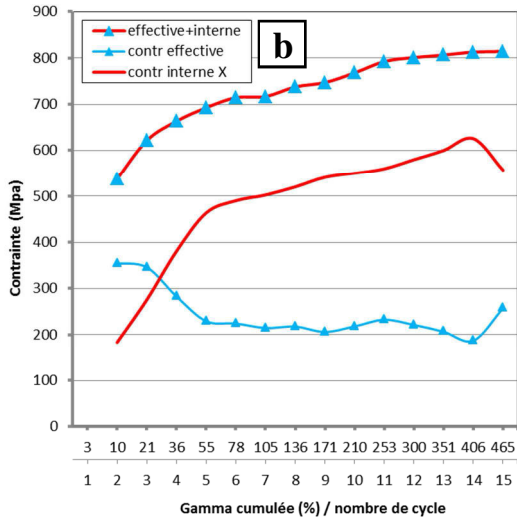
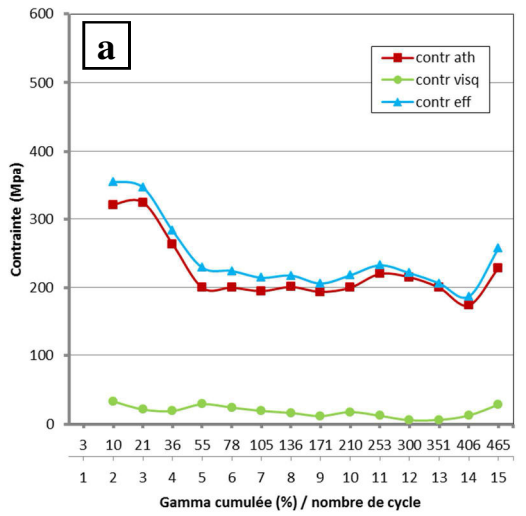
Une vision globale des graphiques permet d'observer que pour chaque matériau, les courbes obtenues à l'amplitude +/-1% et celles obtenues à +/- 2% suivent la même tendance. L'étude de la partition des contraintes nous donnera des indications sur les mécanismes mis en jeu durant la déformation. Les résultats sont présentés sur les planches 15 et 17 pour le matériau conventionnel et sur les planches 16 et 18 pour le matériau harmonique.

Pour les deux matériaux, on constate que la contrainte visqueuse (σ_{visq}), ou contrainte thermique (σ_{ath}), n'a quasiment pas de répercussion sur la contrainte effective (planches 15a à 18a). En effet, son niveau bas de l'ordre de 30 MPa d'une part et son niveau constant d'autre part font qu'elle n'a qu'un impact limité sur la contrainte effective qui est surtout dominée par la contrainte athermique (σ_{ath}) et ce quelle que soit l'amplitude des cycles de déformation.

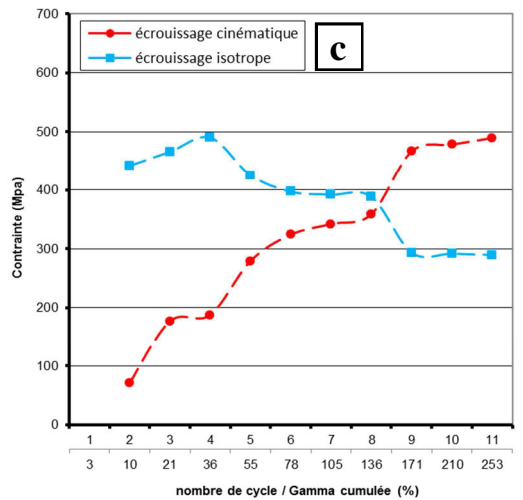
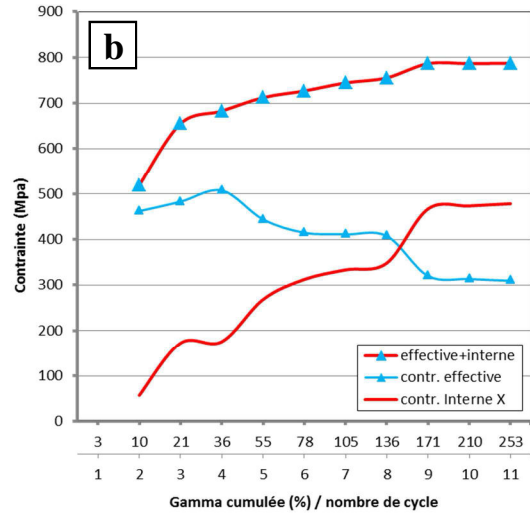
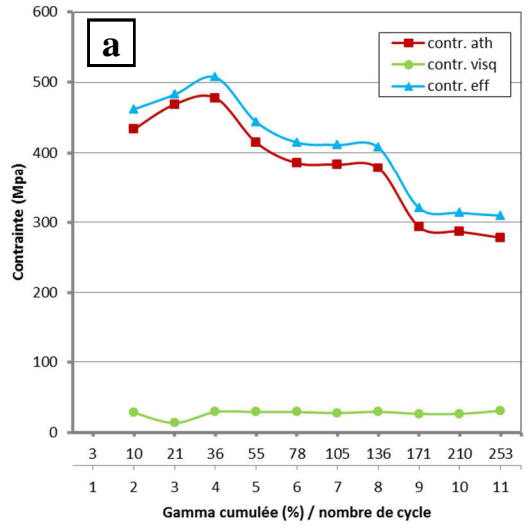
Pour le matériau conventionnel, on remarque que la contrainte effective va commencer à décroître dès le début de l'essai, de 150 MPa jusqu'à une déformation cumulée de l'ordre de 40% ensuite elle n'évoluera plus et stagnera à 200 MPa jusqu'au dernier cycle (planches 15a et 17a). On peut donc avancer que pour ce matériau, c'est la contrainte interne qui va influencer la contrainte macroscopique, ce qui est effectivement visible sur les planches 15b et 17b. Dès le début de l'essai, les interactions à courte distance laissent la place aux interactions à longue distance comme le montre l'évolution à la hausse de X et à la baisse de σ_{eff} , avec une inversion des rôles (intersection des courbes) située à une déformation cumulée d'environ 28% et de 11% respectivement pour les amplitudes +/-1% et +/-2%. C'est donc le back-stress qui va ensuite progressivement "piloter" le comportement du matériau comme le montre le changement de pente apparu à 55% de déformation cumulée (5^e cycle) pour l'amplitude +/- 1% et à 20% de déformation cumulée (2^e cycle) pour l'amplitude +/- 2%.

Pour les deux amplitudes de sollicitation, le back-stress X évolue donc en deux temps, rapidement de 200 MPa à 500 MPa, puis lentement de 500 MPa à 600 MPa. Le changement de pente qui s'opère apparaît plus tôt pour les cycles +/- 2%.

**Planche 15 : TNZ conventionnel
essai cyclique, amplitude +/- 1%**



**Planche 16 : TNZ harmonique essai
cyclique, amplitude +/- 1%**



Pour le matériau harmonique, on note que la contrainte effective baisse par palier tout au long des cycles (planches 16a et 18a). Pour l'amplitude +/- 1%, la contrainte diminue de 500 MPa à 300 MPa en passant par deux paliers précédés à chaque fois d'une chute de la contrainte d'environ 100 MPa. Le premier palier s'étend entre le 6^e cycle (γ cumulée = 78%) et le 8^e cycle (γ cumulée = 136%) durant lequel le matériau a emmagasiné une déformation cumulée de 58% (136% - 78%) avant que la contrainte ne chute une seconde fois (encore de 100 MPa) pour laisser place au second palier qui s'étend du 9^e cycle (γ cumulée = 171%) au 11^e cycle (γ cumulée = 253%). Lors de ce second palier, le matériau subit une déformation cumulée de 82%. Pour l'amplitude +/- 2%, on observe la même décroissance de σ_{eff} , avec la présence d'un seul palier moins prononcé, entre le 3^e et le 5^e cycle. Le matériau a supporté une déformation cumulée de 78% durant ce palier qui est également précédé d'une chute de contrainte de 100 MPa. La présence de ces paliers durant lesquels la contrainte effective n'évolue pas suggère que la structure harmonique permet de contenir les champs de contraintes à courte distance, pour favoriser le développement de la contrainte interne.

Si on observe la planche 16b, on constate que contrairement à la structure conventionnelle où le back-stress X influe sur le comportement du matériau dès le début de l'essai, ici, la contrainte macroscopique est dominée dans un premier temps par la contrainte effective qui diminue par paliers successifs (le premier se situe à environ 500 MPa, le second à 400 MPa et le dernier à 300 MPa) au profit du back-stress qui augmente lui aussi par paliers situés à 180 MPa, 330 MPa et 490 MPa. Les interactions entre les dislocations mobiles et les obstacles à courte portée sont plus nombreuses durant les premiers cycles de déformation. Après le second palier, on a une inversion de l'influence vers γ cumulée = 160%, la contrainte interne pilote alors le comportement du matériau. Les interactions à longue distance qui étaient minoritaires deviennent prépondérantes et modifient le champ des contraintes. Pour l'amplitude +/- 2% (planche 18b), la contrainte interne suit la même tendance, à savoir une hausse progressive puis vers γ cumulée de 190%, le niveau de la contrainte effective passe en dessous de celui de la contrainte interne qui influence alors le comportement du matériau.

En dernière analyse, une comparaison des deux matériaux indique que même si la contrainte macroscopique présente une évolution croissante régulière et dans les mêmes proportions, d'environ 300 MPa, entre le premier et le dernier cycle de l'essai, la contribution respective de X et σ_{eff} est différente selon la microstructure.

Planche 17 : TNZ conventionnel essai cyclique, amplitude +/- 2%

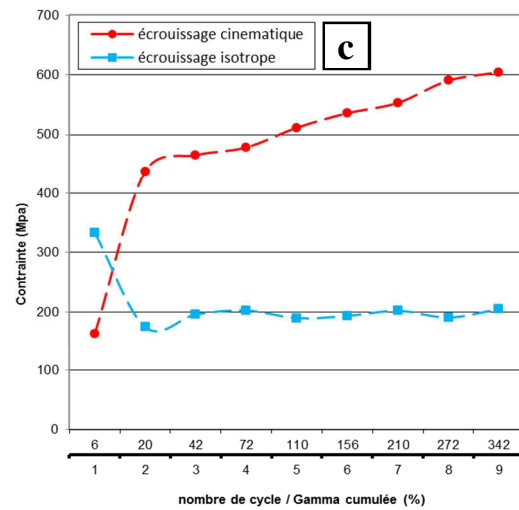
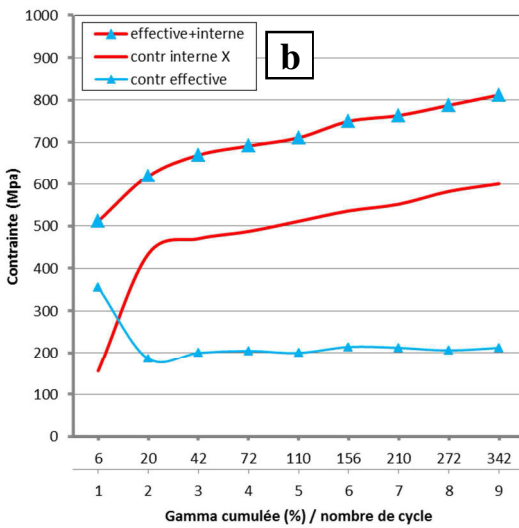
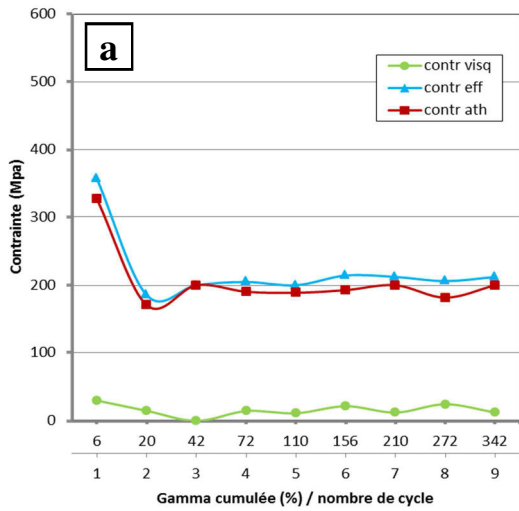
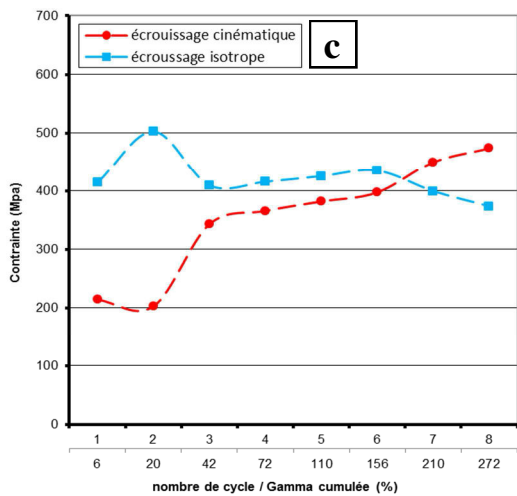
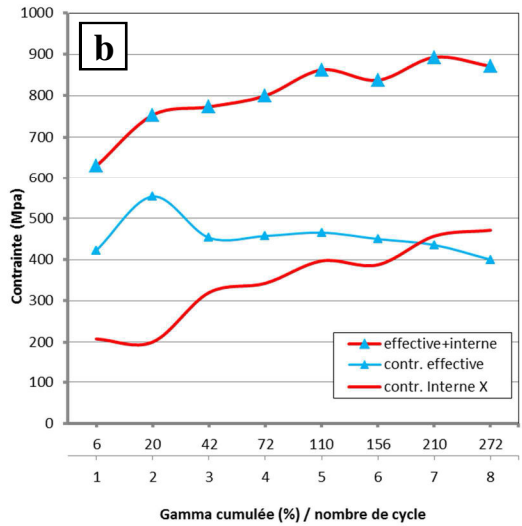
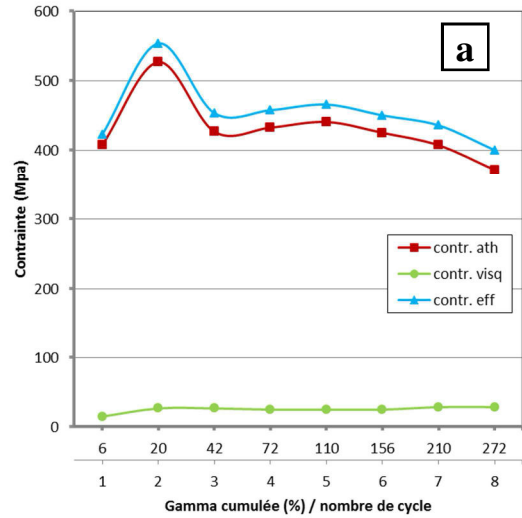


Planche 18 : TNZ harmonique essai cyclique, amplitude +/- 2%



À ce niveau, il est intéressant de souligner que pour les deux structures, en comparaison avec l'évolution de σ_{eff} qui reste constante pour l'amplitude +/-1% ou diminue d'environ de 200 MPa pour l'amplitude +/-2%, l'évolution à la hausse de X est importante, la contrainte interne augmente d'environ 400 MPa durant l'essai ce qui indique une activité intense et croissante des interactions à longue distance, plus présente que celles à courte distance.

On peut également s'intéresser à l'évolution macroscopique du durcissement durant les cycles. Cette approche est analogue à celle de la partition des contraintes, mais apporte des précisions sur le comportement global des matériaux via un découpage différent des contraintes. La consolidation des deux matériaux est décrite via l'évolution des variables d'érouissage isotrope R et cinématique Xc, planches 15c et 17c pour le matériau conventionnel, planches 16c et 18c pour le matériau harmonique. On constate que l'allure des courbes et les niveaux de contrainte de R et de Xc sont proches de ceux pour de σ_{eff} et X. En effet, puisque l'érouissage isotrope est produit au travers de la contrainte à courte distance et que l'érouissage cinématique est produit au travers de la contrainte à longue distance.

En accord avec l'analyse des contraintes réalisée précédemment, on peut dire que pour le matériau conventionnel, c'est l'érouissage cinématique qui guide le comportement macroscopique durant les chargements cycliques (planches 15c et 17c). Pour le matériau harmonique, on retrouve un double pilotage du durcissement par similitude à la double influence de X et de σ_{eff} . D'abord géré par l'érouissage isotrope, le durcissement est ensuite dominé par l'érouissage cinématique (planches 16c et 18c).

3.3.4 Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD

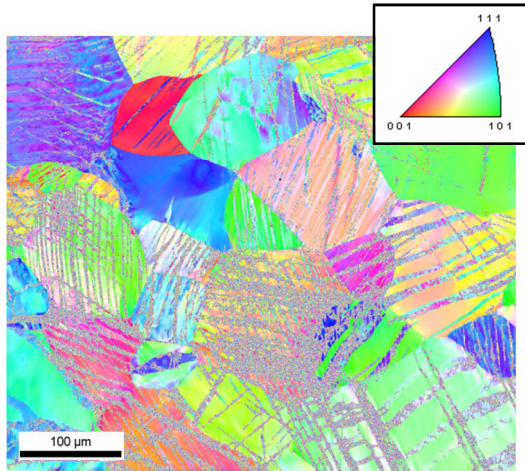
La caractérisation EBSD montre des structures et des phénomènes identiques aux cisaillements monotones. Pour le matériau conventionnel (planche 19), la déformation cumulée ϵ de 268% emmagasinée durant les 15 cycles a engendré l'apparition de multiples macles de type $\Sigma 11$ de système $\{332\} \langle 113 \rangle [16][21][22]$ (distribution CLS).

Ces macles germent au niveau des joints de grains puis croissent en traversant de part et d'autre les grains (cartographie JDG). En outre, les joints coïncidents (ou spéciaux) subdivisent les grains en plusieurs domaines présentant de faibles désorientations. La cartographie KAM localise des zones fortement déformées au niveau des zones maclées. La cartographie des joints de grains montre un affinement de la microstructure par maclage dans

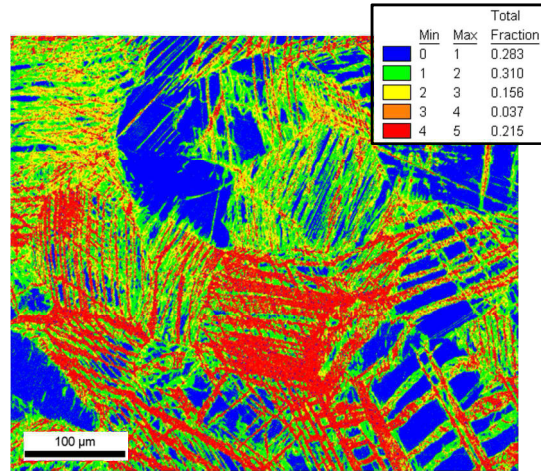
ces zones, qui a pour conséquence d'augmenter le durcissement grâce à l'effet Hall-Petch [23]. Une étude portant sur les mécanismes de plasticité induits par les macles de système $\{332\} \langle 113 \rangle$ dans un alliage Ti-15Mo, attribue le durcissement à l'affinement de la microstructure provoqué par le maillage [13].

Pour le matériau harmonique (planche 20), le cisaillement cyclique amène au même constat que le cisaillement monotone, à savoir une inhibition des macles malgré une déformation ϵ cumulée de 146% après une rupture apparue au 11^e cycle. La configuration core/shell est préservée. La cartographie IPF révèle la présence d'un gradient d'orientation localisé dans le shell et dans les gros grains du core. La cartographie KAM montre que le shell présente un niveau de déformation plus élevé que le core. On constate que le niveau de déformation est uniforme dans l'ensemble du shell. La répartition des joints de grains montre la présence de nombreux LAGB localisés dans le shell et aux interfaces ainsi que dans les grains les plus gros du core.

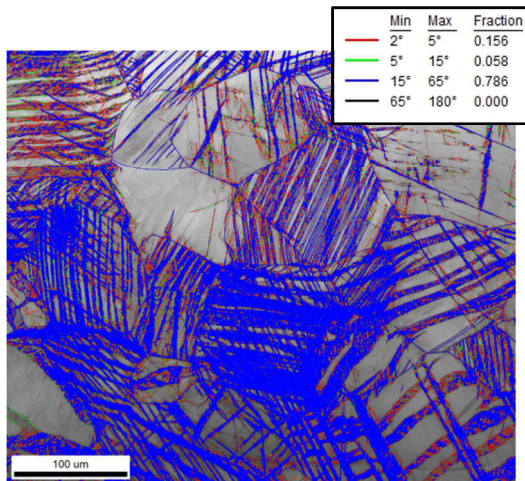
Planche 19 : caractérisation EBSD post-mortem du TNZ conventionnel, cisaillement cyclique +1/-1



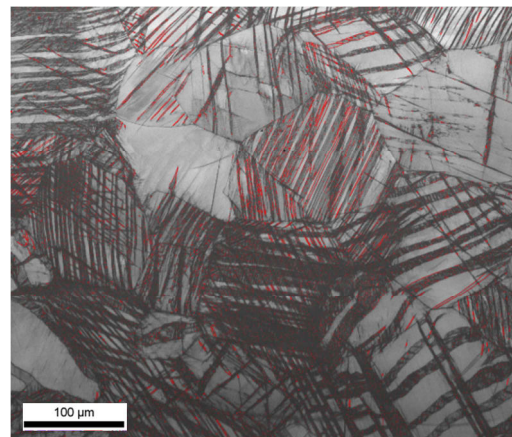
cartographie IPF



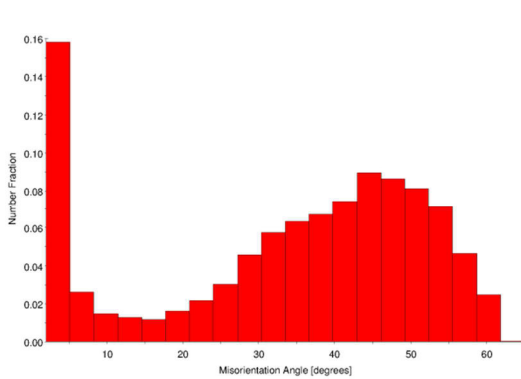
cartographie KAM



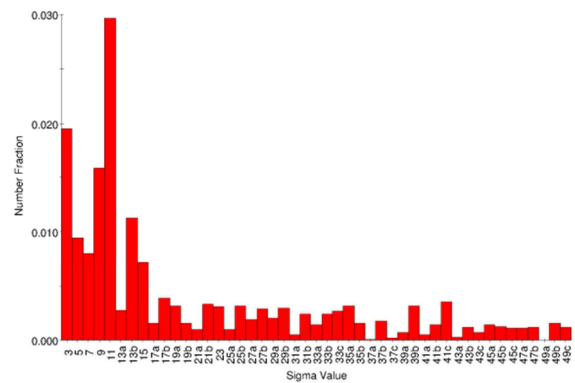
cartographie des JDG



cartographie des parois de macles $\Sigma 11$

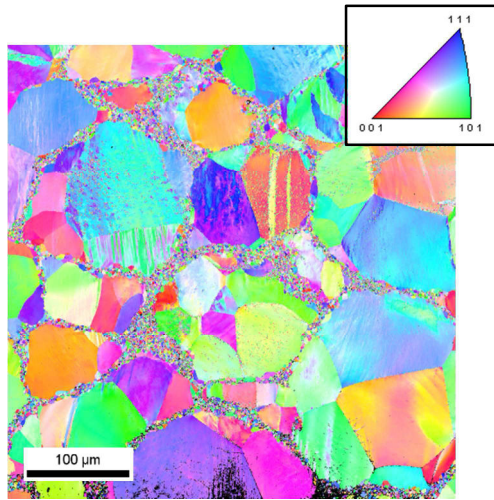


distribution des désorientations des JDG

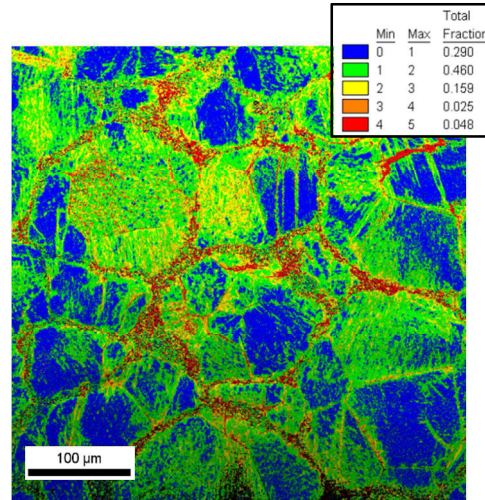


distribution CSL des JDG

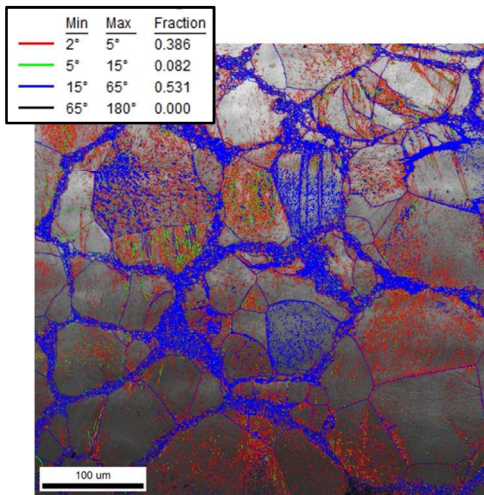
Planche 20 : caractérisation EBSD post-mortem du TNZ harmonique, cisaillement cyclique +1/-1



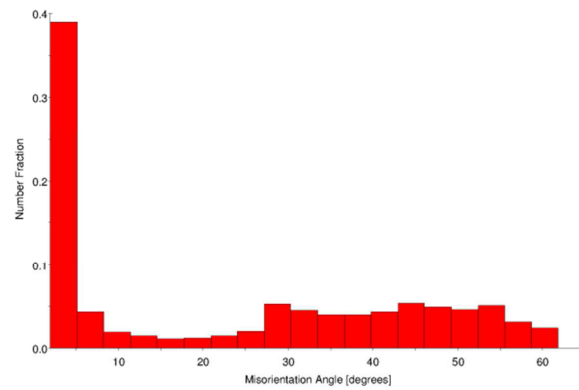
cartographie IPF



cartographie KAM



cartographie des JDG



distribution des désorientations des JDG

3.4 Conclusion

Les essais de cisaillement réalisés sur le Ti-25Nb-25Zr IP (conventionnel) et sur le Ti-25Nb-25Zr MM (harmonique) ont permis de faire ressortir des différences tant au niveau du comportement macroscopique qu'au niveau des phénomènes influençant leurs propriétés mécaniques. Les tableaux 5 et 6 permettent un comparatif de ces différentes propriétés.

cisaillement monotone						
matériaux	G (GPa)	E (GPa)	Re (MPa)	Re _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	ε max (%)
conventionnel	18	48	220	360	750	21,5
harmonique	20	53	350	480	773	20,4

Tableau 5 : Propriétés mécaniques du TNZ IP et MM

matériau	cisaillement cyclique, amplitude +/- 1%			cisaillement cyclique, amplitude +/- 2%		
	nbre de cycles	γ cumulée (%)	ε cumulée (%)	nbre de cycles	γ cumulée (%)	ε cumulée (%)
conventionnel	15	465	268,5	≈ 9,5	376	217
harmonique	11	253	146,1	≈ 7,5	238	137

Tableau 6 : Performances du TNZ IP et MM

Les essais de cisaillement monotone montrent que la structure harmonique atteint des valeurs de contrainte plus élevées que la structure conventionnelle, mais que les deux structures présentent une déformation avant rupture quasi égale de l'ordre de 20%.

Les essais cycliques ont clairement mis en évidence une allure différente des cycles et donc un comportement différent. L'enveloppe des cycles du TNZ MM est plus régulière avec une évolution homothétique des cycles accompagnée d'une symétrie du comportement mécanique. Le TNZ IP affiche quant à lui, une enveloppe globale plus "penchée" avec des cycles s'inclinant progressivement avec l'augmentation de la déformation, sans symétrie entre les segments montants et descendants. Sous sollicitation cyclique, la structure harmonique atteint des niveaux de contrainte plus élevés par contre la structure conventionnelle permet une plus grande déformation cumulée.

Les deux matériaux présentent un taux d'érouissage élevé, mais ayant chacun une cause différente. Pour le matériau conventionnel, c'est l'affinement des grains qui serait l'origine du phénomène (effet Hall-Petch dynamique) tandis que pour la structure harmonique, il serait attribué au taux élevé de GND présent dans le shell et aux interfaces shell/core.

Sous sollicitation cyclique, l'évolution du taux d'érouissage décrit une allure monotone décroissante pour le matériau harmonique avec une saturation du taux d'érouissage tandis que pour le matériau conventionnel, les courbes font apparaître un adoucissement cyclique.

Suite à l'analyse de la partition des contraintes, on note que pour les deux matériaux, la contrainte macroscopique évolue de manière croissante et est pilotée par la contrainte interne (ou back-stress) avec un effet plus important de la contrainte effective en début de déformation uniquement pour le matériau conventionnel. Concernant l'évolution du durcissement durant les cycles, on constate que c'est l'écroutissage cinématique qui guide le comportement macroscopique.

La caractérisation post-mortem par EBSD a montré que la structure conventionnelle se déforme en donnant naissance à de nombreuses macles de type $\Sigma 11$. La structure harmonique quant à elle ne présente aucune macle à cette échelle d'observation. La structure core/shell permettrait d'inhiber le phénomène de maclage de la manière suivante. Les déformations sont concentrées au niveau du shell, lieu où la densité importante de GND accommode le gradient de déformation plastique dû à la différence de taille de grains entre le core et le shell. Le shell délocaliserait la déformation qui est uniformément transmise à l'ensemble du shell.

4 Le TA6V

4.1 Caractérisation de l'état initial

4.1.1 La poudre initiale

Les deux échantillons massifs de titane pur ont été frittés par SPS pendant une durée de 30 min à une température de 850 °C (1123 K). La poudre MM ayant servi à la fabrication de la structure harmonique a subi un broyage mécanique à température ambiante sous gaz argon pendant 25 heures dans un broyeur planétaire à billes. La composition chimique de la poudre est donnée dans le tableau 7. La taille moyenne des grains est de 186 μm (figure 47).

Éléments	Ti	Al	V	O	Fe	C	N	H
% mass	88,86	6,51	4,26	0,18	0,17	0,01	0,003	0,002

Tableau 7 : Composition de la poudre issue du PREP

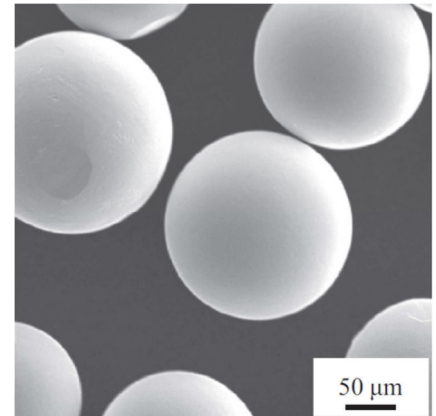
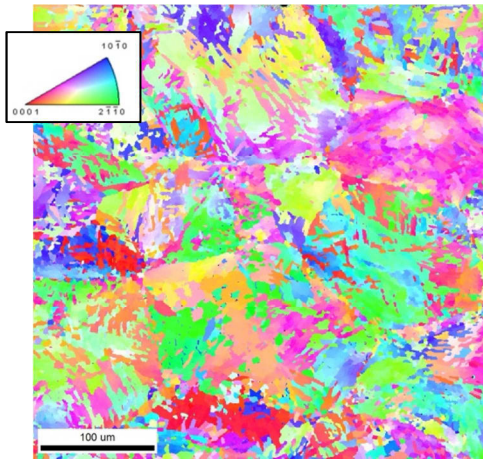


Figure 47 : Poudre initiale de TNZ

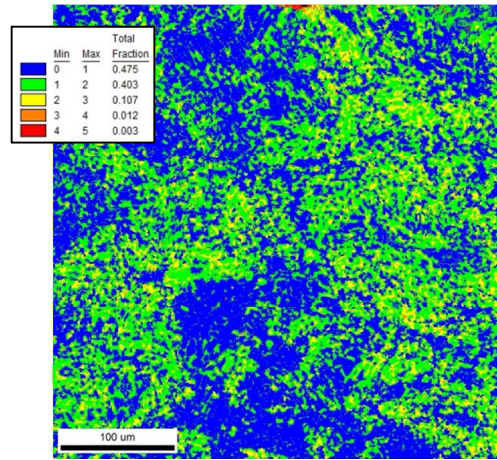
4.1.2 Les matériaux massifs

La structure initiale du matériau conventionnelle (planche 21) est dans sa grande majorité constituée de lamelles et on distingue localement quelques grains équiaxes visibles sur la cartographie IQ. On note une grande proportion de LAGB et la présence de quelques macles localisées dans les grains lamellaires (4% de compression et 2,5% de traction) (cartographie des JDG). La structure présente une faible déformation qui est légèrement plus importante dans les lamelles. Il n'y a pas d'orientation préférentielle de la microstructure. La structure initiale harmonique (planche 22) présente une texture aléatoire. Elle est constituée de grains équiaxes dans le shell et environ 50% des grains du core sont également équiaxes (voir cartographie des grains). La taille moyenne des grains est de 5 μm et entre 25 et 30 μm respectivement dans le shell et le core. Elle comporte des macles essentiellement de compression, environ 9%, localisées dans les lamelles du core et on retrouve des LAGB situés plutôt dans le shell. La déformation est plus élevée dans le core (voir cartographie KAM)

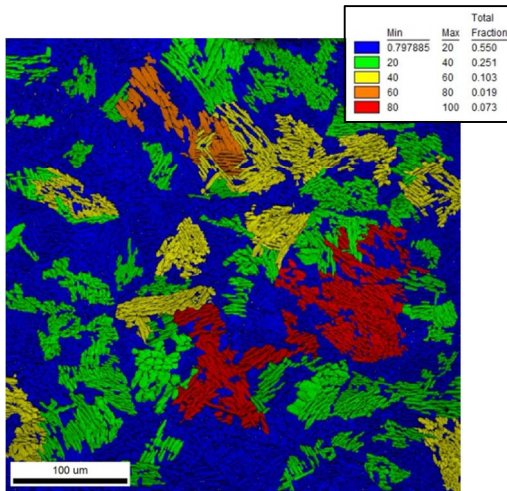
Planche 21 : caractérisation EBSD de l'état initial du TA6V conventionnel



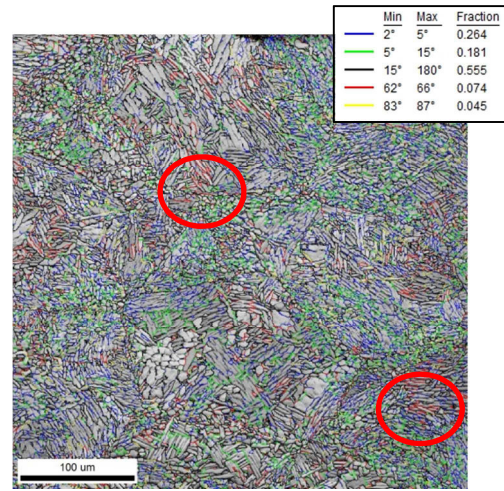
cartographie IPF



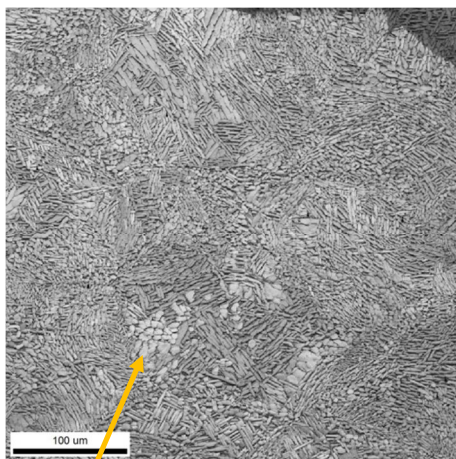
cartographie KAM



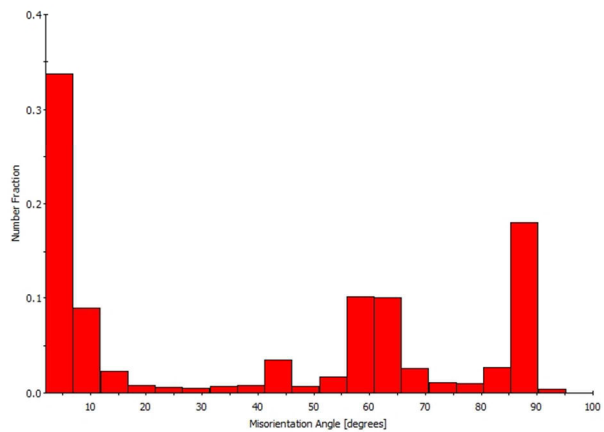
cartographie des grains



cartographie des JDG

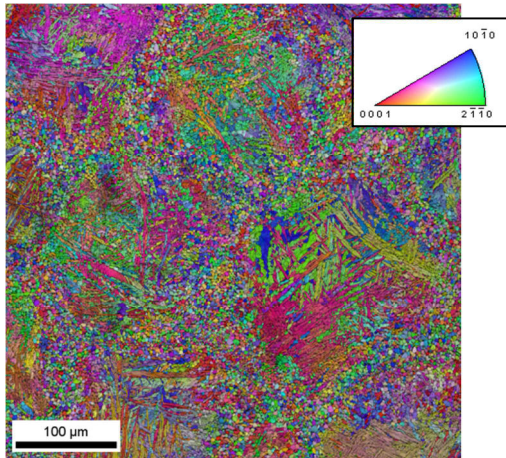


cartographie IQ
grains équiaxes

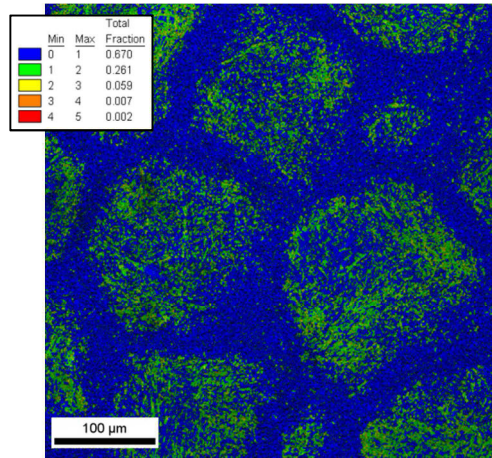


Distribution des désorientations des JDG

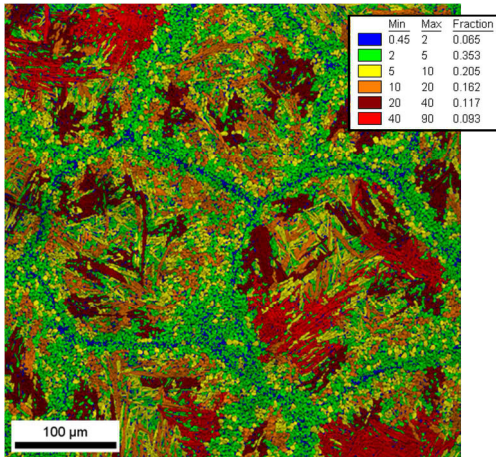
Planche 22 : caractérisation EBSD de l'état initial du Ta6v harmonique



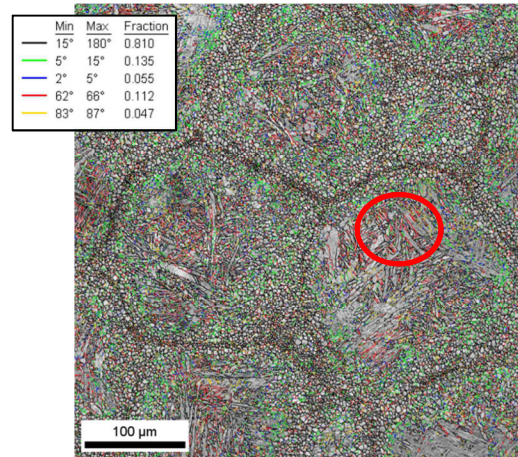
cartographie IPF



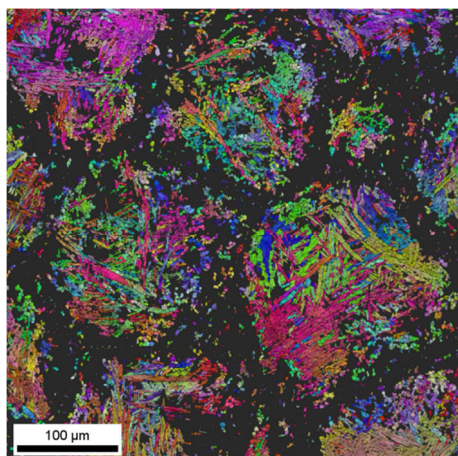
cartographie KAM



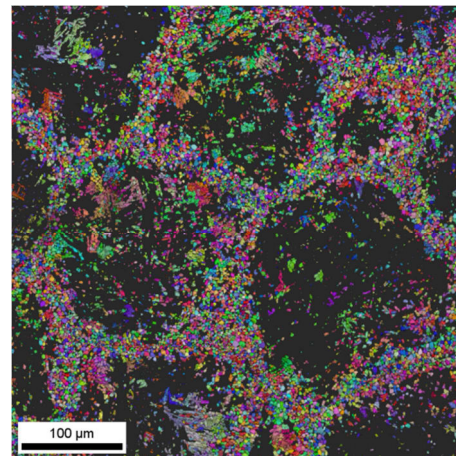
cartographie des grains



cartographie des JDG



Cartographie IPF du core



Cartographie IPF du shell

4.2 Essais de cisaillement monotone

4.2.1 Caractérisation du comportement mécanique

Des essais de cisaillement monotone jusqu'à rupture de l'éprouvette ont été réalisés sur les structures harmoniques et conventionnelles. La figure 48 présente l'évolution de la contrainte de cisaillement τ (en MPa) en fonction de la déformation totale γ (en %) (fig. 48a) et l'évolution de la contrainte σ (en MPa) en fonction de la déformation ε (en %) (fig. 48b).

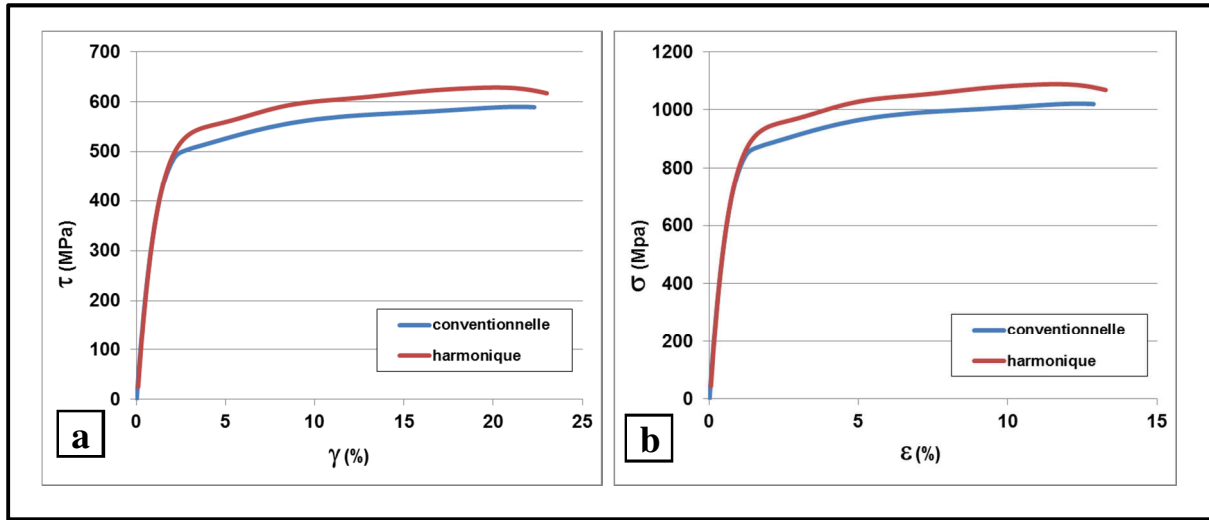


Figure 48 : Essai de cisaillement monotone TA6V

L'analyse du comportement mécanique des deux alliages indique que la structure harmonique permet un léger gain de la résistance à la rupture. Elle affiche une valeur de résistance à la rupture (notée σ_{\max_h}) de 1088 MPa pour une limite d'élasticité (notée τ_{elast_h}) estimée à 400 MPa tandis que la structure conventionnelle atteint 1021 MPa en résistance à la rupture (notée τ_{\max_c}) pour une limite d'élasticité (notée τ_{elast_c}) de 550 MPa. La structure harmonique subit un écrouissage plus important puisque le durcissement est estimé à 688 MPa ($\tau_{\max_h} - \tau_{\text{elast}_h}$). Il est estimé à seulement de 471 MPa ($\tau_{\max_c} - \tau_{\text{elast}_c}$) pour la structure conventionnelle.

L'essai de cisaillement simple révèle que les deux matériaux possèdent la même ductilité. La structure conventionnelle et la structure harmonique ont atteint respectivement une déformation ε de 12,8% et 13,2%. Le module de Young du matériau harmonique évalué à 115 GPa, indique que les deux matériaux possèdent une rigidité proche voire identique, en effet la structure conventionnelle affiche un module de Young de 106 GPa.

4.2.2 Étude de l'écroissage

La figure 49 montre que les deux matériaux présentent une évolution décroissante du taux de durcissement avec la présence d'un palier de durcissement. Le taux de durcissement diminue rapidement au début de l'essai. L'écroissage de la structure harmonique commence plus tôt que celui de la structure conventionnelle. Jusqu'à 2,5% de déformation, on constate une diminution monotone du durcissement, avec un niveau plus élevé pour la structure harmonique, puis entre 2,5% et 7,5% environ, le taux d'écroissage n'évolue pas et reste constant, les deux matériaux "ne durcissent plus". Le palier dépassé, le taux de durcissement diminue lentement. Ce phénomène de décroissance monotone suivie d'une stagnation du taux de durcissement sera interprété au chapitre V.

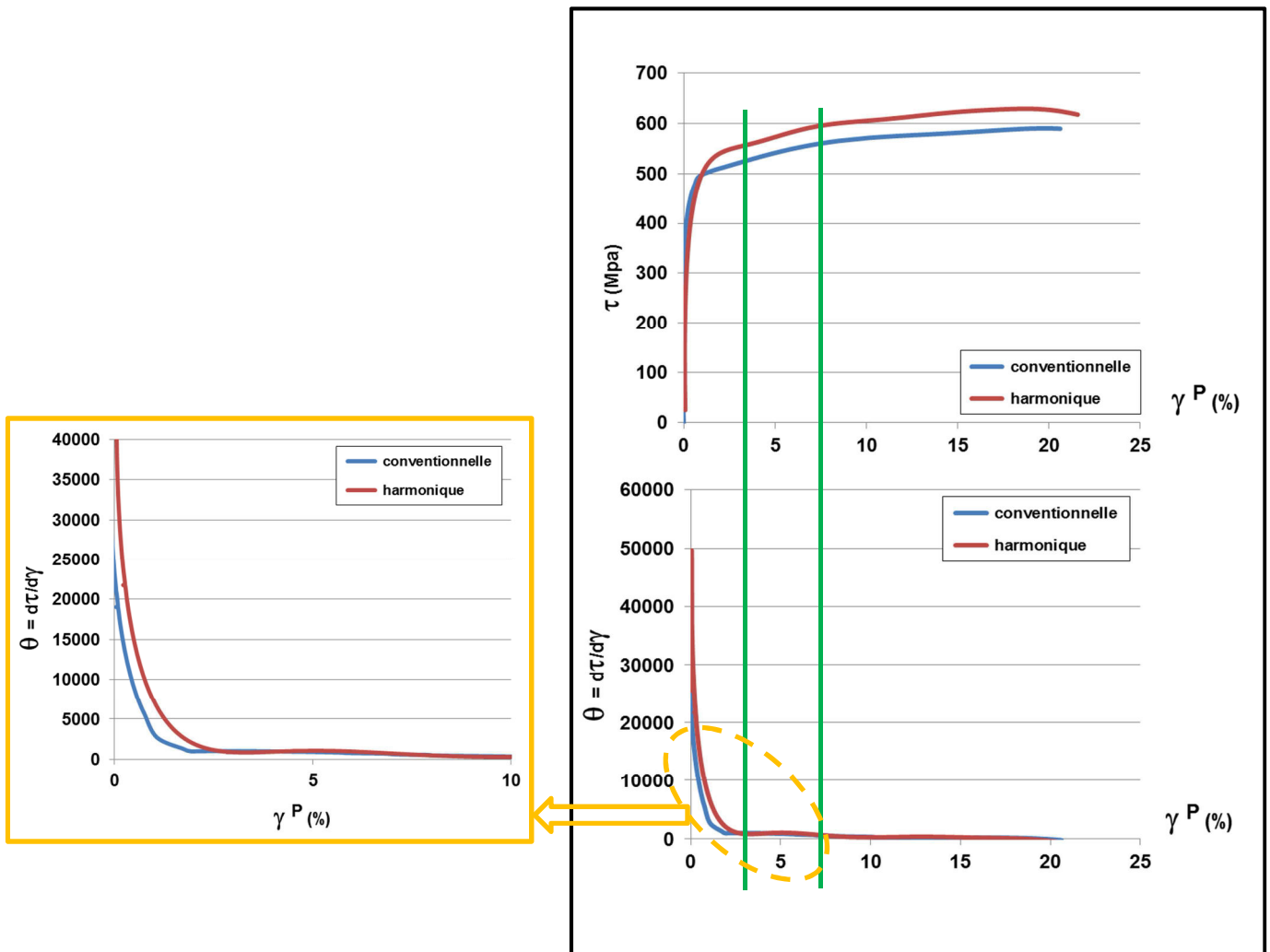


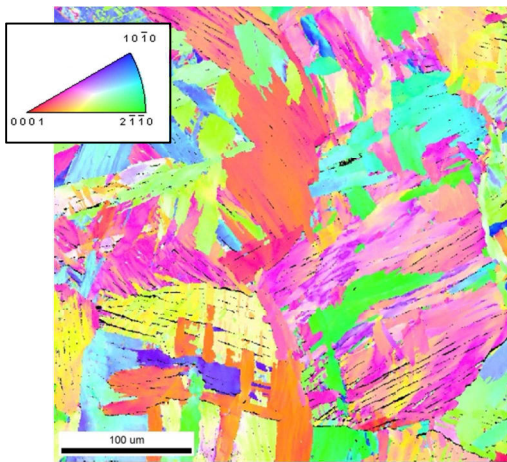
Figure 49 : Évolution du taux d'écroissage TA6V

4.2.3 Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD

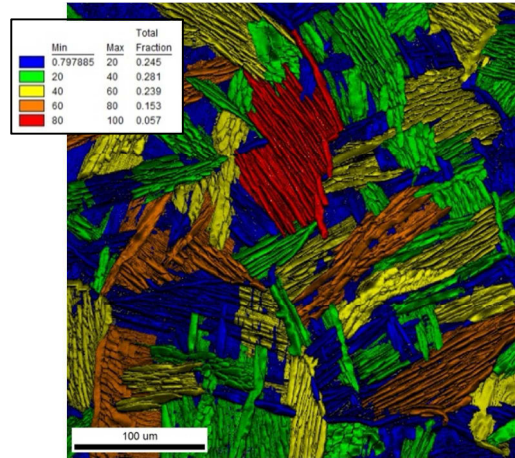
La structure conventionnelle (planche 23) déformée jusqu'à $\epsilon \approx 12,8\%$ ne présente pas d'orientation préférentielle comme l'indique la cartographie IPF. La cartographie des JDG montre essentiellement des LAGB et très peu de macles (1,3% de compression et 1,6% de traction). La structure comporte exclusivement des grains lamellaires et quelques grains équiaxes sont visibles. Au cours de la déformation, il semblerait que des lamelles se soient fragmentées comme visible sur la cartographie IQ. La déformation se répartit de manière homogène dans les lamelles comme l'indique la cartographie KAM.

Sur la structure harmonique, déformée jusqu'à $\epsilon \approx 13,2\%$ (planche 24), le cisaillement monotone a eu pour effet de déformer en priorité le shell et les grains équiaxes du core comme on peut le voir sur la cartographie KAM, les niveaux de déformation γ sont plus élevés. On relève un nombre important de LAGB dans le shell. La configuration core/shell est préservée. On observe dans le core la présence de macles de compression, environ 10%.

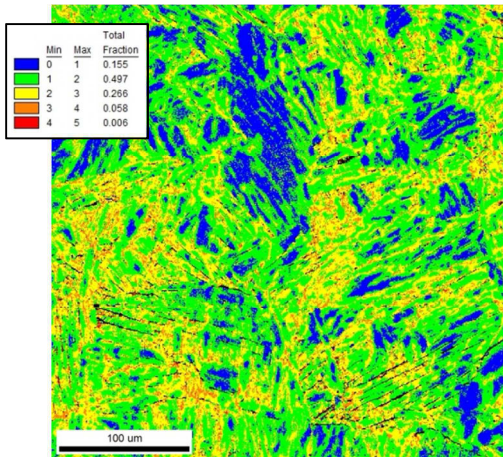
Planche 23 : caractérisation EBSD du TA6V conventionnel après cisaillement simple



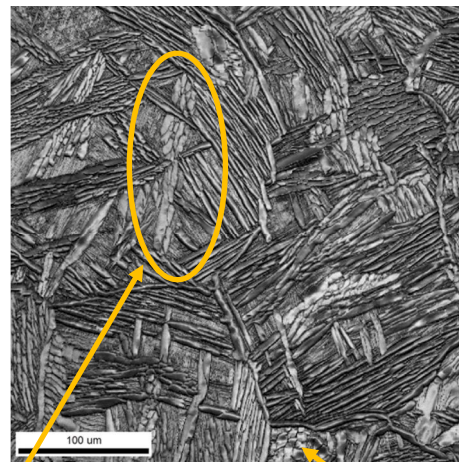
cartographie IPF



cartographie de la taille des grains



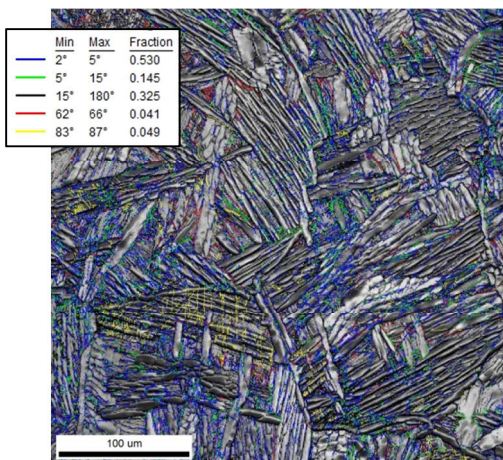
cartographie KAM



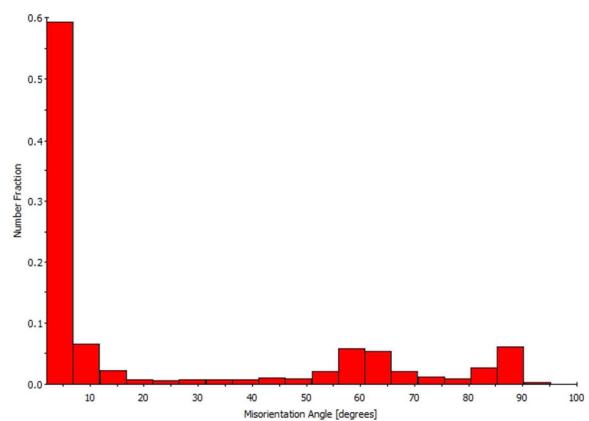
cartographie IQ

lamelles morcelées

grains équiaxes

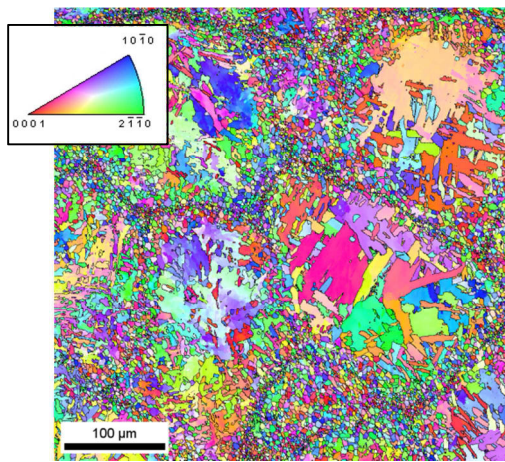


cartographie des JDG

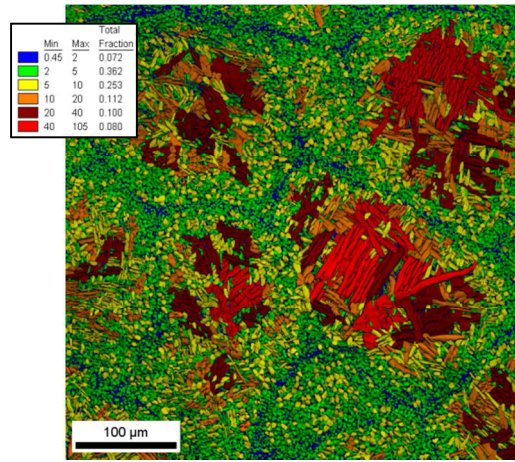


distribution des désorientations des JDG

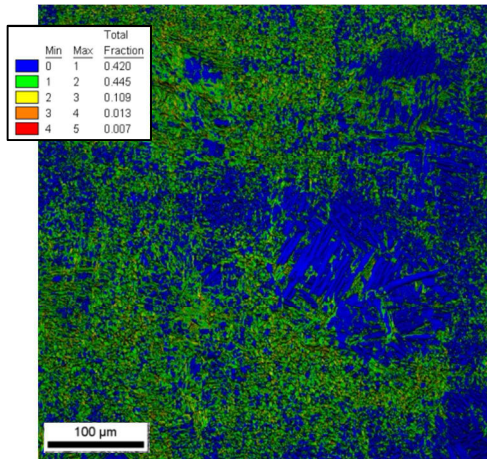
Planche 24 : caractérisation EBSD du TA6V harmonique après cisaillement simple



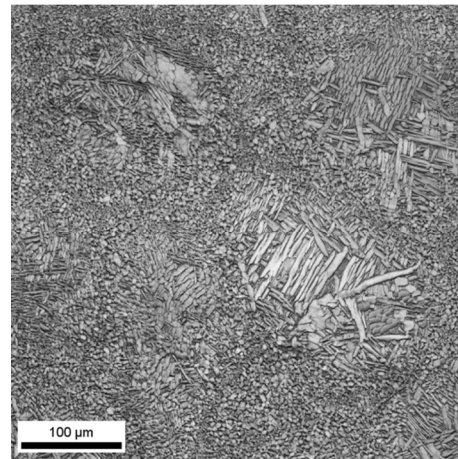
cartographie IPF+IQ



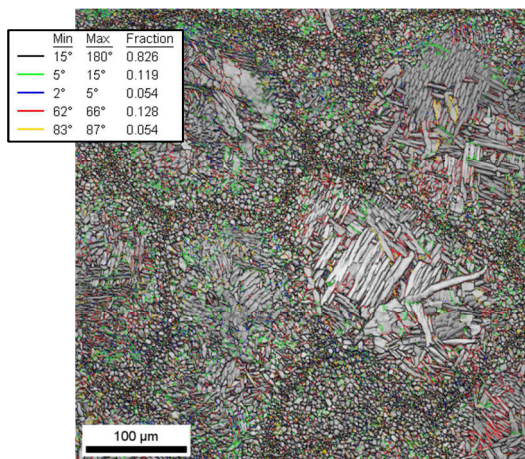
cartographie de la taille des grains



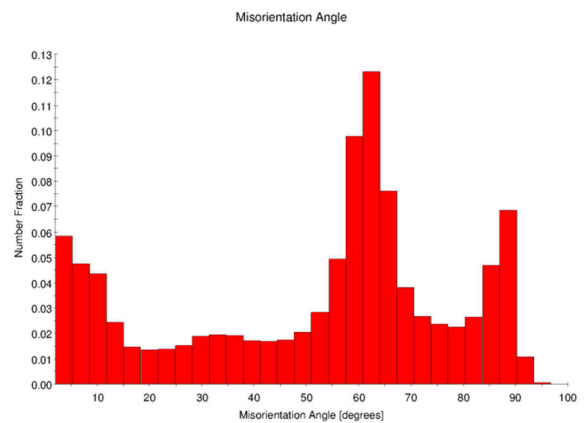
cartographie KAM



cartographie IQ



cartographie des JDG



distribution des désorientations des JDG

4.3 Essais de cisaillement cyclique

4.3.1 Caractérisation du comportement mécanique

Le comportement de la structure conventionnelle est représenté via l'évolution de la contrainte σ (MPa) en fonction de la déformation ε (%) (fig. 50a) et en fonction de la déformation plastique ε^p (%) (fig. 50b), pour des incréments de déformation de +/- 1%. Les résultats pour les incréments de déformation de +/- 2% sont présentés aux figures 51a et 51b. Le comportement du matériau harmonique est quant à lui montré aux figures 53a et 53b pour les incréments de +/- 1% et aux figures 54a et 54b pour les incréments de +/- 2%.

Pour l'amplitude +/-1%, l'échantillon IP a subi environ 5,5 cycles correspondant à une déformation ε cumulée de 34,5% (γ cumulée ≈ 60 %), tandis que l'échantillon MM a rompu au 7e cycle, soit à une déformation ε cumulée de 60,6 % (γ cumulée ≈ 105 %). Pour l'amplitude +/- 2%, les deux structures ont supporté un peu plus que 3 cycles, ce qui représente une déformation ε cumulée de 27,7% (γ cumulée ≈ 48 %) pour l'échantillon IP et une déformation ε cumulée de 32% (γ cumulée ≈ 56 %) pour l'échantillon MM.

Les courbes obtenues à l'issue de ces essais montrent que les deux structures présentent une évolution homothétique des enveloppes centrées à l'origine. Quelle que soit l'amplitude de sollicitation (+/- 1% ou +/- 2%), les deux matériaux subissent un écrouissage cyclique. Ces résultats indiquent que la structure harmonique, contrairement aux observations faites sur le Ti pur et le TNZ, est plus ductile en sollicitation cyclique, au contraire de la structure conventionnelle, tout en étant plus résistante (figures 56 et 57).

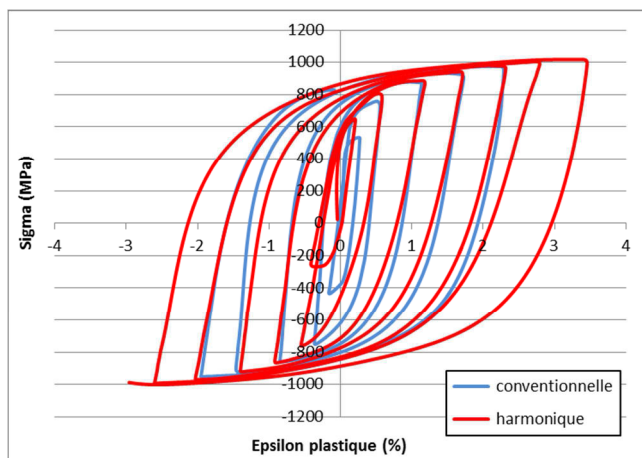


Figure 56: Superposition des essais cycliques amplitude +/-1%

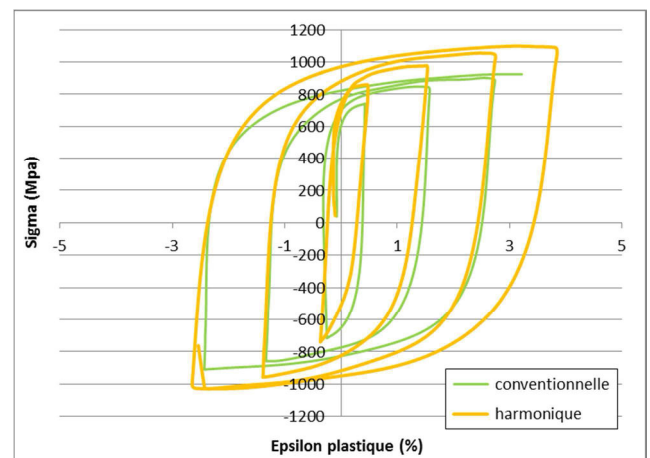
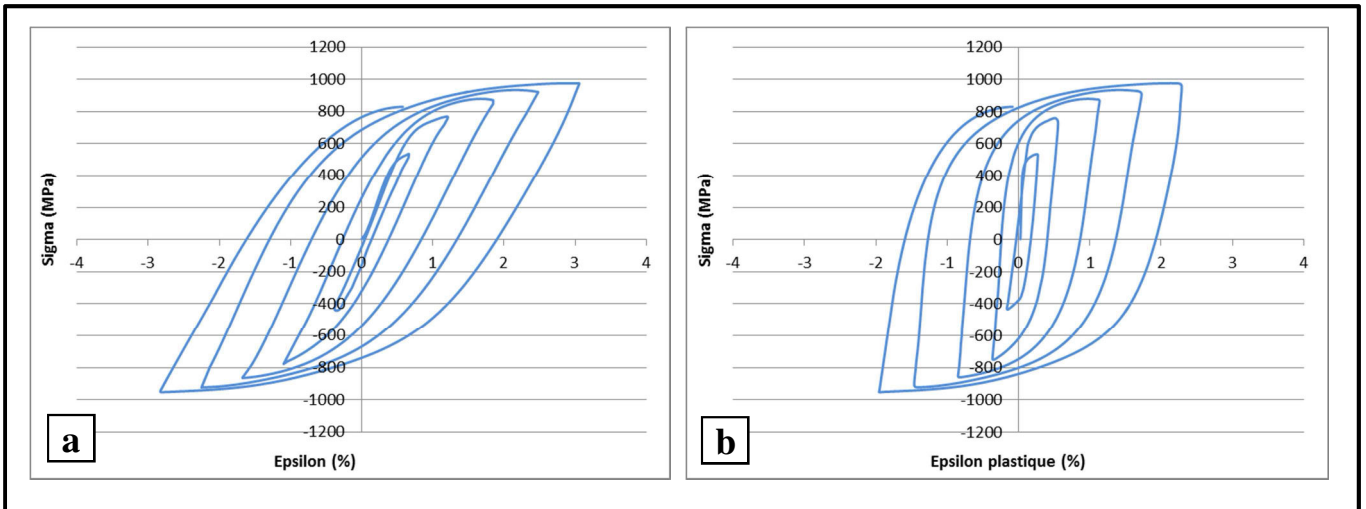
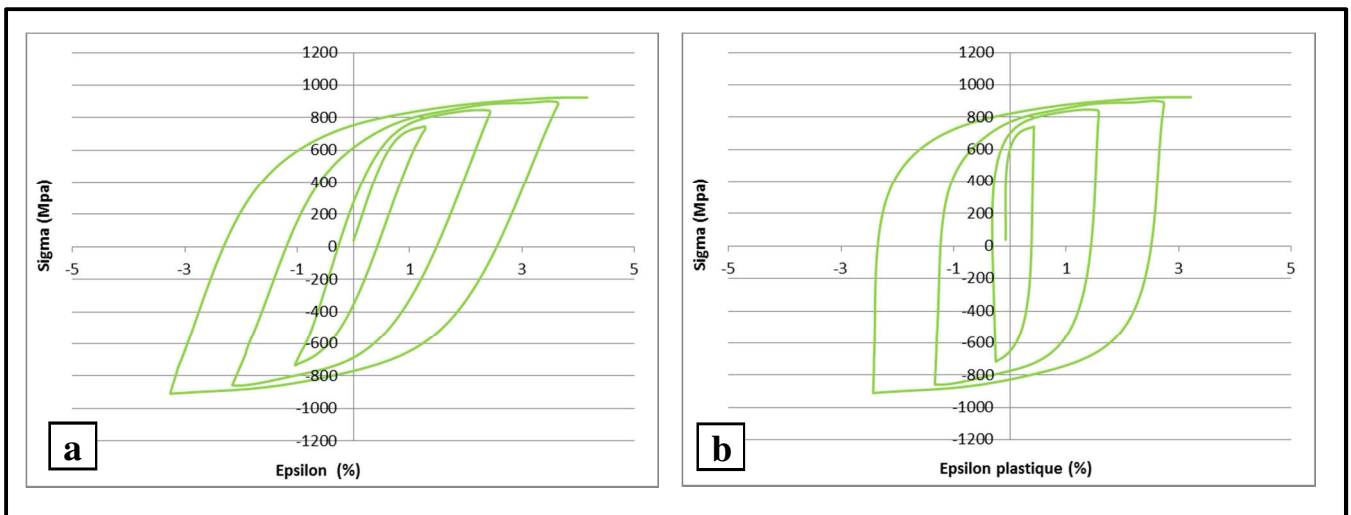


Figure 57: Superposition des essais cycliques amplitude +/-1%



Figures 50a et 50b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau conventionnel IP**, amplitude +/-1%



Figures 51a et 51b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau conventionnel IP**, amplitude +/-2%

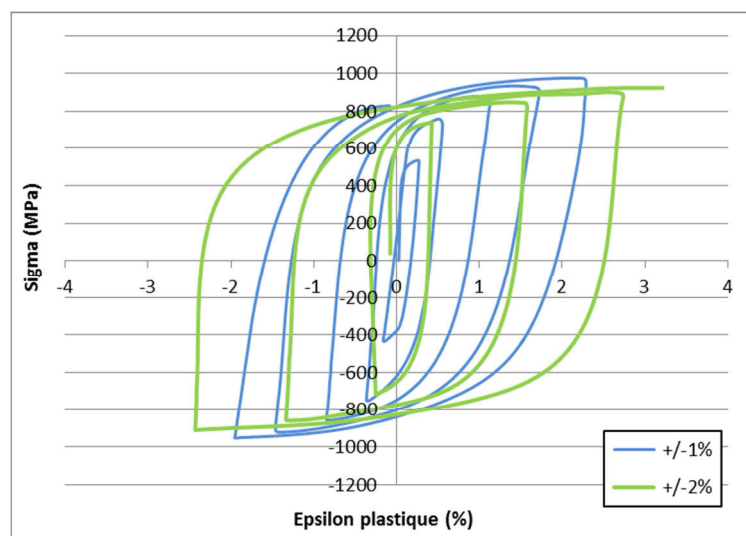
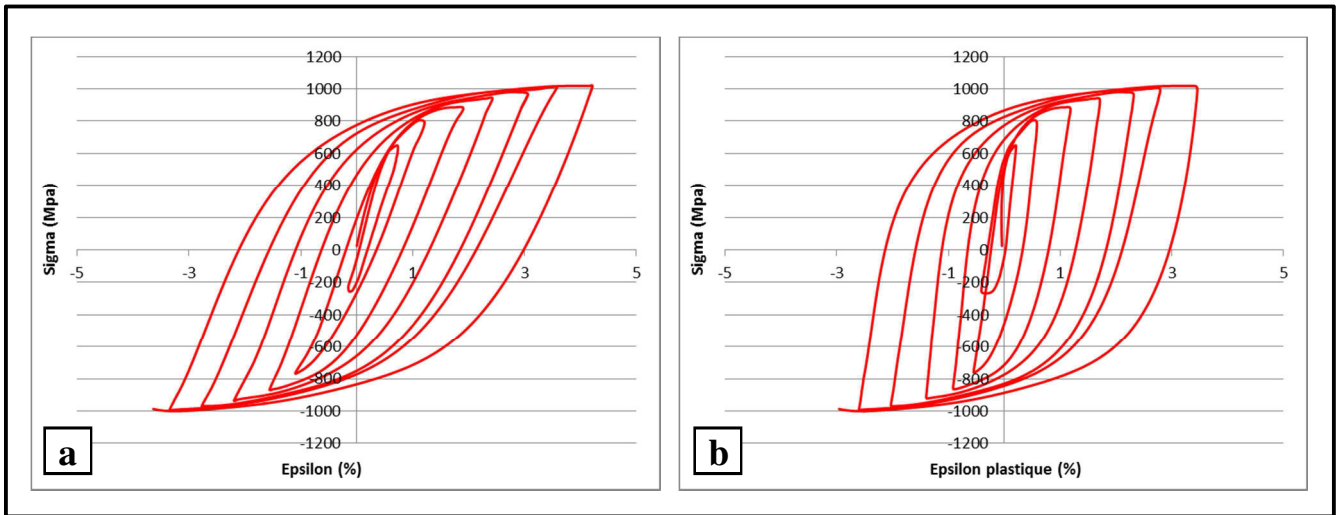
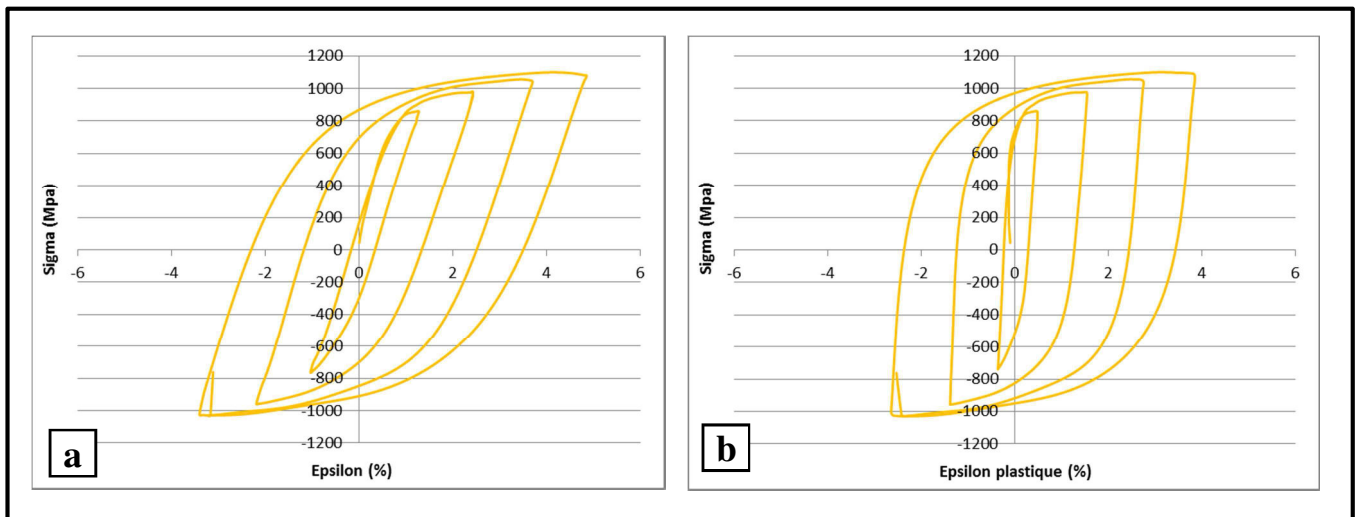


Figure 52: Superposition des essais cycliques, **matériau conventionnel IP** amplitude +/- 1% versus amplitude +/-2%



Figures 53a et 53b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau harmonique MM**, amplitude +/-1%



Figures 54a et 54b : Essai de cisaillement cyclique, **matériau harmonique MM**, amplitude +/-2%

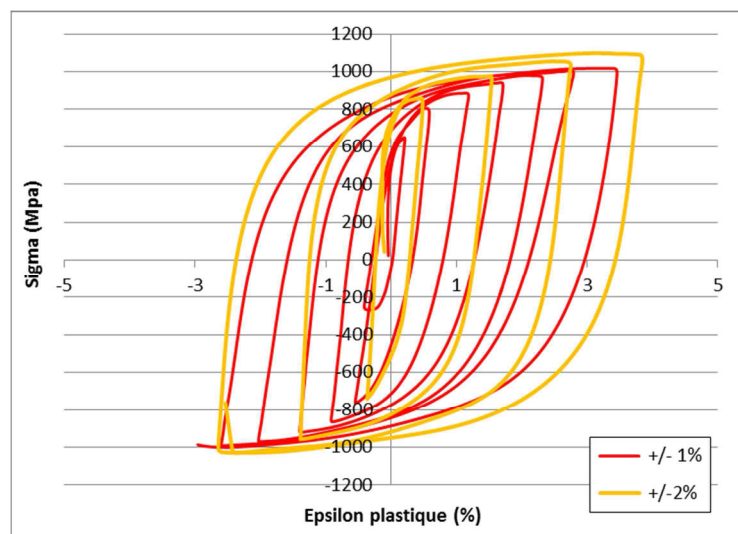


Figure 55: Superposition des essais cycliques, **matériau harmonique MM** amplitude +/- 1% versus amplitude +/-2%

En superposant, pour chaque matériau, les courbes obtenues aux deux amplitudes, on remarque que les cycles ne s'imbriquent pas correctement comme on a pu le voir pour le Ti pur et le TNZ. En effet, les segments (montée ou de descente) présentent des "pentes élastiques" ayant un coefficient directeur différent, comportement visible sur les figures 52 et 55. On peut supposer que le TA6V est sensible à l'amplitude des sollicitations et que donc son comportement est lié au niveau de déformation «déjà vue» par le matériau. Ce phénomène est plus marqué pour la structure harmonique.

Autre preuve que le TA6V réagit à son histoire thermomécanique, les niveaux de contraintes sont différents selon les amplitudes. Jusqu'à présent, le Ti pur et le TNZ ont montré des niveaux de contrainte similaires indépendamment de l'amplitude de déformation, les courbes étant superposées. Tandis que pour le TA6V, on note une différence. Pour la structure conventionnelle, la courbe « +/-1% » est plus haute que la courbe « +/-2% », pour la structure harmonique, c'est l'inverse qui se produit (figures 52 et 55). L'érouissage de chaque structure dépend donc de l'amplitude de déformation.

L'examen de l'érouissage des deux structures durant le premier cycle de cisaillement a permis d'identifier un effet Bauschinger visible uniquement sur les courbes de la structure harmonique (figures 58 et 59), ce qui signifie que ce matériau obéit à un érouissage cinématique dès le début de la sollicitation, tandis que le matériau conventionnel est plutôt soumis à un érouissage isotrope. Ces observations seront confirmées lors de l'analyse de la partition des contraintes.

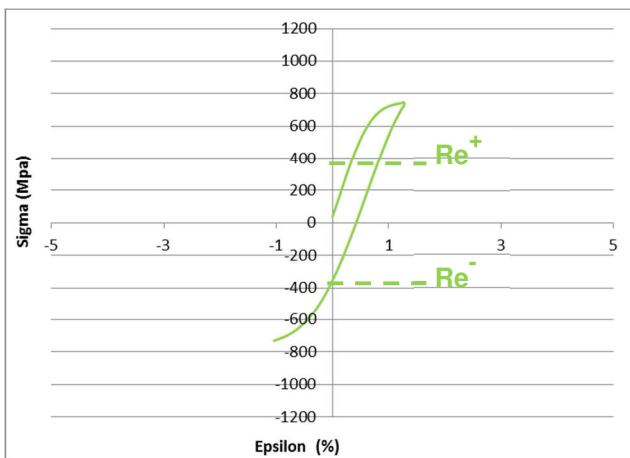


Figure 58 : **Matériau conventionnelle**, amplitude +/- 2%, absence d'effet Bauschinger ($Re^+ = Re^-$)

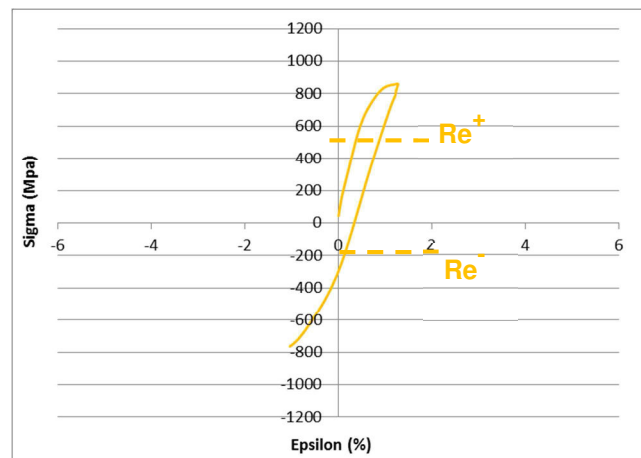


Figure 59 : **Matériau harmonique**, amplitude +/-2%, caractérisation de l'effet Bauschinger ($Re^+ > Re^-$)

4.3.2 Évolution du taux d'écroissage

En comparant l'évolution du taux d'écroissage de la structure conventionnelle (figures 60 et 61) à celui de la structure harmonique (figures 62 et 63), on constate que les deux matériaux présentent un écroissage cyclique. Le faible nombre de cycle ne permet pas de se prononcer avec certitude, mais les deux structures semblent présenter un cycle de saturation qu'on peut deviner sur les figures 61 et 62. Les niveaux d'écroissage atteints par les deux types de structures sont du même ordre de grandeur. Les premiers cycles décrivent une évolution en trois stades déjà identifiée lors de l'étude du Ti pur et du TNZ. Quant aux derniers cycles, ils affichent une décroissance monotone.

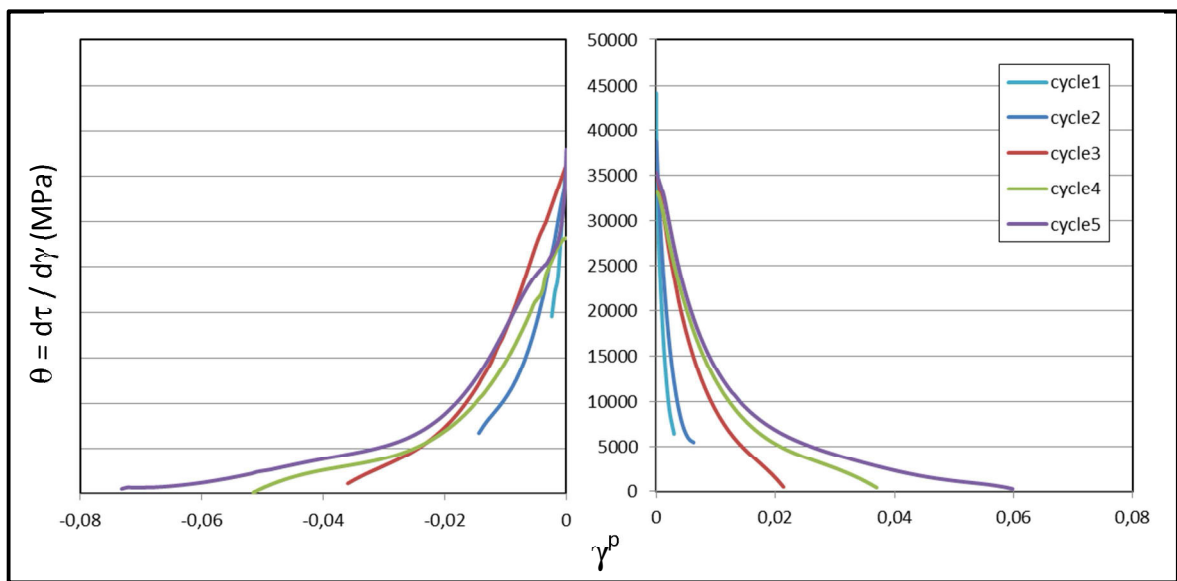


Figure 60: Évolution du taux d'écroissage, **matériau conventionnel**, essais cycliques, amplitude +/-1%

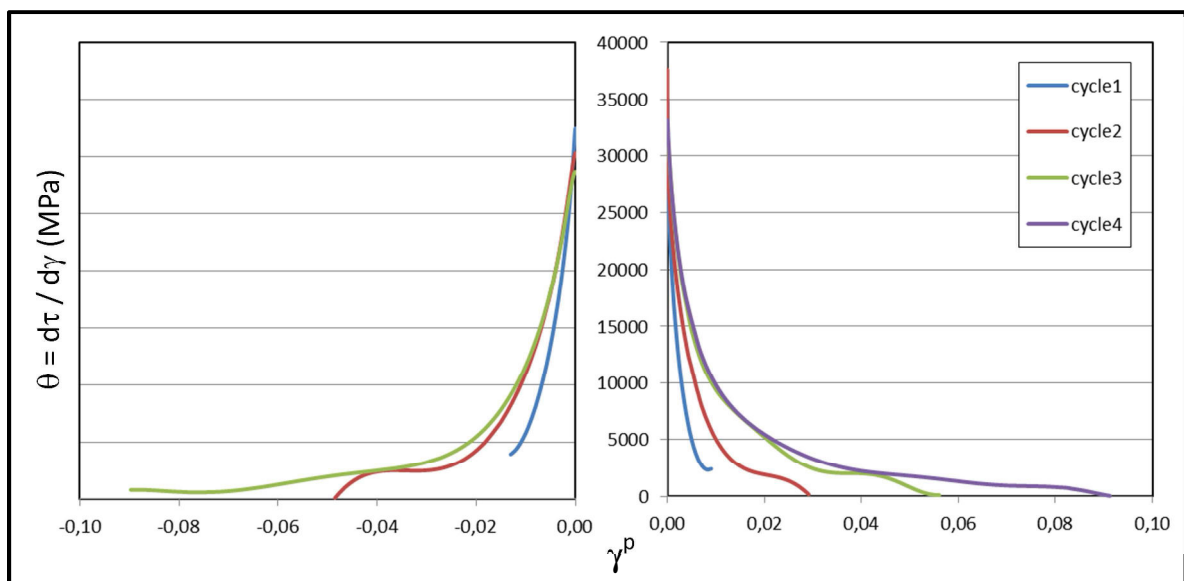


Figure 61: Évolution du taux d'écroissage, **matériau conventionnel**, essais cycliques, amplitude +/-2%

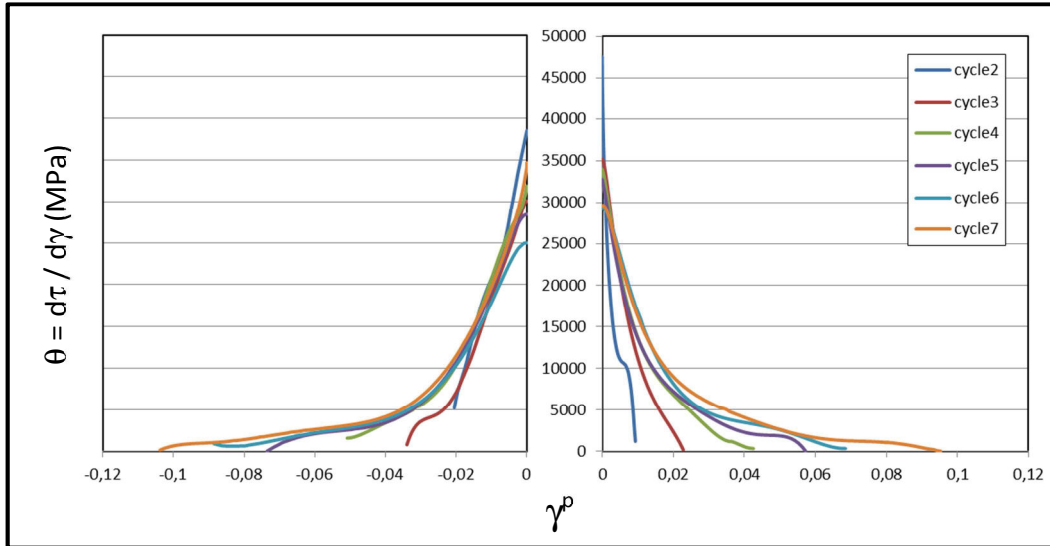


Figure 62: Évolution du taux d'érouissage, **matériau harmonique**, essais cycliques, amplitude +/-1%

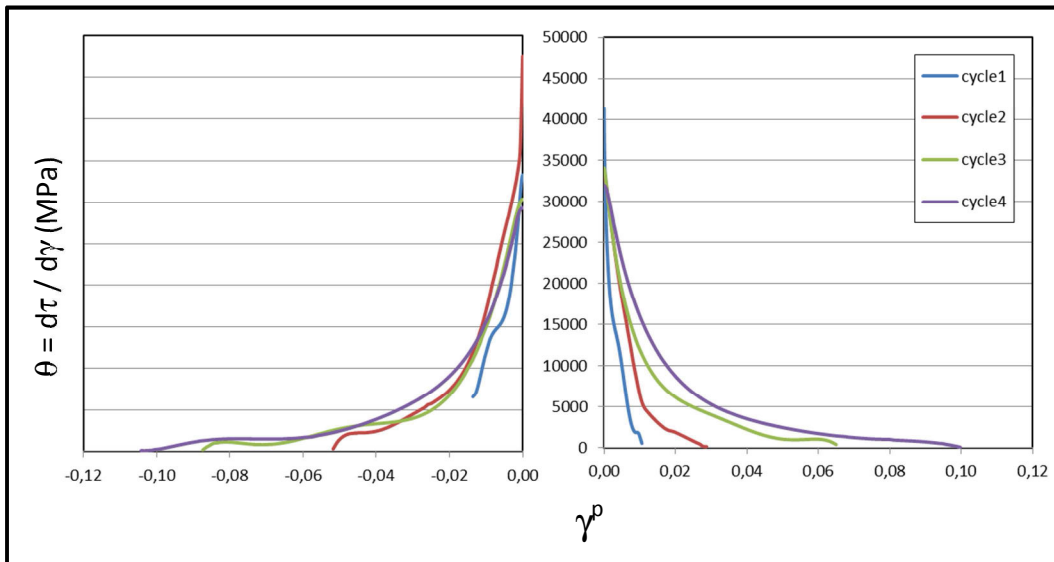
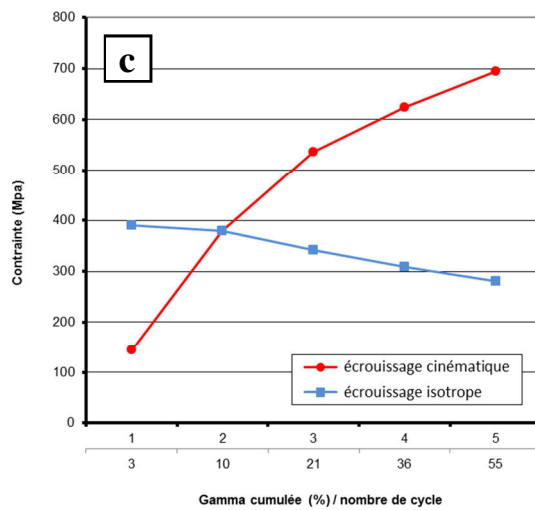
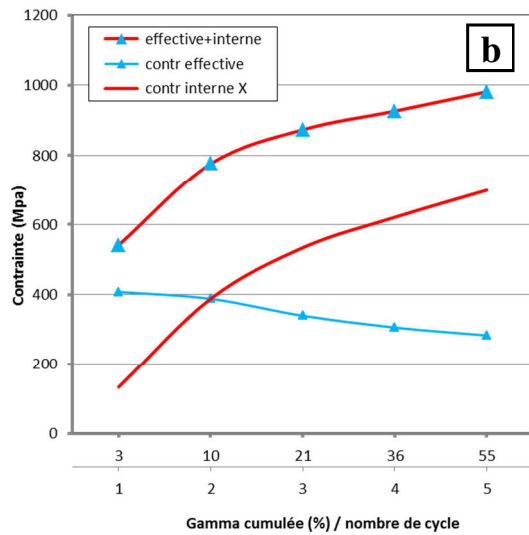
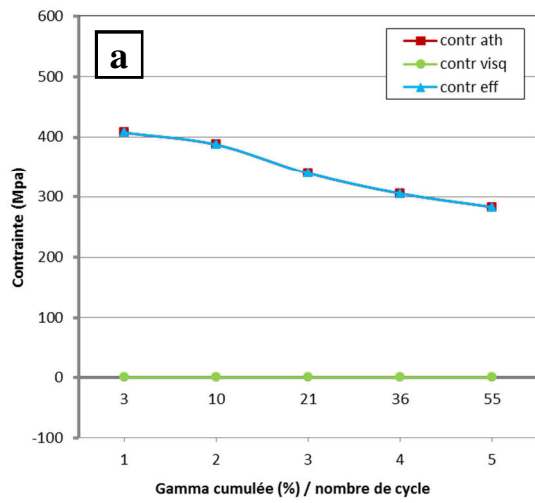


Figure 63: Évolution du taux d'érouissage, **matériau harmonique**, essais cycliques, amplitude +/-2%

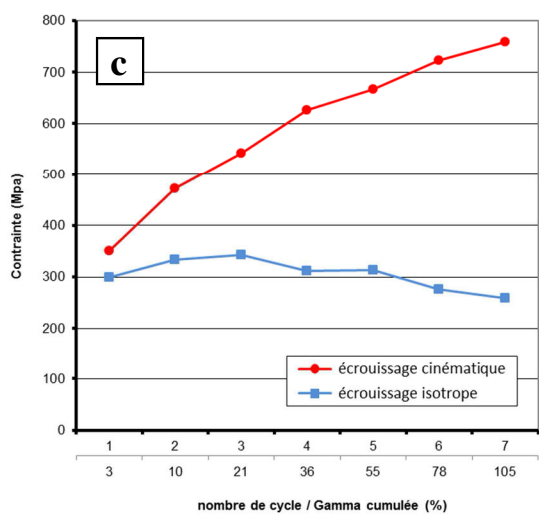
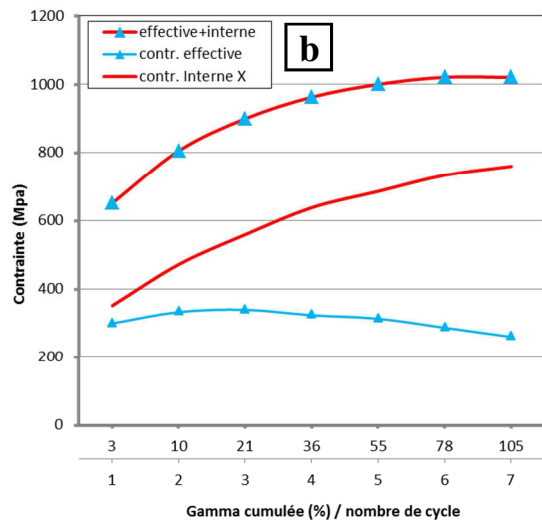
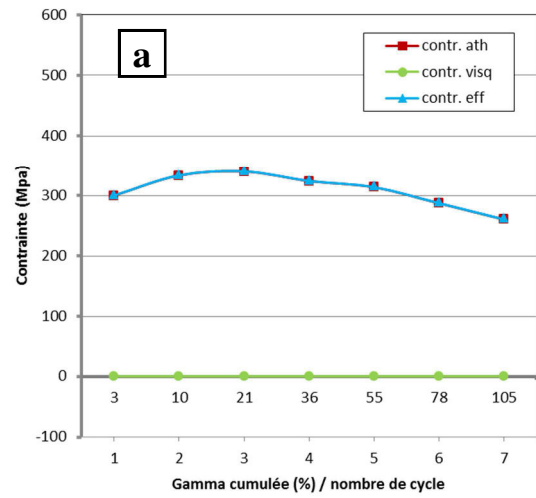
4.3.3 Partition des contraintes

Une vision d'ensemble de la partition des contraintes permet de dire que pour une amplitude de déformation identique (+/-1% ou à +/- 2%), les contraintes observées évoluent dans le même sens et dans les mêmes proportions. Concernant l'érouissage, il suit également les mêmes tendances d'une structure à une autre. Les planches 25 et 27 présentent les résultats obtenus pour le matériau conventionnel, les planches 26 et 28 contiennent ceux du matériau harmonique.

**Planche 25 : TA6V conventionnel
essai cyclique, amplitude +/- 1%**



**Planche 26 : TA6V harmonique
essai cyclique, amplitude +/- 1%**

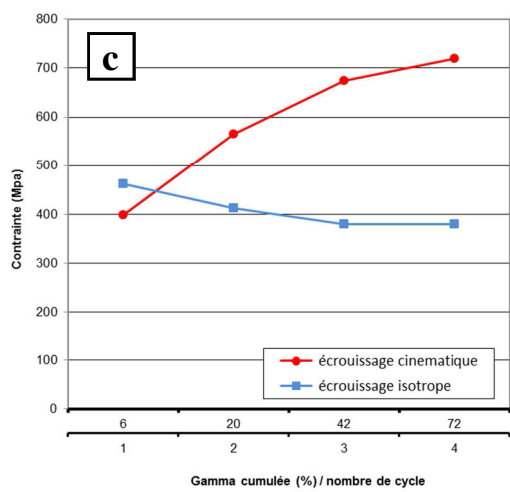
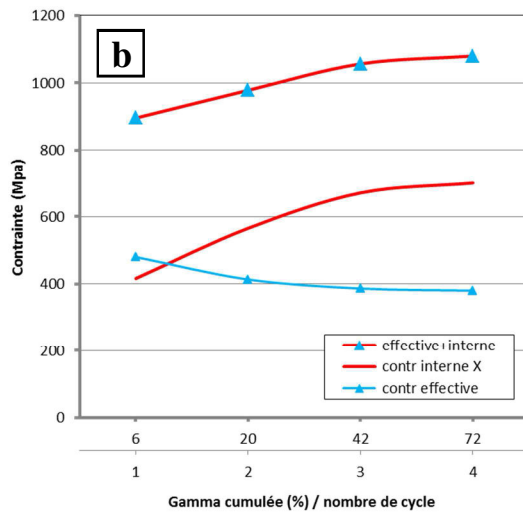
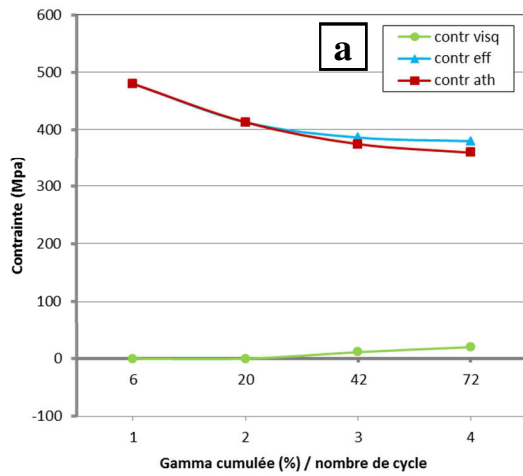


Si on s'intéresse dans un premier temps à l'évolution de la contrainte effective, on relève qu'elle n'est gouvernée que par la contrainte athermique comme le prouvent les planches 25a à 28a, sur lesquelles on constate que la contrainte visqueuse (ou thermique) est nulle (ou très basse). Le type de structure influence l'évolution de la contrainte effective. En effet pour le matériau conventionnel, elle décroît de 100 MPa environ entre le début et la fin de l'essai pour et ceci pour les deux amplitudes de déformation. Tandis que pour le matériau harmonique, la décroissance est plus lente et n'est que de l'ordre de 20 MPa. L'évolution de cette contrainte semble indiquer que les dislocations ne sont pas soumises à des interactions à courte distance, leur mobilité est donc provoquée par d'autres mécanismes.

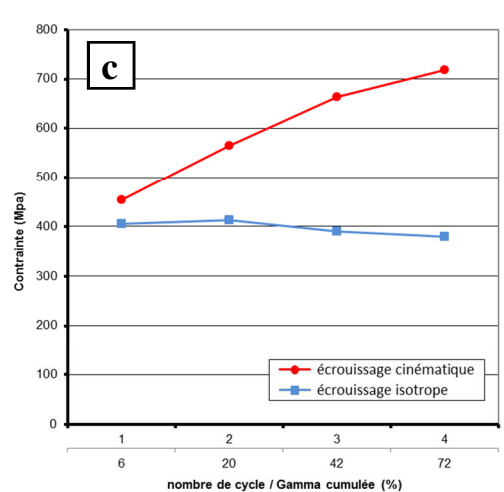
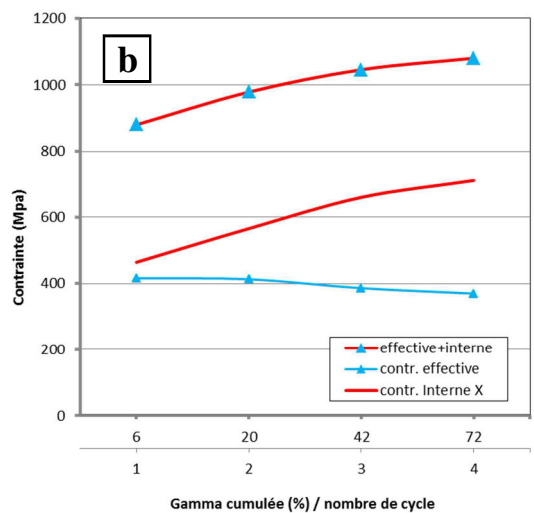
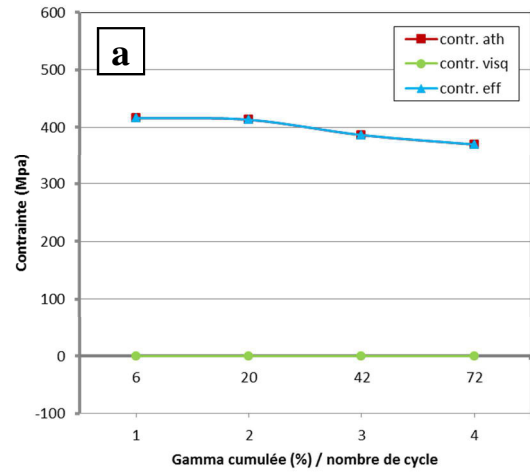
L'évolution de la contrainte macroscopique permet de préciser les choses. Effectivement, les planches 25b à 28b désignent la contrainte interne (ou back-stress) comme étant à l'origine du durcissement. On y voit clairement que la contrainte macroscopique est pilotée par le back-stress puisqu'elle suit la même tendance, à savoir une croissance tout le temps que dure la sollicitation. On peut noter que la progression de la contrainte macroscopique est dépendante de l'amplitude de déformation. Elle est plus importante pour l'amplitude +/- 1% et est de l'ordre de 400 MPa, tandis que pour l'amplitude +/- 2% elle n'est que de 200MPa. Finalement, le niveau de contrainte atteint pour les deux structures et pour les deux amplitudes est de 1000 MPa environ. On peut remarquer que les contraintes macroscopiques du Ti pur et du TNZ n'ont pas présenté de dépendance à l'amplitude de déformation.

Concernant le back-stress, on sait à présent qu'il pilote la contrainte macroscopique et que le durcissement des structures est surtout lié à des interactions à longue portée. La contrainte effective contribue également au durcissement des matériaux au vu de sa valeur comprise entre 300 MPa et 400 MPa selon le cas. Le comportement de la structure harmonique, quelle que soit l'amplitude de sollicitation, est gouverné dès le début de l'essai par le back-stress. Pour les deux amplitudes +/-1% et +/-2%, la structure conventionnelle est d'abord guidée par la contrainte effective jusqu'à une déformation γ cumulée d'environ 10% (ϵ cumulée $\approx 5,7\%$) puis la contrainte interne devient prépondérante jusqu'à la fin de l'essai. Le rôle du back-stress tel que décrit ici, confirme les observations faites lors de l'analyse des courbes de cisaillement et valide la présence ou non d'un effet Bauschinger.

**Planche 27 : TA6V conventionnel
essai cyclique, amplitude +/- 2%**



**Planche 28 : TA6V harmonique
essai cyclique, amplitude +/- 2%**



Les planches 25c à 28c permettent de jauger d'un coup d'œil de la nature de l'érouissage se développant durant le cisaillement cyclique. En accord avec l'analyse précédente, on constate que les deux structures sont soumises à un double érouissage cinématique et isotrope. Par contre c'est bien l'érouissage cinématique qui influence le comportement des deux structures puisqu'il augmente considérablement durant les essais. La progression est plus importante pour l'amplitude +/-1%, de 100 à 700 MPa soit une hausse de 600MPa pour le matériau conventionnel et de 350 à 750 MPA soit une hausse de 400 MPa pour le matériau harmonique. Pour l'amplitude +/-2%, la croissance est respectivement de 300 MPa et de 250 MPa pour le matériau conventionnel et pour le matériau harmonique. L'érouissage isotrope quant à lui, oscille entre des valeurs comprises entre 300 MPa et 400 MPa.

4.3.4 Caractérisation post-mortem des sous-structures de déformation par EBSD

La caractérisation post-mortem du matériau conventionnel qui a été déformé jusqu'à ϵ cumulée $\approx 34,5\%$ (γ cumulée $\approx 60\%$), indique que la structure aciculaire est conservée. Les cartographies sont présentées sur la planche 29. La cartographie IPF ne montre pas d'orientation préférentielle. La cartographie KAM révèle que la déformation est homogène, les lamelles les plus grosses présentent un niveau plus élevé de déformation, dans lesquelles sont localisées un grand nombre de LAGB ainsi que des macles de compression à hauteur de 8,7%.

Sur la planche 30, on peut voir les cartographies obtenues pour le matériau harmonique qui a été déformé à une valeur de ϵ cumulée $\approx 60,4\%$ (γ cumulée $\approx 105\%$). Première constatation, la configuration core/shell est préservée comme on peut le vérifier sur la cartographie IPF. On remarque que la déformation est plus élevée dans le core que dans le shell et plus précisément dans les lamelles constituant le core. On distingue toujours une combinaison de grains lamellaires et équiaxes dans le core. L'échantillon présente une texture aléatoire. On retrouve une distribution importante de LAGB dans le core, tout comme la formation de quelques macles, essentiellement de compression (6%).

Planche 29 : caractérisation EBSD post-mortem du TA6V conventionnel, cisaillement cyclique +1/-1

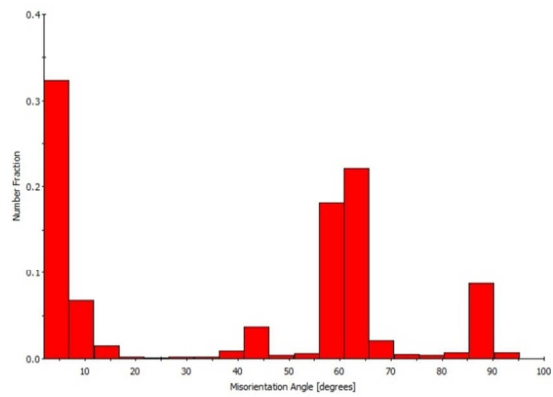
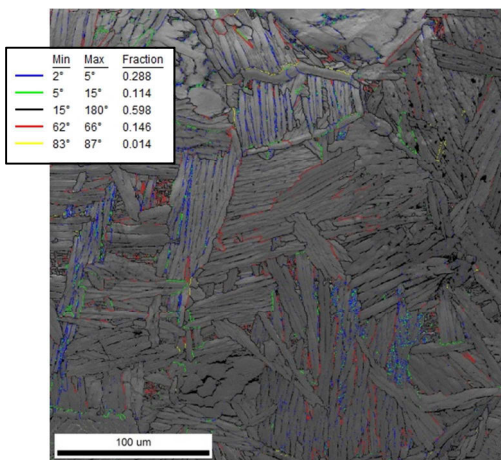
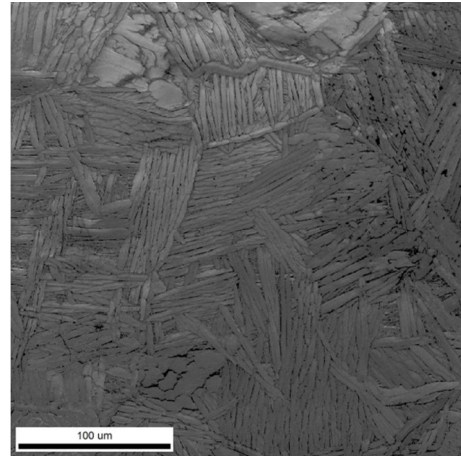
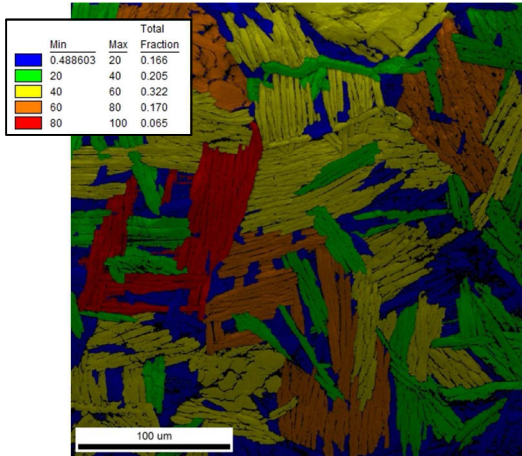
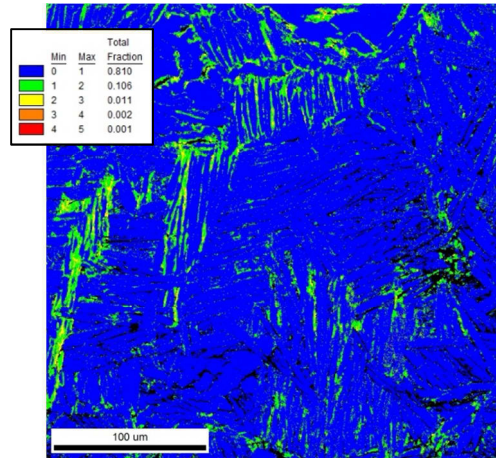
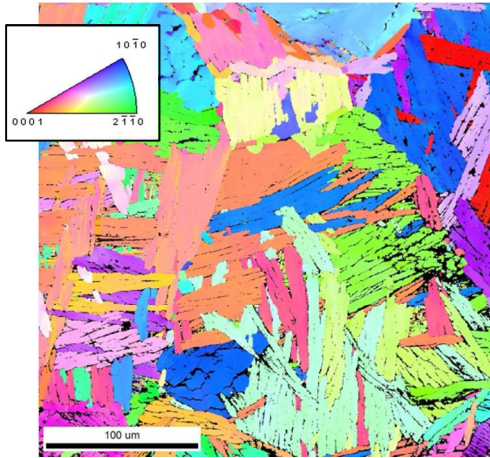
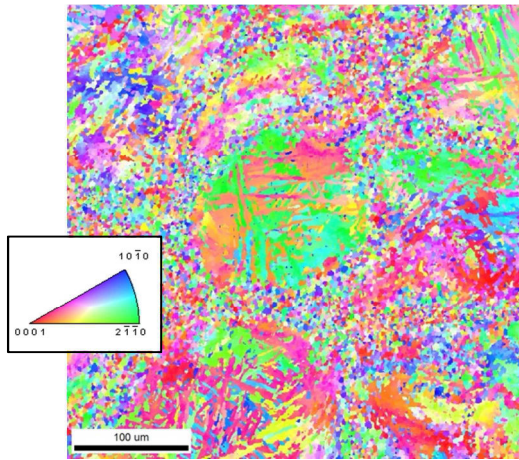
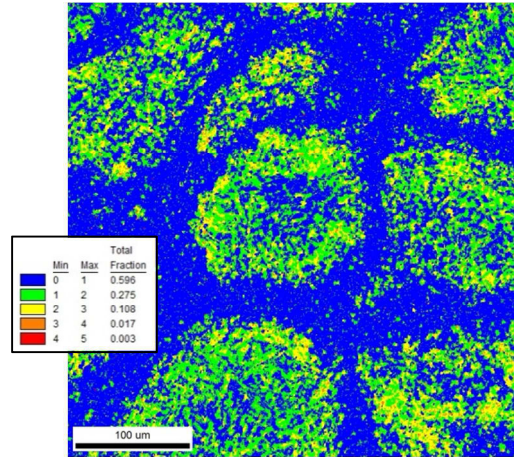


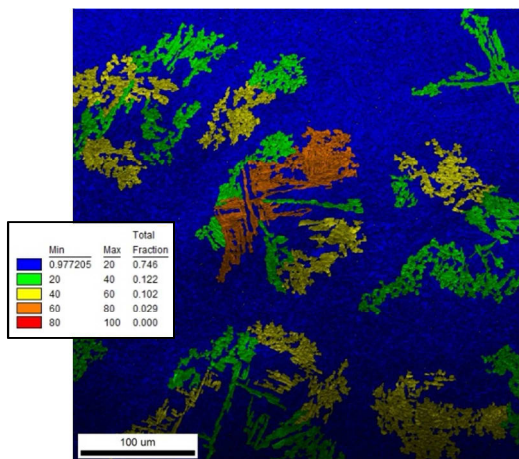
Planche 30 : caractérisation EBSD post-mortem du TA6V harmonique, cisaillement cyclique +1/-1



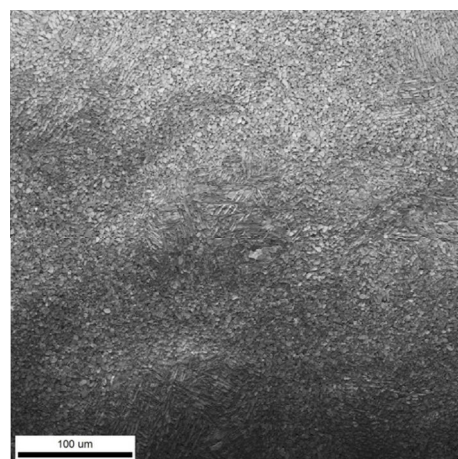
cartographie IPF



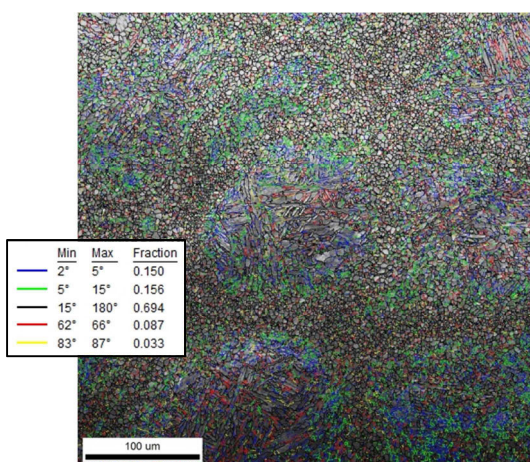
cartographie KAM



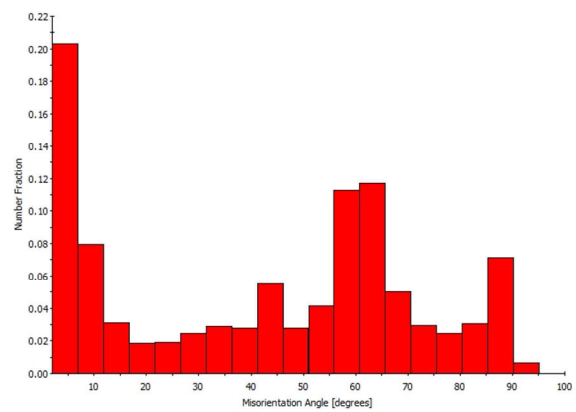
cartographie de la taille des grains



cartographie IQ



cartographie des JDG



distribution des désorientations des JDG

4.4 Conclusion

Les essais de cisaillement réalisés sur le TA6V ont montré que les deux structures sont sensibles à l'amplitude des cycles de cisaillement et que les phénomènes à l'origine de leur écrouissage sont similaires. Un récapitulatif des propriétés et des performances des deux matériaux est présenté dans les tableaux suivants.

cisaillement monotone						
matériaux	G (GPa)	E (GPa)	Re (MPa)	Re _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	ε max (%)
conventionnel	40	106	550	900	1021	12,8
harmonique	43	115	400	750	1088	13,2

Tableau 8 : Propriétés mécaniques du TA6V IP et MM

matériau	cisaillement cyclique, amplitude +/- 1%			cisaillement cyclique, amplitude +/- 2%		
	nbre de cycles	γ cumulée (%)	ε cumulée (%)	nbre de cycles	γ cumulée (%)	ε cumulée (%)
conventionnel	≈ 5,5	60	34,5	≈ 3,5	48	27,7
harmonique	7	105	60,6	≈ 3,5	56	32

Tableau 9 : Performances du TA6V IP et MM

Les essais de cisaillement monotone montrent que les deux structures possèdent la même ductilité puisque la structure conventionnelle et la structure harmonique atteignent respectivement une déformation ε de 12,8% et 13,2%. Concernant la valeur de résistance à la rupture, la structure harmonique permet d'atteindre un niveau de contrainte un peu plus élevé. Les modules de Young estimés concordent bien avec ceux attendus.

Les essais cycliques dévoilent une évolution homothétique des cycles accompagnée d'un durcissement cyclique. On constate une influence de l'amplitude de déformation, en effet pour la sollicitation +/-1%, les courbes des deux matériaux sont superposées tandis pour la sollicitation +/-2%, le matériau harmonique atteint des niveaux de contrainte plus élevés. De plus si on superpose sur un même graphique, pour une même structure, les courbes obtenues pour les deux amplitudes, on remarque d'une part une différence des pentes élastiques ce qui provoque un décalage des cycles. D'autre part on observe que pour la structure conventionnelle, les niveaux de contrainte des cycles de l'amplitude +/-1% sont supérieurs

aux niveaux de contrainte des cycles de l'amplitude $\pm 2\%$. Pour la structure harmonique, c'est l'inverse qui se produit.

La déformation ϵ cumulée relevée pendant les essais cycliques signifie que la structure harmonique est la plus performante puisqu'elle atteint 60,6% et 32% contre 34,5% et 27,7% pour la structure conventionnelle. De plus, un effet Bauschinger est visible lors de la déformation de la structure harmonique.

L'étude du taux d'écrouissage résultant des essais de cisaillement simple a permis de mettre en évidence un comportement similaire. Pour les deux structures, les courbes décrivent une diminution monotone. Le taux d'écrouissage déterminé à partir des essais cycliques montre là encore des points communs. Le durcissement cyclique observé précédemment est confirmé. Les tracés montrent que le taux d'écrouissage peut suivre soit une décroissance monotone soit présenter une évolution en trois stades comme déjà observée pour le Ti pur et le TNZ.

L'analyse en termes de partition des contraintes indique que, pour les deux matériaux, la contrainte macroscopique est pilotée par la contrainte interne, la contrainte effective diminue faiblement. Pour cette dernière, seule sa part athermique contribue à son évolution. Concernant l'évolution du durcissement durant les essais cycliques, on constate que, en accord avec les évolutions du back-stress et de la contrainte effective déjà mentionnées, c'est l'écrouissage cinématique, qui ne cesse de progresser, qui guide le comportement macroscopique. L'écrouissage isotrope lui décroît faiblement. Ces constatations laissent supposer que la déformation des deux structures est plutôt due à des interactions à longue portée.

La caractérisation post-mortem du matériau conventionnel indique que la structure lamellaire est conservée. La cartographie KAM montre un niveau plus élevé de déformation dans les lamelles les plus grosses. Les essais ont provoqué la formation de LAGB et ont engendré quelques macles. Pour la structure harmonique, la caractérisation post-mortem par EBSD montre que la morphologie de la structure n'a pas été modifiée par les différents essais de cisaillement. L'essai de cisaillement simple a engendré des déformations plus importantes dans le shell (contenant de nombreux LAGB), contrairement à l'essai de cisaillement cyclique qui a engendré des déformations plus importantes dans le core (contenant de nombreux LAGB). Dans les deux cas, des macles sont localisées dans le core.

Bibliographie du chapitre III

- [1] A. François, D. Pineau, A. et Zaoui, *Comportement Mécanique des Matériaux, volume 1. Hermès, Paris.* 1991.
- [2] X. Feugas, “Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d’endommagement des matériaux. Mémoire d’habilitation à diriger les recherches.” 1999.
- [3] A. A. Salem, S. R. Kalidindi, and R. D. Doherty, “Strain hardening of titanium: role of deformation twinning,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 14, pp. 4225–4237, Aug. 2003.
- [4] X. Feugas, “Tensile and cyclic hardening : Back and effective stresses concepts and their applications. Recent Research and Developments in Materials Science. vol. 4, p. 35-64.” 2003.
- [5] L. Taleb and A. Hauet, “Multiscale experimental investigations about the cyclic behavior of the 304L SS,” *Int. J. Plast.*, vol. 25, no. 7, pp. 1359–1385, Jul. 2009.
- [6] S. Asgari, E. El-Danaf, S.R. Kalidindi and R.D. Doherty, “‘Strain Hardening Regimes and Microstructural Evolution during Large Strain Compression of Low Stacking Fault Energy Fcc Alloys That Form Deformation Twins.’ Metallurgical and Materials Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science) Sept. 1997.”
- [7] P. Xue, B. L. Xiao and Z.Y. Ma, “‘High tensile ductility via enhanced strain hardening in ultrafine-grained Cu,’ Mater. Sci. Eng. A, vol. 532, pp. 106–110, Jan. 2012.”
- [8] R. A. Poggie, A.K. Mishra, J.A. Davidson and P. Kovacs, “Ti-13Nb-13Zr: a new low modulus, high strength, corrosion resistant near-beta alloy for orthopaedic implants, Beta Titanium in the 1990’s, Warrendale: The Minerals, Metals and Materials Society (1993) 61-72.”
- [9] Z. Zhang, S. K. Vajpai, D. Orlov, and K. Ameyama, “Improvement of mechanical properties in SUS304L steel through the control of bimodal microstructure characteristics,” 2014.
- [10] S.K. Vajpai, M. Ota, T. Watanabe and R. Maeda, “The development of high performance Ti-6Al-4V alloy via a unique microstructural design with bimodal grain size distribution,” *Mater. Trans. A*, 2015.
- [11] S.K. Vajpai, M. Ota, Z. Zhang and K. Ameyama, “Three-dimensionally gradient harmonic structure design: an integrated approach for high performance structural materials,” *Mater. Lett.*, p. Three-dim 191-197, 2016.
- [12] S. K. Vajpai, H. Yu, M. Ota, I. Watanabe, G. Dirras and K. Ameyama, “Three-Dimensionally Gradient and Periodic Harmonic Structure for High Performance Advanced Structural Materials,” *Mater. Trans.*, vol. Vol. 57 (2), 2016.
- [13] X. Min, X. Chen, S. Emura, and K. Tsuchiya, “Mechanism of twinning-induced plasticity in beta-type Ti-15Mo alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 69, pp. 393–396, 2013.
- [14] L. Qu *et al.*, “A detwinning process of {3 3 2} twins in beta titanium alloys,” 2013.

- [15] A. Roth, M. A. Lebyodkin, T. A. Lebedkina, J.-S. Lecomte, T. Richeton, and K. E. K. Amouzou, “Mechanisms of anisotropy of mechanical properties of α -titanium in tension conditions,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 596, pp. 236–243, Feb. 2014.
- [16] T. Castany, P., Yang, Y., Bertrand, E., Gloriant, “Reversion of a parent $\{130\}\langle 310\rangle$ α martensitic twinning system at the origin of $\{332\}\langle 113\rangle$ β twins observed in metastable β titanium alloys,” *Phys. Rev. Lett.*, 2016.
- [17] K. Ameyama, “Private communication.”
- [18] M. Marteleur, F. Sun, T. Gloriant, P. Vermaut, P. J. Jacques, and F. Prima, “On the design of new β -metastable titanium alloys with improved work hardening rate thanks to simultaneous TRIP and TWIP effects,” *Scr. Mater.*, vol. 66, no. 10, pp. 749–752, 2012.
- [19] F. Sun, J.Y. Zhang, M. Marteleur, T. Gloriant, P. Vermaut, D. Laillé, P. Castany, C. Cufs, P. J. Jacques, and F. Prima, “Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects,” *Acta Mater.*, vol. 61, no. 17, pp. 6406–6417, Oct. 2013.
- [20] C. Brozek, F. Sun, P. Vermaut, Y. Millet, D. Embury, P. J. Jacques, and F. Prima, “A β -titanium alloy with extra high strain-hardening rate: Design and mechanical properties,” *Scr. Mater.*, vol. 114, pp. 60–64, Mar. 2016.
- [21] Y. Taniguchi, M. Oka, “ $\{332\}$ Deformation Twins in a Ti-15.5 Pct V alloy,” *Met. Mater.*, 1979.
- [22] H. Tobe, H. Y. Kim, T. Inamura, H. Hosoda, and S. Miyazaki, “Origin of $\{332\}$ twinning in metastable β -Ti alloys,” *Acta Mater.*, vol. 64, pp. 345–355, Feb. 2014.
- [23] O. Bouaziz, S. Allain and C. Scott, “Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels,” 2008.

CHAPITRE IV : LAMINAGE À FROID DE LA STRUCTURE HARMONIQUE

Dans ce chapitre, les capacités de mise en forme de l'arrangement core/shell en grande déformation ont été éprouvées au moyen du laminage à froid qui a provoqué l'apparition de fissures. La ténacité de la structure harmonique a été investiguée par le biais de travaux de recherche pris dans la littérature afin d'appréhender la fissuration de ce type de structure.

1 Introduction

En plus des propriétés sous sollicitations quasi statiques, monotones ou cycliques telles que décrites dans les précédents chapitres, le projet HighS-Ti vise également l'utilisation des microstructures harmoniques dans une large gamme d'applications, qui nécessitent non seulement une bonne tenue mécanique, mais également une capacité à être mis en forme, notamment sous sollicitation dynamique [1][2] et en grande déformation par extrusion ou par laminage à froid.

Ce chapitre, assez différent des chapitres précédents, aurait pu être traité sous forme d'annexe. Nous avons choisi cependant d'en faire un chapitre à part entière du manuscrit, en suivant la même démarche/chronologie proposée dans le cadre du projet HighS-Ti, dont la tâche 5 consiste à fabriquer des pièces à partir de la structure harmonique (aspect mise en forme). Nous rappelons ici l'organigramme du projet HighS-Ti (figure 1).

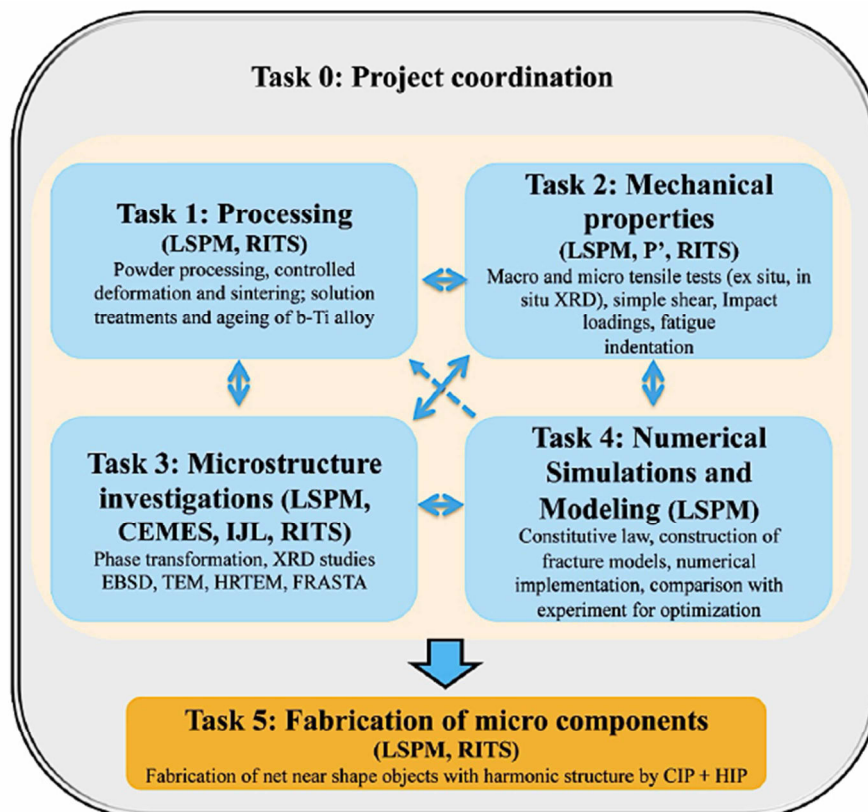


Figure 1 : Organigramme du projet HighS-Ti.

2 Principe du laminage à froid

Le laminage est un procédé de fabrication par déformation plastique. Cette déformation est obtenue par compression continue au passage entre deux cylindres tournant dans des sens opposés (figure 2). Elle est caractérisée par un amincissement et un allongement de la plaque laminée, en effet le mouvement rotatif engendre un effet de compression diminuant continuellement l'épaisseur initiale du matériau.

Au cours du laminage, la déformation du métal se produit essentiellement dans le sens du déplacement de la plaque dont la longueur augmente à chaque passe. Il se produit également un léger élargissement qui dépend entre autres, de l'épaisseur initiale de la plaque, du taux de réduction provoquée par chaque passe, du diamètre des cylindres, de la nature du métal et de la température. Le laminage engendre un gradient de déformation suivant l'épaisseur de la tôle.

Le cisaillement est plus ou moins intense en surface, mais nul à mi-épaisseur de la tôle. Lors du laminage à froid, le matériau voit ses propriétés mécaniques changer, en effet l'écroutissage local augmente la zone de déformation élastique, la limite d'élasticité est alors repoussée et la résistance à la rupture est constante [3] [4].

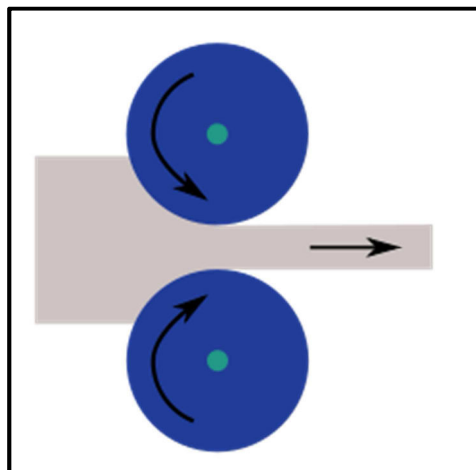


Figure 2 : Principe du laminage : le métal subit une réduction d'épaisseur par écrasement entre les deux cylindres.

3 Déformation de la structure harmonique par laminage

Le laminage a été réalisé au sein du LSPM sur un laminoir Redex de capacité 25 T à une vitesse de rotation des rouleaux de 14 tr/min (figure 3). L'amincissement est obtenu de façon discontinue par passes successives dans le même laminoir dont l'écartement des cylindres est progressivement diminué. Deux échantillons de TA6V, l'un de structure conventionnelle et l'autre de structure harmonique, ont été laminés jusqu'à un taux de déformation de 50%, tous les 10%, un échantillon a été prélevé pour être caractérisé par EBSD. Les dimensions des échantillons sont 20mm de longueur, 15mm de largeur et 3mm d'épaisseur (figure 4).



Figure 3 : Laminoir Redex.

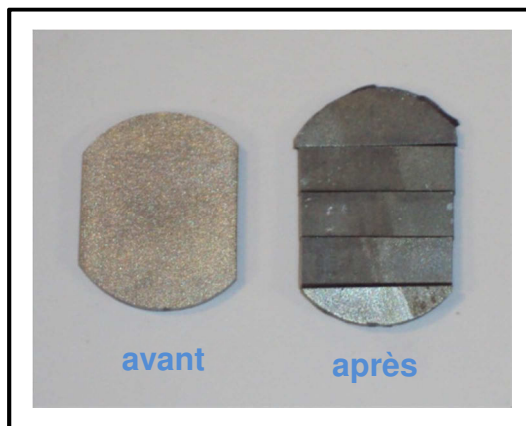


Figure 4 : Échantillons avant et après laminage.

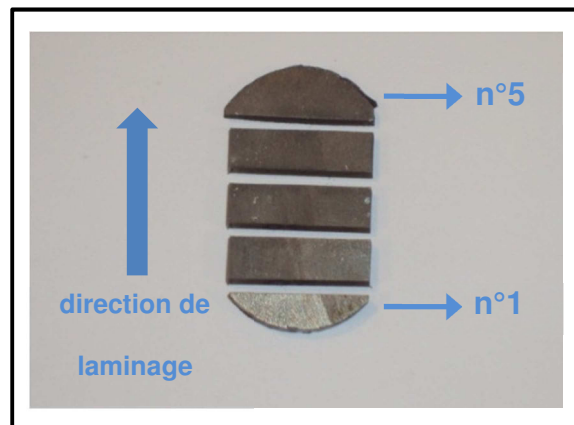


Figure 5 : Échantillons laminés numérotés,

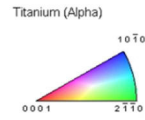
Le massif est d'abord laminé jusqu'à 10%, puis un premier échantillon n°1 est prélevé, ensuite le reste du massif est laminé jusqu'à 20% et un second échantillon n°2 est découpé. Le protocole est répété jusqu'à atteindre un taux de laminage de 50% (figure 5).

4 Caractérisation de la microstructure par EBSD

Les observations sont présentées sur la planche 1 pour la structure conventionnelle et sur la planche 2 pour la structure harmonique. Les zones observées sont prises au hasard sur les échantillons et sont réalisées suivant la direction RD.

La caractérisation EBSD de la structure conventionnelle montre que la déformation est globalement localisée jusqu'à 20% puis par la suite elle s'homogénéise sur l'ensemble des grains (cartographies KAM de la planche 1), tandis que pour la structure harmonique, la déformation est plus homogène et ce n'est qu'au-delà de 20% qu'elle est fortement concentrée dans le shell comme le montrent les cartographies KAM de la planche 2.

Planche 1 : Les cartographies IPF et KAM suivantes présentent l'évolution de la structure conventionnelle durant le laminage.



Min	Max
0	1
1	2
2	3
3	4
4	5

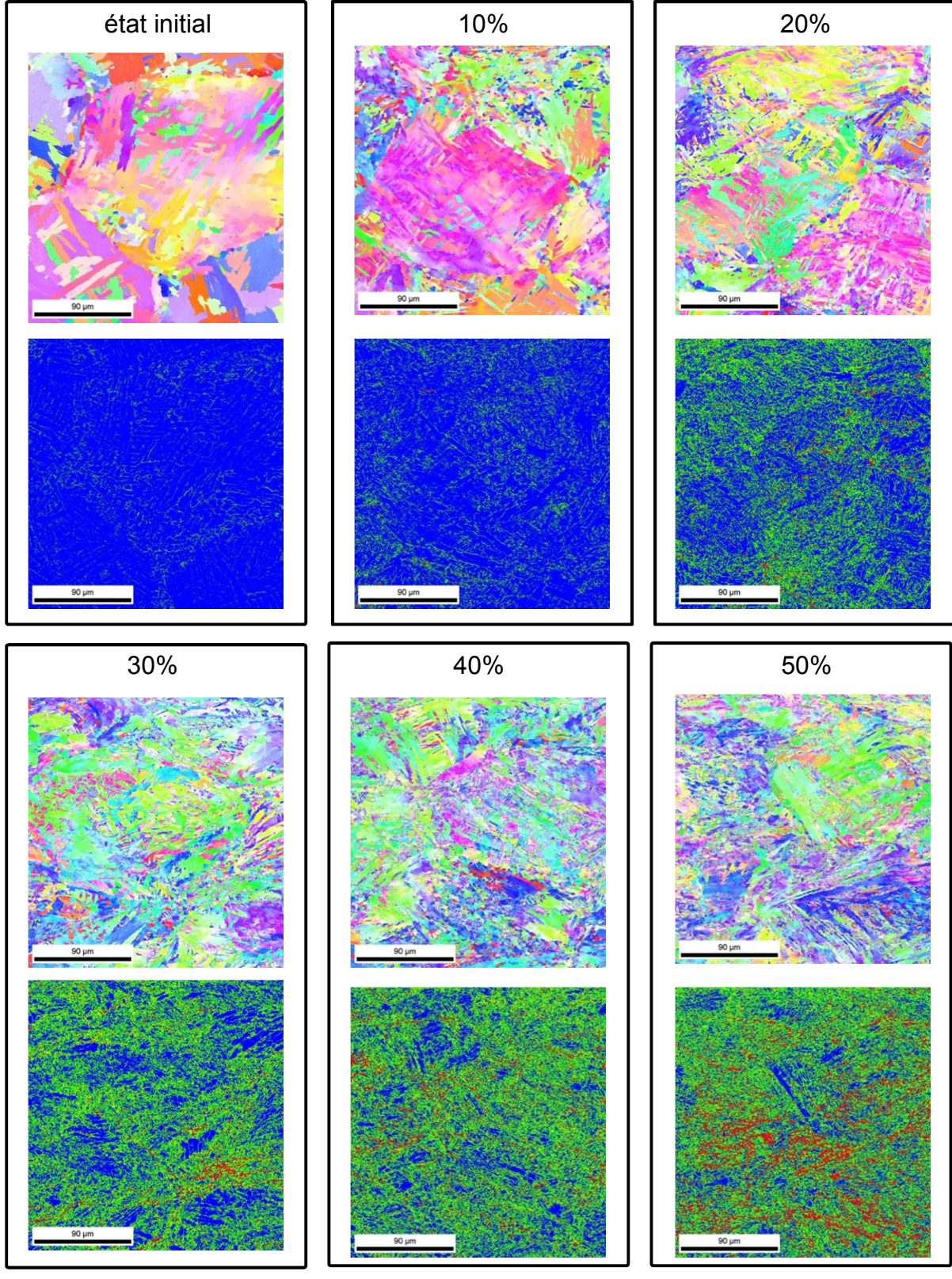
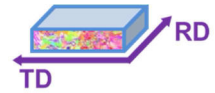
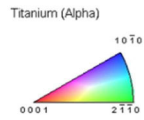
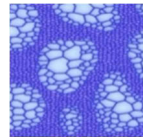
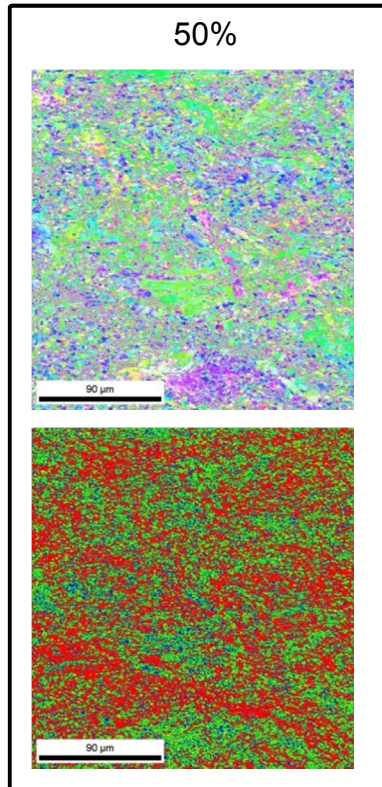
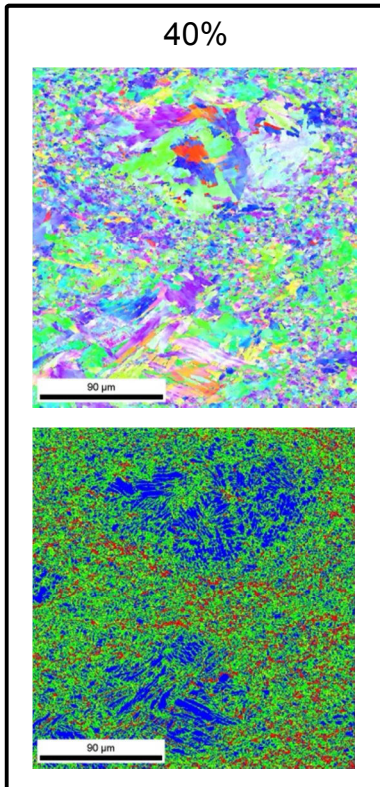
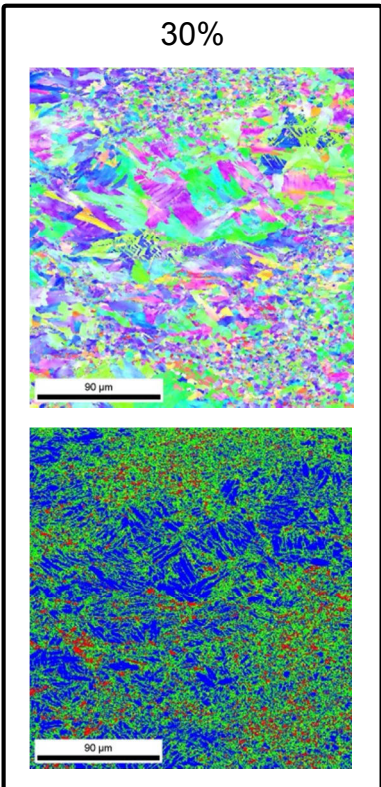
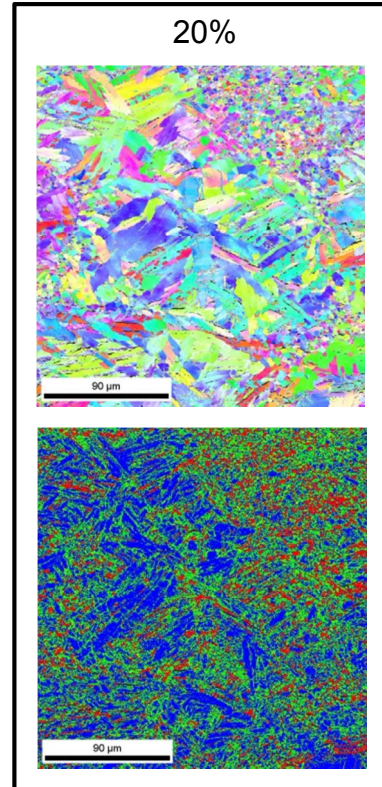
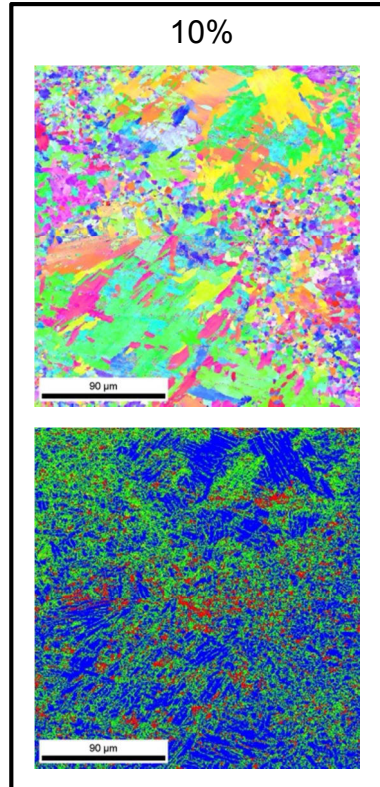
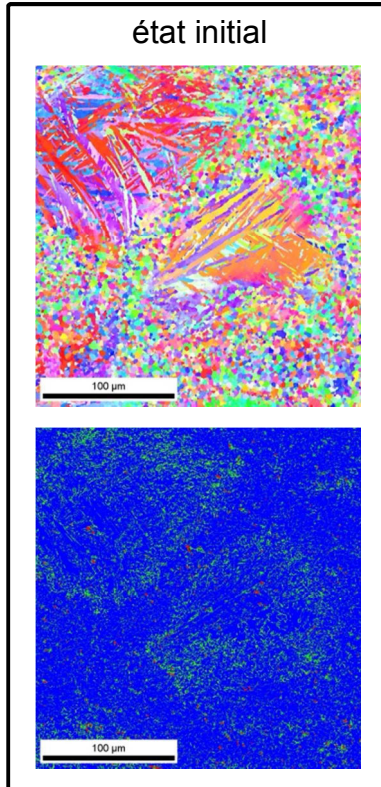
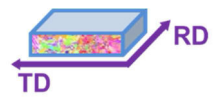


Planche 2 : Les cartographies IPF et KAM suivantes présentent l'évolution de la structure harmonique durant le laminage.



Min	Max
0	1
1	2
2	3
3	4
4	5



L'étude de la forme des échantillons montre également une différence de comportement entre les deux échantillons. L'éprouvette conventionnelle montre uniquement un allongement dans la direction de laminage (figure 6), tandis que l'éprouvette harmonique présente en plus une expansion latérale, un élargissement différent des échantillons avec l'augmentation du taux de réduction (figure 7).

La question se pose de l'origine de cet élargissement. Est-elle liée à la microstructure ou au protocole expérimental (identique pour les deux matériaux) ? D'autres essais sont nécessaires pour apporter une réponse précise.

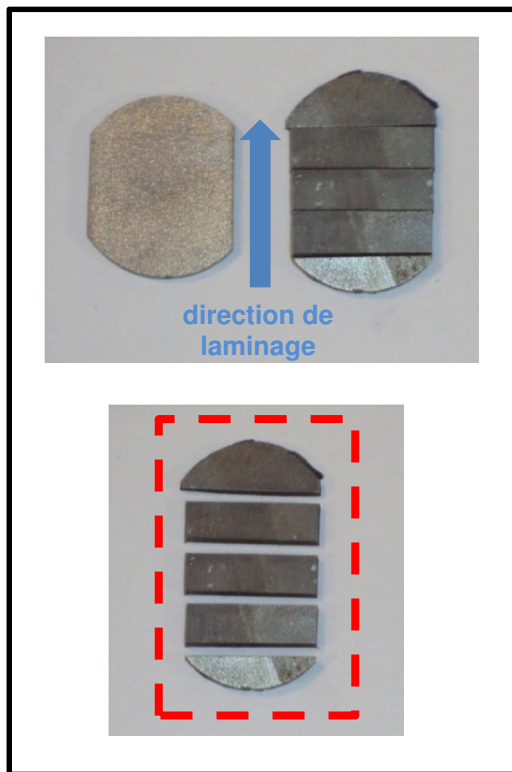


Figure 6 : Échantillons conventionnels.

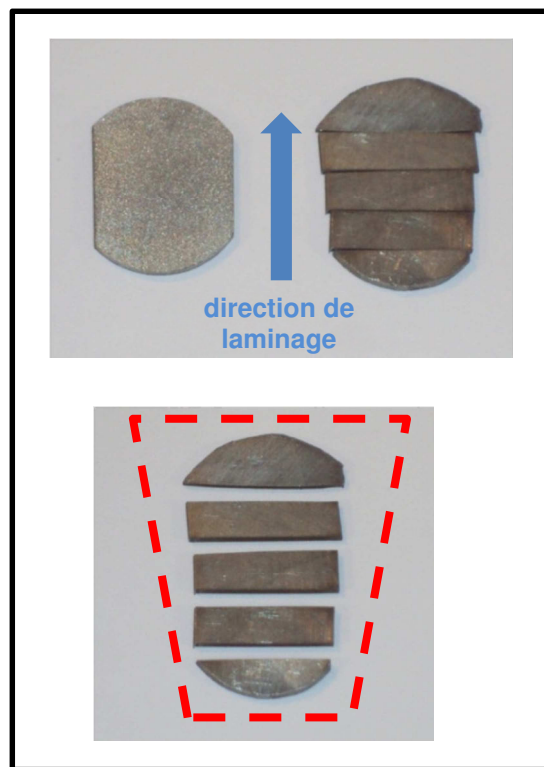


Figure 7 : Échantillons harmoniques

Les échantillons indiquent la présence de fissures. Les observations montrent que pour les échantillons conventionnels, les fissures s'amorcent à partir de la surface (supérieure ou inférieure) comme le montre la figure 8 sur laquelle la fissure se propage suivant un angle de 20° par rapport à la surface de l'échantillon. Pour les échantillons harmoniques, seul l'échantillon laminé à 50% présente des fissures. Elles s'initient au cœur du matériau. Sur la figure 9, on peut observer deux fissures suivant une progression parallèle. Elles décrivent une évolution rectiligne horizontale. Là encore, ces observations doivent être complétées par d'autres essais. Des investigations réalisées sur les autres échantillons n'ont pas révélé la présence de fissures.

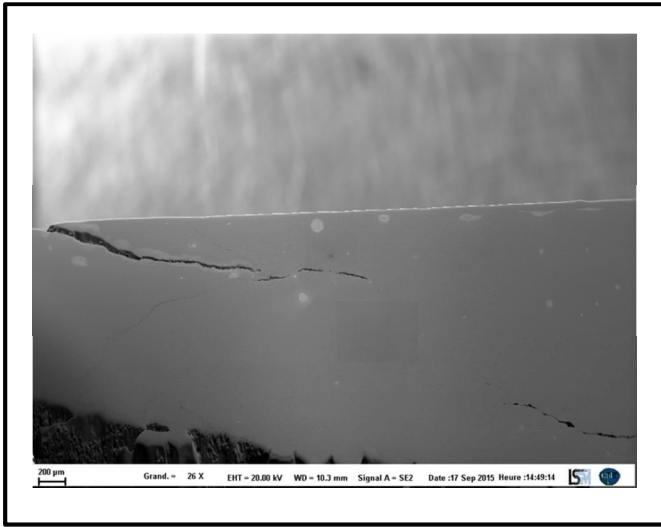


Figure 9 : Échantillon conventionnel laminé à 10%, fissures se propageant à partir de la surface du matériau

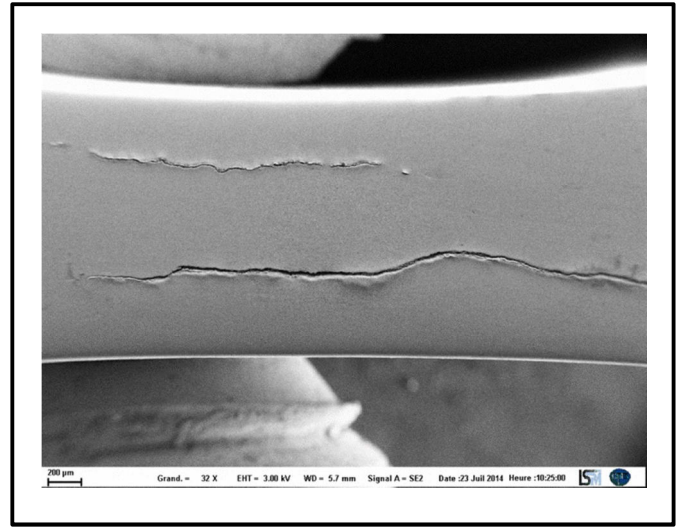


Figure 8 : Échantillon harmonique laminé à 50%, fissures observées au cœur du matériau

Pour la structure conventionnelle, les cartographies de la planche 3 indiquent que la fissure s'est propagée à travers les grains équiaxes (cartographie IQ), la cartographie KAM montre que le niveau de déformation est plus élevé aux abords de la fissure. Pour la structure harmonique, les résultats de la caractérisation EBSD (présentés planche 4) mettent en avant le fait que les fissures se propageraient dans le shell (cartographies IQ et IPF) où le niveau de déformation est le plus élevé comme le montrent les cartographies KAM.

Planche 3: Caractérisation EBSD des fissures de la structure conventionnelle laminée à 10%.

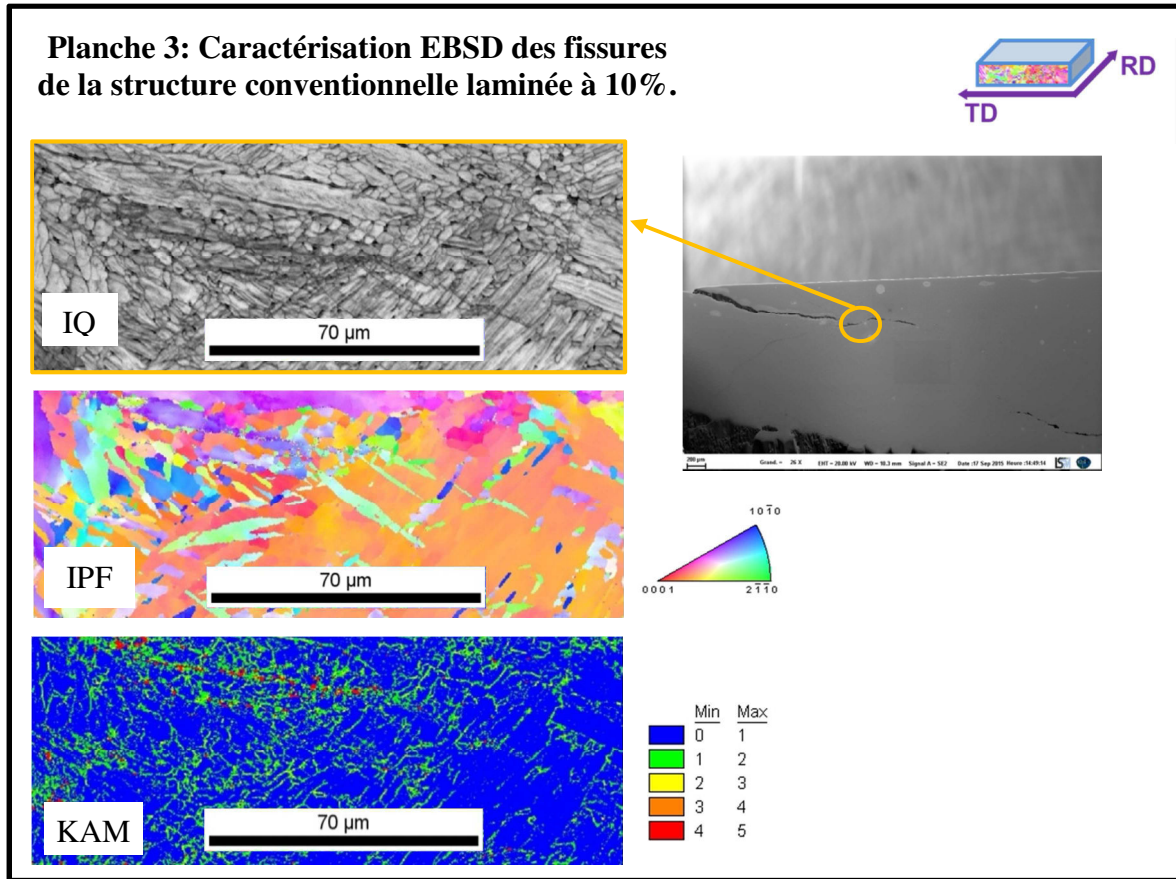
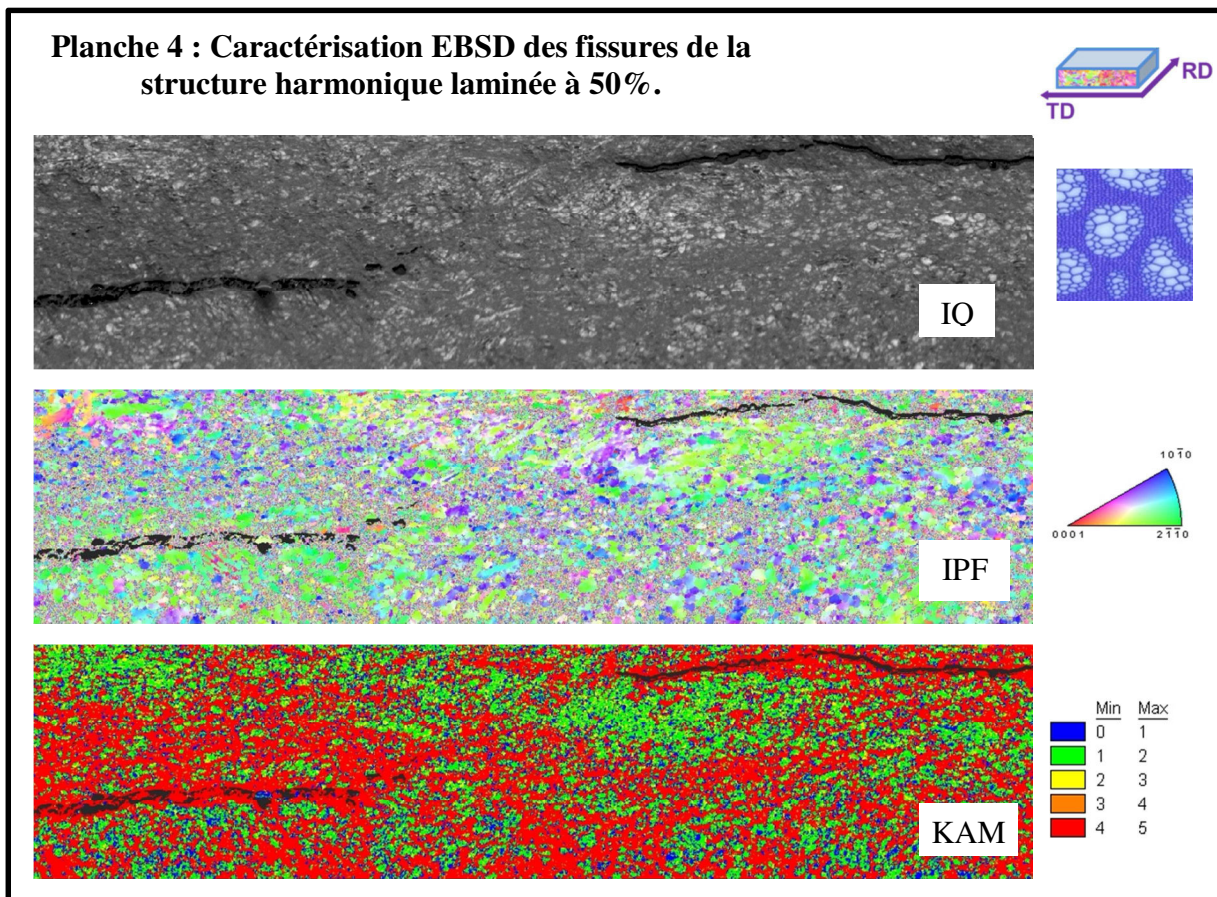


Planche 4 : Caractérisation EBSD des fissures de la structure harmonique laminée à 50%.



Des essais de ténacité ont été menés sur du TA6V [5] et sur du titane pur [6] toujours en comparant la réponse de la structure harmonique à celle d'une structure conventionnelle, à partir d'éprouvettes de type CT, éprouvette de fissuration préentaillée (voir figure 10). L'effet de la structure harmonique sur la propagation de la fissure a été étudié tout comme l'effet de la taille des grains. Les deux études aboutissent au même constat. L'évolution du facteur d'intensité de contrainte K , qui caractérise la résistance du matériau à la propagation d'une fissure, indique que le niveau de contrainte en fond de fissure est plus faible dans le cas de la structure harmonique et est corrélé à la présence des grains fins formant le shell. Par contre, le taux de croissance des fissures lui est plus élevé pour la structure harmonique (figure 11). Il a également été démontré que le chemin suivi par les fissures est influencé par la présence de la structure harmonique, elles se propagent préférentiellement dans le shell comme on peut le constater sur la figure 12.

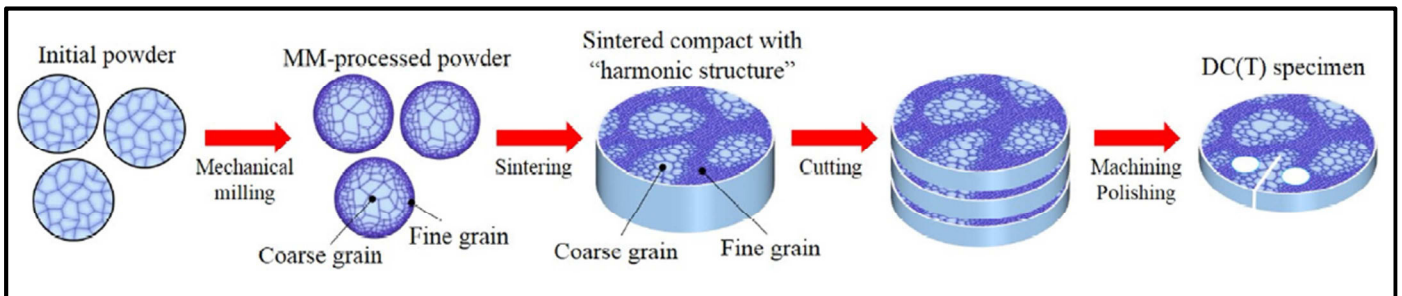


Figure 10 : principe d'élaboration de l'éprouvette de fissuration CT [5].

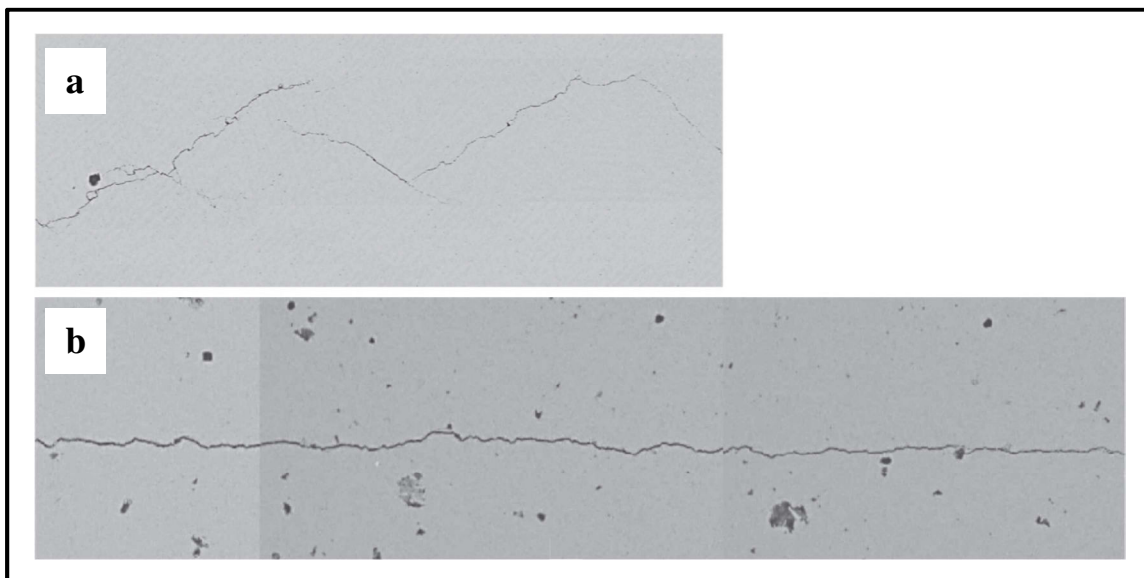


Figure 11 : propagation des fissures dans le titane pur: (a) structure conventionnelle, (b) structure harmonique [6].

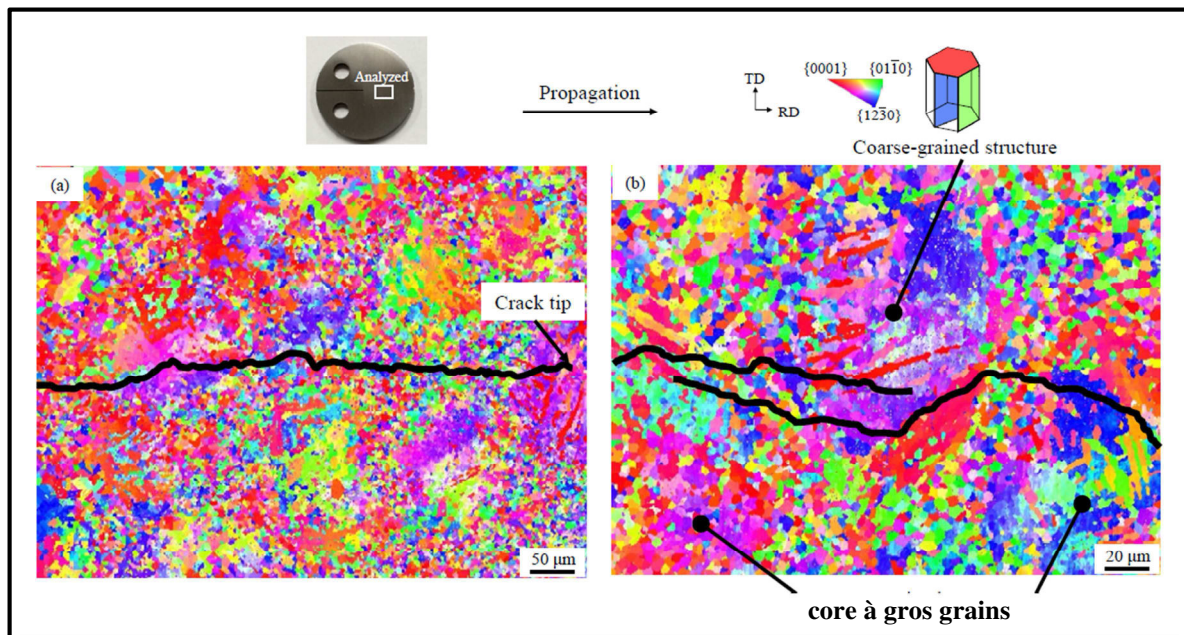


Figure 12 : propagation des fissures dans le structure harmonique du TA6V[5], faible (a) et fort (b) grandissement.

La réponse de la structure harmonique soumise à des essais de flexion 4 points a également été étudiée au travers du comportement de deux éprouvettes de TA6V, l'une à structure harmonique et l'autre à gros grains [7]. Il a été montré que la structure harmonique présente de meilleures propriétés mécaniques, une plus grande résistance et une plasticité plus importante que la structure à gros grains. Elle offre une plus grande résistance à la fatigue. Il a été constaté que la fissure s'est initiée à partir du core (figure 13).

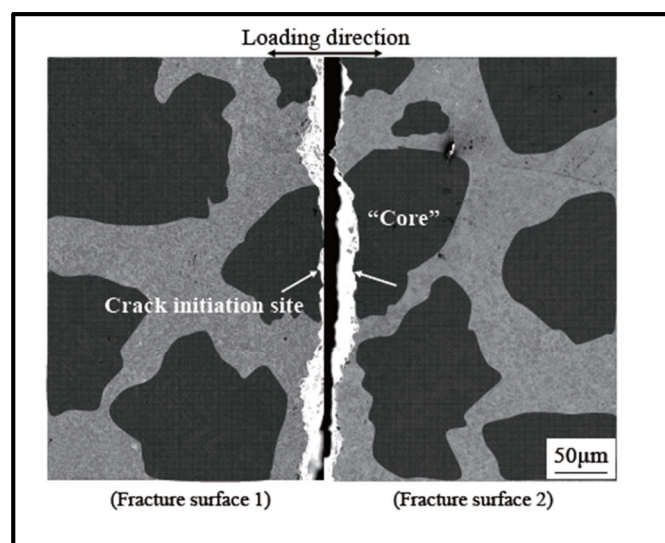


Figure 13 : propagation de la fissure initiée dans un gros grains du core [7].

Un des enseignements de ces deux études est que la ténacité du TA6V serait attribuée à sa structure lamellaire qui retarderait la propagation des fissures contrairement aux gros grains de la structure équiaxe.

À ce niveau, un rapprochement peut être établi entre les observations formulées suite aux essais de ténacité [5] et les constatations issues du laminage. Les fissures s'initieraient à partir de la frontière core/shell et se propageraient préférentiellement au sein du shell en "évitant" le core. Le même phénomène est visible sur la cartographie IPF de la planche 4 provenant du laminage de la structure harmonique. Le fait que la ténacité du TA6V soit liée à sa structure lamellaire expliquerait le constat que les fissures se propagent dans le shell de la structure harmonique. La structure lamellaire, offrant une plus grande résistance, empêche la propagation des fissures à travers le core.

Sous flexion 4 points [7], la fissure est apparue dans le core de la structure harmonique. Les observations EBSD de la structure harmonique laminée ont quant à elles démontré que les fissures étaient localisées dans le shell uniquement. Une explication possible serait qu'une fois laminé, le core présenterait un aspect allongé avec des pointes à chaque extrémité de la longueur. Ces pointes seraient le lieu de concentration de contraintes où s'amorceraient les fissures (figure 14).

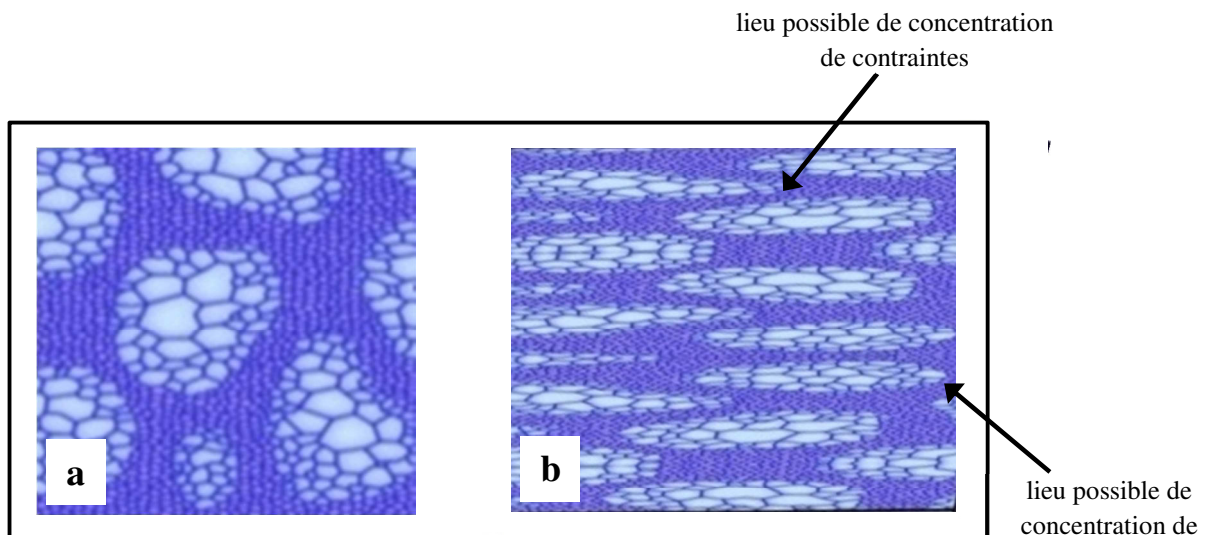


Figure 14 : représentation de la structure harmonique, état initial (a) et après laminage (b).

5 Conclusion

Ce chapitre expose les premiers comportements de la structure harmonique en grande déformation. Il indique que durant le laminage, le core et le shell ne réagissent pas de la même manière comme le montrent les cartographies KAM. Les différents échantillons laminés montrent que plus le taux de laminage est important, plus la déformation se concentre dans le shell. Ceci semble dire que la structure harmonique se déforme en préservant le core via une localisation des efforts dans le shell.

Concernant l'apparition des fissures provoquées par le laminage, elles s'amorcent en surface de la structure conventionnelle et traversent indifféremment les lamelles et les grains du TA6V. Pour la structure harmonique, les fissures visibles que pour l'échantillon laminé à 50%, prennent naissance et se propagent dans le shell uniquement. Les essais de ténacité présentés vont dans ce sens. L'arrangement core/shell a donc une influence sur la fissuration de la structure harmonique. Pour le confirmer, d'autres matériaux doivent être laminés dans les mêmes conditions.

Bibliographie du chapitre IV

- [1] Y.S. Li, N.R. Tao, K. Lu, “Microstructural evolution and nanostructure formation in copper during dynamic plastic deformation at cryogenic temperatures. *Acta Materialia* 56 (2008) 230–241.”
- [2] Z. Li, B. Wang, S. Zhao, R. Z. Valiev, K. S. Vecchio, and M. A. Meyers, “Dynamic deformation and failure of ultrafine-grained titanium,” *Acta Mater.*, vol. 125, pp. 210–218, Feb. 2017.
- [3] A. Halloumi, “Modélisation mécanique et thermique du procédé de laminage asymétrique. Thèse. École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne. 2011.”
- [4] N. Gey, “Etude des changements de textures par transformation de phase beta ->alpha dans des produits ta6v laminés à chaud. Thèse. Université de Metz. 1997.”
- [5] K. Ameyama, S. Kikuchi, T. Imai, H. Kubozono, Y. Nakai, A. Ueno, “Evaluation of near-threshold fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V Alloy with harmonic structure created by Mechanical Milling and Spark Plasma Sintering. *Frattura ed Integrità Strutturale*, 34 (2015) 261 - 270.”
- [6] K. Ameyama, S. Kikuchi, T. Mori, H. Kubozono, Y. Nakai, M. Ota, “Evaluation of near-threshold fatigue crack propagation in harmonic-structured CP titanium with a bimodal grain size. *Engineering Fracture Mechanics* 181 (2017) 77–86. distribution.”
- [7] K. Ameyama, S. Kikuchi, K. Takemura, Y. Hayami, A. Ueno, “Evaluation of the fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy with harmonic structure in 4 points bending. *Journal of the society of materials science, japan*. Vol. 64, No. 11, pp. 880-886, Nov. 2015.”

CHAPITRE V : DISCUSSION

Une réflexion est menée avec pour angle d'approche le durcissement de la structure harmonique. Des articles scientifiques issus de la littérature viennent étayer la discussion. Le concept de structure harmonique est confronté à d'autres stratégies d'obtention de matériaux ductiles et résistants à la fois.

Préambule.

La déformation plastique des matériaux cristallins peut avoir pour origine de nombreux mécanismes, la création, le mouvement ou l'annihilation des dislocations, mais encore le maclage. La compréhension des mécanismes à l'origine de la déformation plastique reste incomplète pour certains matériaux. De manière générale, les mécanismes à l'origine de la plasticité des matériaux à structure hexagonale compacte tel que le titane α sont moins étudiés que ceux affectant les matériaux à structure cubique. Contrairement aux matériaux à structure cubique, les matériaux à structure hexagonale ne possèdent pas suffisamment de systèmes de glissement « faciles ». Leur déformation plastique de caractère anisotrope peut mettre en jeu des mécanismes de maclage en plus du glissement des dislocations.

De nombreuses études sont menées pour appréhender la complexité de la déformation du titane et de ses alliages. Elles portent essentiellement sur leur comportement en compression ou en traction, peu d'entre elles explorent les effets du cisaillement. Plusieurs s'attachent à décrire l'évolution du taux d'écroutissage θ .

La discussion est menée avec pour angle d'approche l'écroutissage de la structure harmonique. Il correspond aux modifications que subit la structure lorsque les contraintes qui lui sont appliquées sont suffisamment fortes pour provoquer une déformation plastique. Ces modifications sont d'ordre métallurgique et ont généralement une influence sur les propriétés mécaniques. Donc comprendre son évolution permettrait de cerner les mécanismes responsables du durcissement de la structure harmonique au cours de la déformation plastique et d'appréhender le comportement du core et du shell.

Si l'évolution du taux d'écroutissage est connue pour les métaux à structure cubique, ce n'est pas encore le cas pour les matériaux à structure hexagonale [1][2]. Généralement, les premiers se déforment sans maclage et θ suivent une évolution décroissante monotone, le durcissement est attribué principalement aux stockages des dislocations. Par contre, pour les matériaux à structure hexagonale, les mécanismes à l'origine du durcissement ne sont pas clairement identifiés, le taux d'écroutissage qui y est associé décrit une évolution en plusieurs stades. Dans le cas du titane, des paramètres, parmi d'autres, tels que le type de sollicitation [3] ou encore la taille des grains[4] ont une influence sur l'activation du maclage.

Durant des essais mécaniques, il est possible de définir différents stades d'écroutissage [5] correspondant chacun à une structure de dislocations particulière. L'évolution du taux

d'érouissage θ d'un acier 316L soumis à des essais de traction a permis de mettre en évidence quatre stades d'érouissage présentés sur la figure 1 [6].

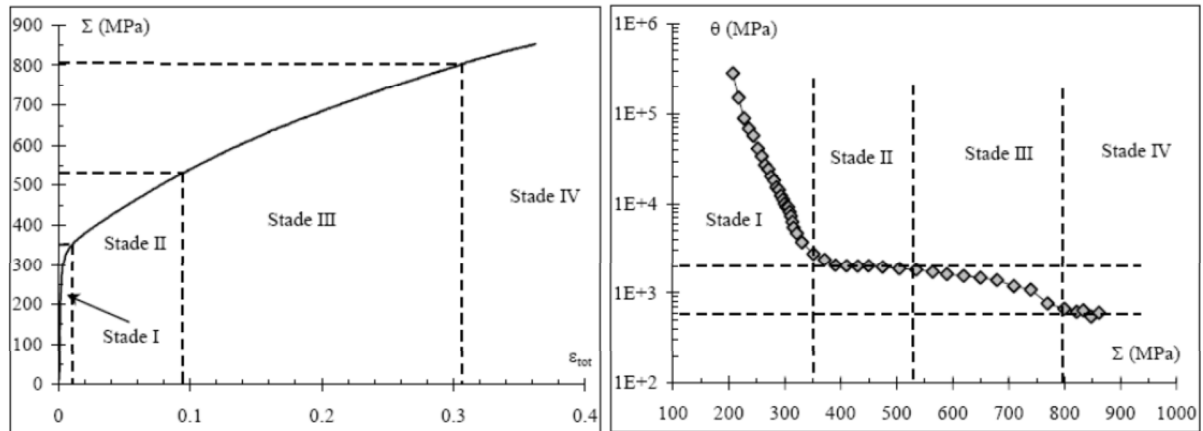


Figure 1 : (a) courbe rationnelle de traction, (b) évolution du taux d'érouissage en fonction de la contrainte à 300K , acier 316 L [6].

Le stade I montre une importante baisse de θ . Des observations par MET (microscopie électronique en transmission) réalisées durant cette étude ont montré la présence d'un glissement simple des dislocations, mais également une augmentation du glissement multiple corrélée à l'augmentation de la déformation plastique. Le stade II décrit une stagnation de θ qui correspond à une activation du glissement multiple. Les zones à forte densité de dislocations augmentent avec la déformation plastique. Le stade III correspond à une diminution de θ . Les observations au MET révèlent un nombre important de cellules de dislocations. Le stade IV traduit une stabilisation de θ et du nombre de zones denses en dislocations. Ces dernières sont désorientées les unes par rapport aux autres, des macles apparaissent [6].

À propos de l'évolution monotone du taux d'érouissage.

Les essais de cisaillement monotone réalisés dans le cadre de notre étude ont permis de montrer que l'évolution du taux d'érouissage des trois matériaux présentait une évolution monotone décroissante.

Plusieurs études montrent que le même type d'évolution a été observé pour des matériaux différents et pour différents types de chargement. Le point commun à toutes ces études, il s'agit à chaque fois de matériaux à grains ultra-fins.

La même allure et le même type d'évolution ont été observés sur du cuivre, lors d'essais de compression [4] (figure 2) et lors d'essais de traction [7]. Du nickel à grains ultrafins soumis à un essai de cisaillement monotone a présenté le même comportement [8].

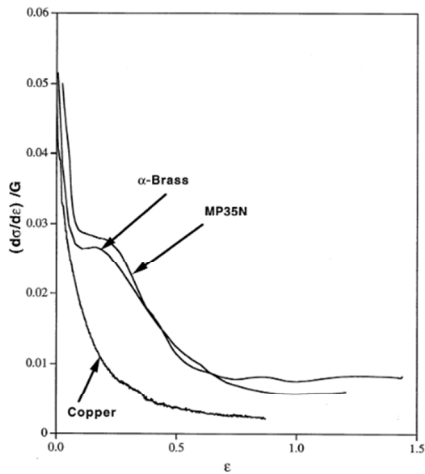


Figure 2 : Évolution du taux d'écroissage du cuivre [4].

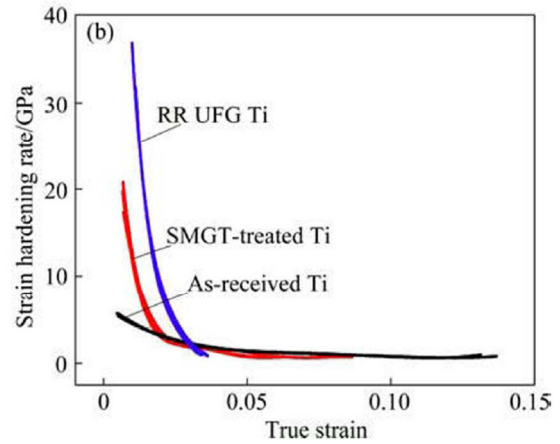


Figure 3 : Évolution du taux d'écroissage du titane UFG (SMGT) [9].

Des essais de traction effectués sur du titane UFG [9] présentent également la même allure de décroissance monotone, elle est représentée sur la figure 3 par le matériau nommé SMGT. Plus de détails sur cette étude sont donnés plus loin dans ce chapitre, car la structure dite SMGT (pour Surface Mechanical Grinding Treatment) présente des ressemblances avec la structure harmonique.

Des essais de compression dynamique au moyen de barres d'Hopkinson ont été réalisés sur du titane à grains ultra-fins [10]. Les résultats montrent une évolution du taux d'écroissage similaire à celle des matériaux de notre étude (figure 4).

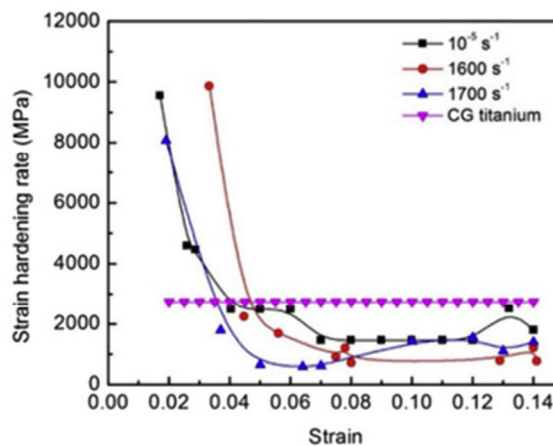


Figure 4 : Évolution du taux d'écroissage du titane UFG en fonction de la vitesse de déformation [10].

L'évolution du taux de durcissement observée durant notre étude et rappelée pour le cas du TNZ sur la figure 5 semble donc caractéristique des matériaux à grains ultra-fins. Une interprétation de cette évolution monotone décroissante est proposée.

Dans un premier temps, le taux d'érouissage est caractérisé par une rapide baisse du taux de durcissement jusqu'à environ 2% de déformation. Il est élevé aux faibles déformations cela signifie que la contrainte croît rapidement lorsque la déformation augmente, l'effort à fournir pour obtenir une élongation supplémentaire est plus important au début de l'essai. Une explication possible serait qu'en début d'essai, le "manque" de dislocations mobiles obligerait les dislocations présentes à "glisser" plus rapidement pour s'adapter à la déformation. Puis les dislocations qui sont générées dans les grains et dans les joints de grains, se multiplient et interagissent les unes avec les autres en formant des arrangements particuliers.

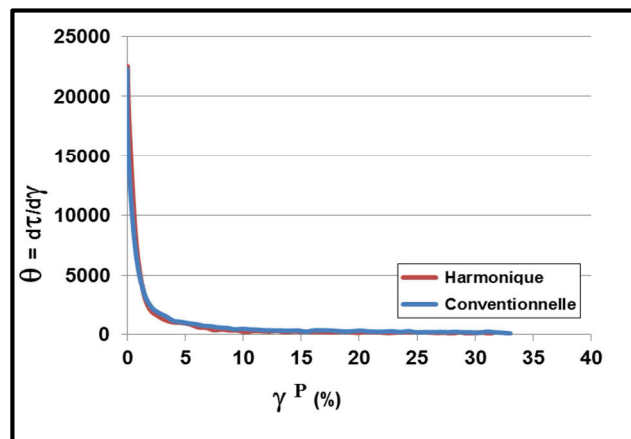


Figure 5 : Évolution du taux d'érouissage du TNZ

Le deuxième stade voit le taux d'érouissage décroître progressivement entre 2% et 10%. La densité de dislocations augmente encore avec la déformation plastique, les arrangements particuliers que sont les empilements et les enchevêtrements viennent interagir de plus en plus avec les dislocations. Au-delà de 10%, le troisième stade montre que la progression est rectiligne, il n'y a plus d'évolution, ce qui traduit une stabilisation du taux de durcissement, la densité de dislocations devient homogène.

Le comportement de la structure harmonique peut être expliqué de la manière suivante. Dans un premier temps, la germination de dislocations se produirait dans les petits grains du shell qui se déforme alors en y localisant les contraintes (figure 6) et "préservant" ainsi le core. On serait en présence d'un durcissement de type Hall-Petch qui expliquerait le haut niveau du taux d'érouissage.

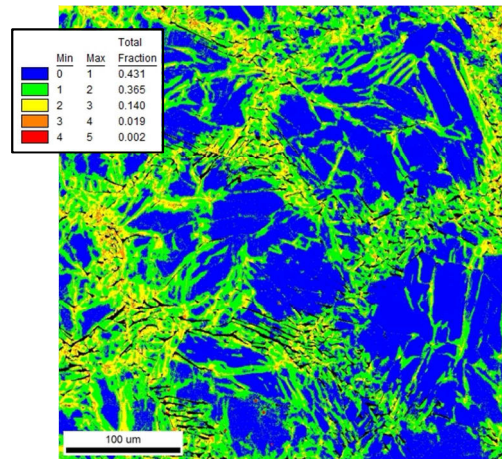


Figure 6 : Cartographie KAM du Ti pur harmonique après cisaillement simple.

À propos de l'évolution en trois stades du taux d'écroissage.

Le taux d'écroissage déterminé à partir des essais cycliques montre une évolution différente selon le matériau. Certains présentent soit une évolution monotone comme vu précédemment soit une évolution en trois stades. Avant de formuler une possible explication de ce type d'évolution, différentes études relatant le même comportement sont présentées.

Une évolution du taux d'écroissage θ constituée de trois stades a déjà été observée [11] [12] pendant des essais de compression sur du titane α . Pour expliquer le stade A, ils ont associé la baisse de θ à l'activation du glissement simple tandis que le glissement multiple serait à l'origine de l'augmentation de θ vue au stade B. Le comportement durant le stade C serait dû à la restauration dynamique. L'apparition de macles a surtout été observée durant le stade A [11].

Suite à des essais de compression effectués sur du titane pur [13] [14], trois stades distincts A, B et C ont été clairement identifiés (figure 7). Ces essais ont été réalisés à température ambiante pour une vitesse de déformation de $0,01s^{-1}$. Le stade A est caractérisé par une chute du taux de durcissement. L'analyse de la microstructure durant ce stade n'a quasiment pas révélé de macles. Le comportement du titane α a été attribué au mécanisme de restauration dynamique observé dans les métaux à forte énergie de faute d'empilement. L'augmentation du taux lors du stade B est due à un durcissement de type Hall-Petch et est en rapport avec l'apparition de macles. La baisse progressive de θ observée durant le stade C est liée à la saturation de la fraction volumique des macles.

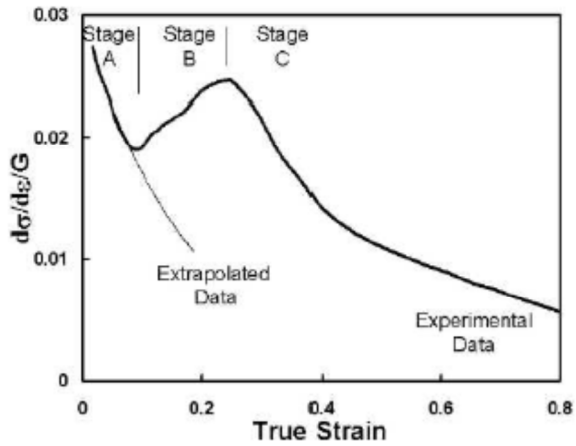


Figure 7 : Évolution du taux d'écroissage du Ti pur en compression [14].

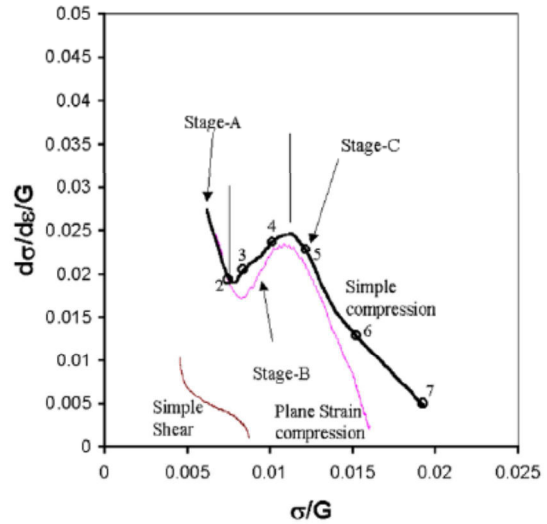


Figure 8: Évolution du taux d'écroissage du Ti pur pour différents chargements [3].

Plus proche de notre étude, des essais de cisaillement simple sur du titane α , à température ambiante pour une vitesse de déformation de $0,01s^{-1}$, ont permis d'identifier trois stades distincts [3] (figure 8). Toutefois, durant le stade B, l'augmentation du taux d'écroissage n'est pas aussi significative que lors des essais de compression, il s'agit plutôt d'un changement de pente par rapport aux pentes des stades A et C.

Plus récemment, des essais de traction à différentes vitesses de déformation ont été menés sur du titane pur [15]. Ces essais ont montré des évolutions de θ en trois stades (figure 9). Là encore, le stade B ne présente pas une augmentation, mais est caractérisé par un simple changement de pente et là encore, le stade B est corrélé à l'apparition de macles.

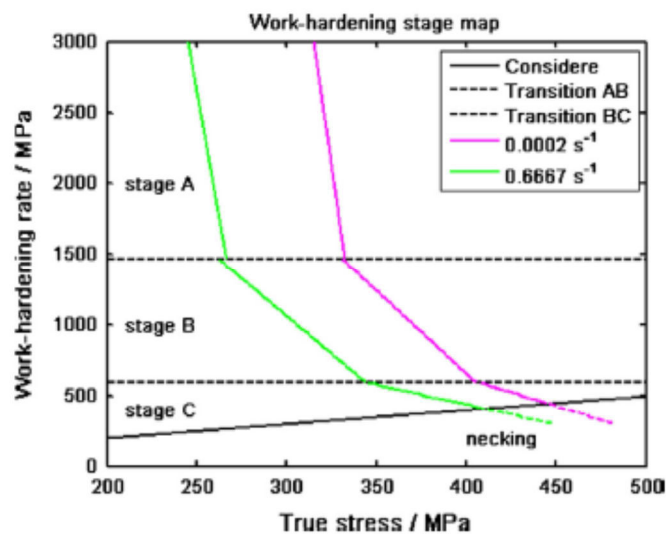


Figure 9: Évolution du taux d'écroissage Ti pur en traction [15]

Des essais de traction à température ambiante pour différentes vitesses de déformation ont été menés sur du titane α [16] avec des éprouvettes prélevées suivant les directions DT et DL. Les résultats obtenus (figures 10a et 10b) mettent en évidence trois stades différents dans l'évolution du taux de durcissement. Les stades A et C sont similaires à ceux décrits précédemment. Le stade B est quant à lui influencé par la vitesse de déformation et par la direction de prélèvement de l'échantillon, l'inflexion de θ durant ce stade est plus ou moins prononcée selon les cas.

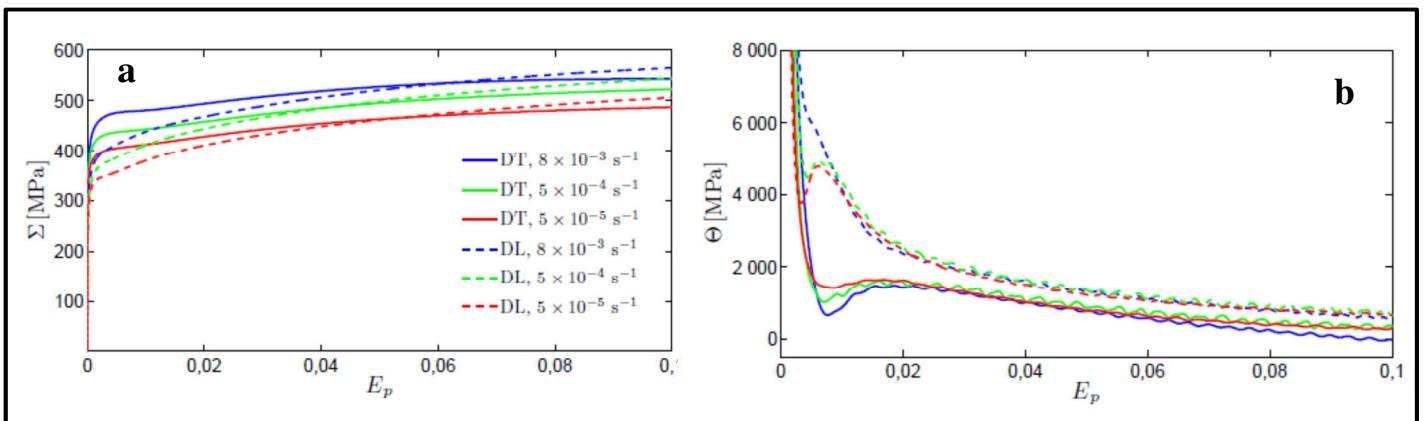


Figure 10 : (a) évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique, (b) évolution du taux d'écrouissage en fonction de la déformation plastique, essais de traction sur Ti pur [16].

Le comportement du TA6V et le rôle du maillage ont été étudiés dans le cas d'essais statiques et dynamiques de compression [17]. L'évolution du taux d'écrouissage fait apparaître trois stades plus ou moins marqués en fonction de la vitesse de déformation (figure 11). Les essais ont montré que la déformation et le durcissement du TA6V sont liés à l'activation du maillage et que ce dernier est plus important sous chargement dynamique.

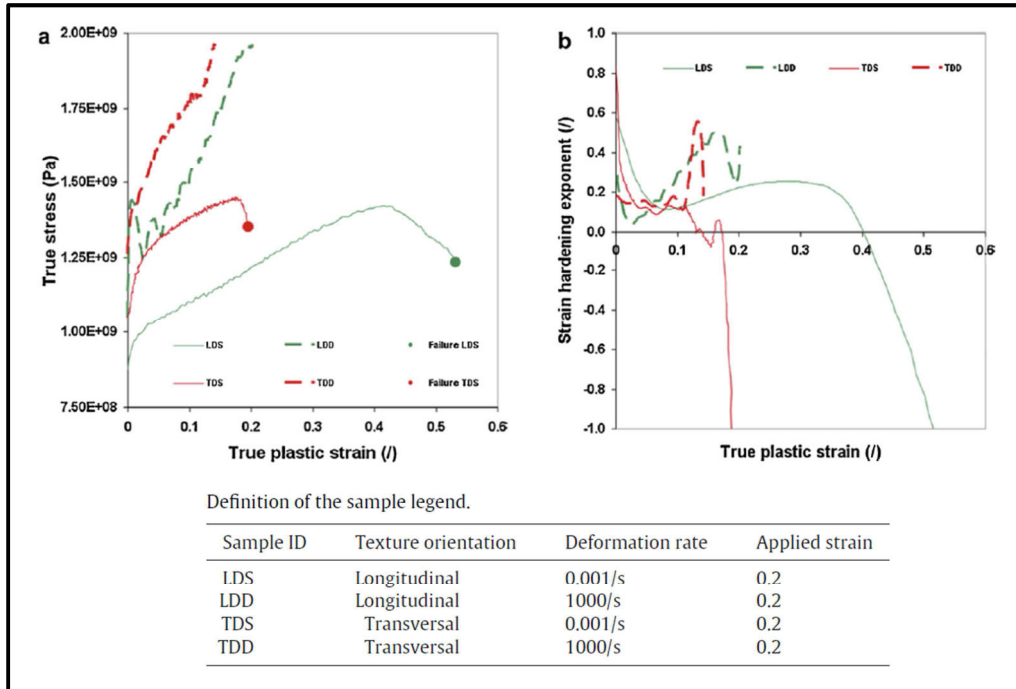


Figure 11 : (a) évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie, (b) évolution du taux d'érouissage en fonction de la déformation plastique vraie, essais de compression sur TA6V [17].

Concernant le taux d'érouissage des matériaux de notre étude, on remarque que pour le Ti pur, les évolutions présentées par les cycles de la structure conventionnelle sont similaires à celles des cycles de la structure harmonique. Les premiers cycles montrent une évolution en trois stades puis les derniers décrivent une évolution monotone (figure 12). Concernant le TA6V (figure 13), on observe que la majorité des courbes présentent un comportement monotone du taux d'érouissage toutefois, certains cycles présentent un léger durcissement et d'autres un changement de pente.

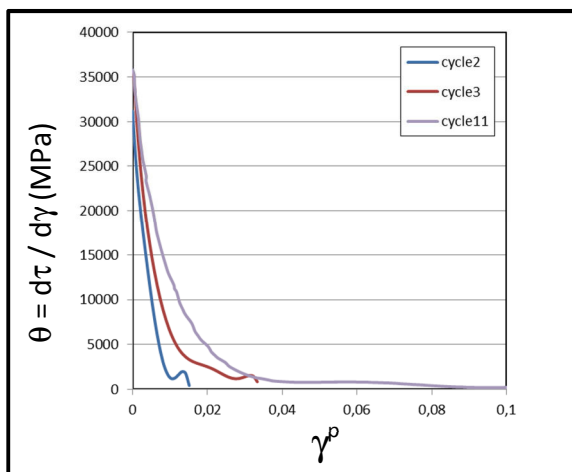


Figure 12: Évolution du taux d'érouissage Ti pur, matériau harmonique, amplitude +/-1%

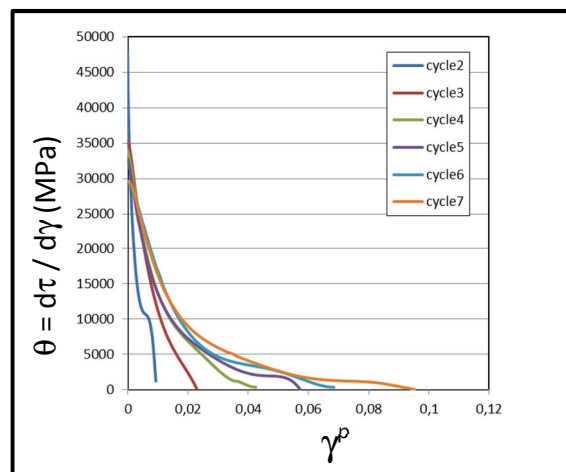


Figure 13 : Évolution du taux d'érouissage TA6V, matériau harmonique, amplitude +/-1%

En se basant sur les observations des études précédentes, il est possible d'interpréter ces courbes de la manière suivante. À la chute du taux d'écroissage se produisant durant le stade A est associée une augmentation du nombre de macles. L'augmentation du taux d'écroissage qui se produit durant le stade B est liée aux interactions entre les dislocations et les macles qui vont alors produire un durcissement. La baisse du taux de durcissement observée au stade C est provoquée par la disparition progressive des macles suite aux mouvements des dislocations.

Quant au TNZ, l'évolution est différente selon le type de structure. Le taux d'écroissage associé à la structure harmonique suit un comportement proche de celui du Ti pur et du TA6V. Par contre le durcissement de la structure conventionnelle (figure 14) laisse clairement apparaître une évolution en trois stades. Pour les premiers cycles, on observe une chute rapide de l'écroissage suivie d'une augmentation brutale puis à nouveau une chute. Puis progressivement l'allure des courbes change. Au premier stade, la chute est moins brutale, puis on observe un adoucissement plus ou moins lent suivi d'un léger écroissage.

Un comportement similaire de durcissement en trois stades a été observé sur un alliage de Ti-12Mo [18]. Ce phénomène a été attribué aux effets TRIP et TWIP. Des essais de traction réalisés sur un alliage de titane β -métastable Ti-8,5Cr-1,5Sn ont eux aussi mis en évidence un écroissage en 3 stades ainsi qu'une valeur élevée du taux d'écroissage. Ce comportement a également été associé à un effet combiné TRIP/TWIP [19]. Toutefois, l'alliage étudié ici est de type β -stable ce qui nous permet d'écarter l'hypothèse d'un durcissement par effet TRIP.

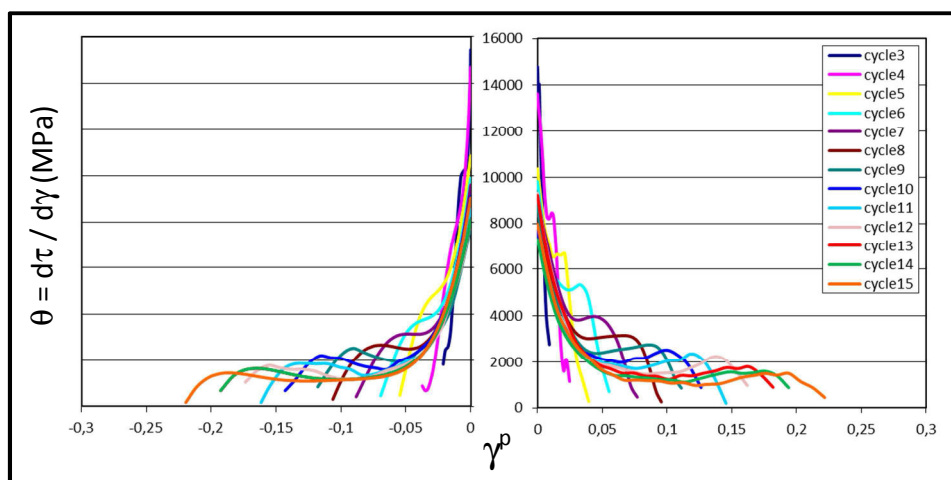


Figure 14: Évolution du taux d'écroissage TNZ, essais cycliques, amplitude +/-1%

Le comportement non monotone du taux d'érouissage est donc attribué à la présence de macles. Toutefois le rôle et le seuil d'apparition du maillage diffèrent selon les études. Les macles peuvent avoir un effet durcissant tel que l'effet Hall-Petch dynamique [20] ou un effet adoucissant [14]. Le seuil d'apparition des macles prête à discussion. Les mécanismes de maillage du titane pur ont été passés en revue [21] et la question est alors posée de l'existence d'une contrainte critique d'activation des macles. Il a été montré, durant des essais de compression effectués à température ambiante sur Ti pur [13][3], que le maillage apparaissait lorsque la déformation en compression dépassait 5% ce qui correspondrait au stade B de l'évolution du taux d'érouissage.

La déformation plastique par maillage a été étudiée dans plusieurs travaux de recherche [22][23][24][25][26] portant sur des alliages binaires de Ti-V, Ti-Mo et Ti-Nb dont certains contenaient en plus de l'aluminium, de l'étain ou du zirconium. Les résultats ont établi que le mode de déformation de ces alliages était lié à la stabilité de la phase β . Il a été montré au travers de ces travaux que lorsque la phase β est instable, le maillage $\{332\} \langle 113 \rangle$ est le mode principal de déformation. Si la phase β est stable, le maillage est inhibé et le glissement devient le mode principal de déformation.

La caractérisation post mortem EBSD effectuée sur la structure conventionnelle du TNZ montre un grand nombre de macles de type $\Sigma 11$ (figure 15). Concernant la structure harmonique, les cartographies EBSD ont révélé une absence de macles (figure 16) par les techniques d'observation utilisées. La présence du shell UFG est à l'origine de ce comportement.

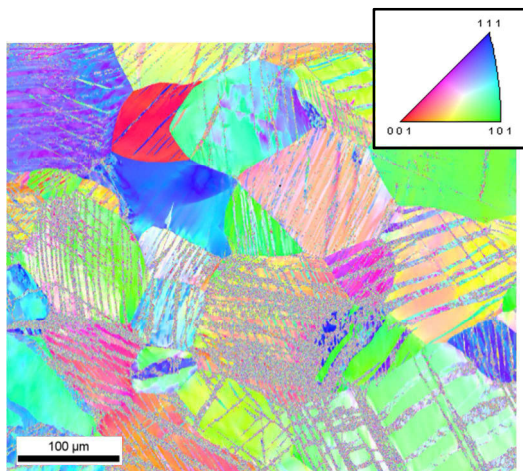


Figure 15 : Cartographie IPF du TNZ conventionnelle, cisaillement cyclique +/- 1%

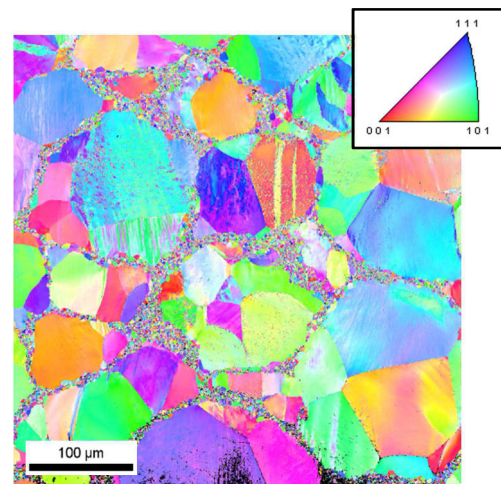


Figure 16 : Cartographie IPF du TNZ harmonique, cisaillement +/- 1%

On peut interpréter le comportement de la structure harmonique de la manière suivante. Le niveau élevé du taux de durcissement au début de l'essai confirmerait le fait que, dans un premier temps, le réseau 3D que constitue le shell à grains ultra-fins se déforme en protégeant voir même empêchant le core de se déformer en jouant le rôle de coquille protectrice. D'ailleurs les analyses KAM indiquent que l'essentiel des désorientations locales est concentré dans le shell (figure 17). Il est particulièrement intéressant de noter que cette « concentration » de la déformation dans le shell est « homogène » dans ce dernier. Le shell se comporte comme un squelette qui renforcerait la structure harmonique.

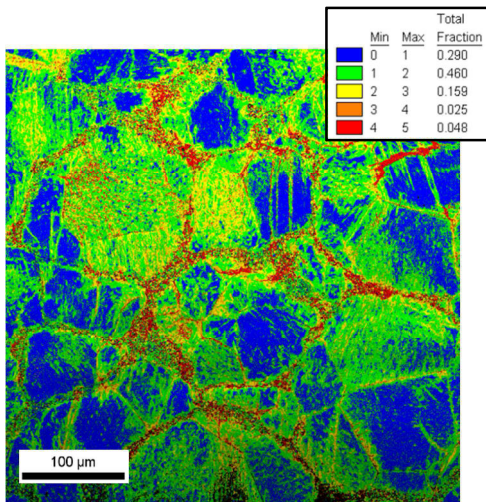


Figure 17 : Cartographie KAM du TNZ harmonique, cisaillement +/- 1%

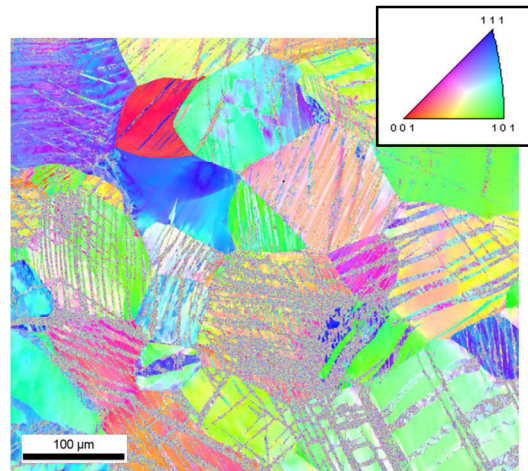


Figure 18 : Cartographie IPF du TNZ conventionnelle, cisaillement +/- 1%

Les incompatibilités de déformation entre le shell UFG et le core à gros grains génèrent alors un gradient de plasticité qui assure la cohésion de l'ensemble par l'intermédiaire des GND, lesquelles permettent d'accommoder le gradient de déformation plastique dû à la différence de taille de grains entre le core et le shell. Le maclage est alors inhibé. En effet, les observations EBSD réalisées sur le matériau conventionnel indiquent un fort maclage mécanique comme cela a été discuté plus haut. Ces macles traversent intégralement les grains et génèrent des concentrations de contraintes au niveau des joints de grains, déclenchant ainsi soit de la déformation plastique, soit d'autres macles dans le grain adjacent (figure 18). La délocalisation de la déformation du fait du gradient de taille de grains dans la zone shell/core semble ainsi contribuer à l'absence des macles comme observée dans le cas de la structure harmonique.

À propos de la structure harmonique.

Plusieurs travaux ont été menés pour éprouver les capacités de la structure harmonique sous différents types de chargement. Certains d'entre eux sont présentés ici.

Des essais de traction réalisés sur deux éprouvettes de nickel pur [27], l'une présentant une structure harmonique et l'autre constituée de grains équiaxes, menés à une vitesse de déformation de $5,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, amènent au même constat que les essais de cisaillement simple de notre étude. À savoir un niveau de résistance mécanique supérieur pour la structure harmonique de 387 MPa contre 340 MPa pour la structure équiaxe (figure 19), avec en même temps un allongement à la rupture de l'ordre de 61% pour les deux matériaux. Le taux d'érouissage montre une évolution similaire, décroissante monotone aux faibles déformations puis décrivant une variation linéaire (figure 20).

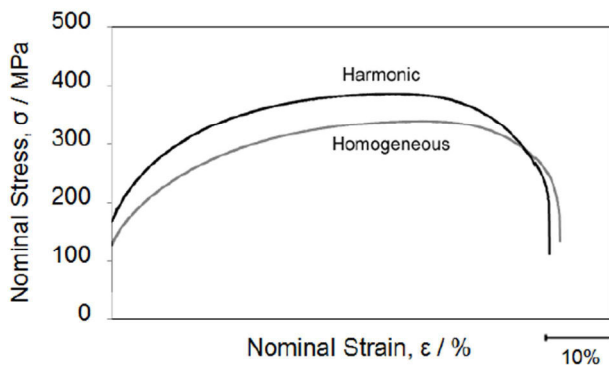


Figure 19 : Nickel, évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale [27].

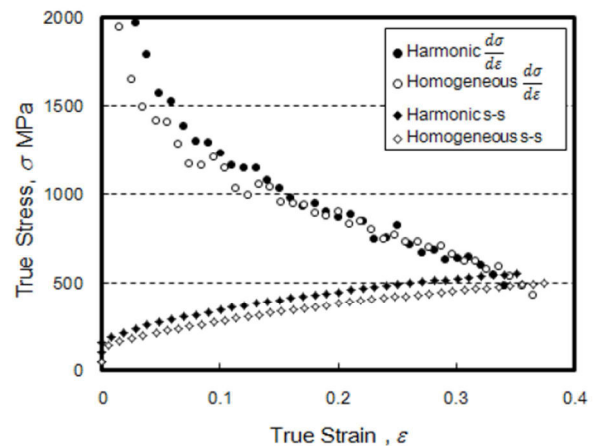


Figure 20 : Nickel, évolution du taux d'érouissage [27].

Une étude traitant du concept de structure harmonique, a pour sujet le comportement d'un acier inox SUS304L soumis à des essais de traction à chaud et à température ambiante (RT pour Room Temperature) [28]. Là encore, la comparaison est faite entre une structure harmonique (HS) et une structure à gros grains (CG). Les essais en température ont été réalisés à 873 K (600°C). La vitesse d'essai de $5,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ est la même pour tous les tests.

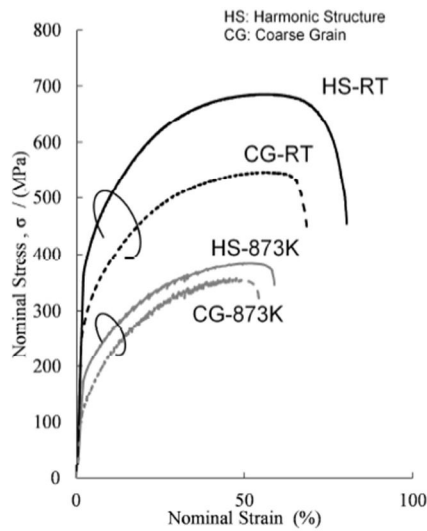


Figure 21 : SUS304L, évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale [28].

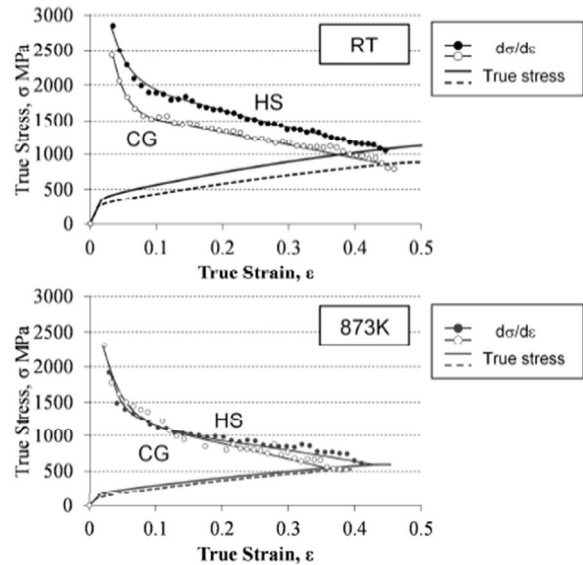


Figure 22 : SUS304L, évolution du taux d'écroutissage [28].

Les essais de traction à chaud et ceux à température ambiante (figure 21) montrent dans les deux cas que la contrainte nominale atteinte par la structure harmonique est supérieure à celle de la structure à gros grains. Concernant le taux d'écroutissage, les résultats indiquent que les deux structures suivent la même évolution (figure 22). Sur l'ensemble de ces résultats, on remarque un effet de la température qui a pour conséquence de réduire la différence de niveaux entre les deux matériaux. Effectivement, à température ambiante, la courbe de la structure harmonique est nettement au-dessus de celle de la structure à gros grains tandis que pour les essais à chaud, cet écart est moindre. Même observation du côté du taux d'écroutissage, à température ambiante, le durcissement de la structure harmonique est plus important que celui de la structure à gros grains. Pour les essais à chaud, l'évolution du taux d'écroutissage est similaire.

Un alliage de cobalt, de chrome et de molybdène (Co-Cr-Mo) de structure harmonique a été comparé à un même alliage à structure conventionnelle à gros grains lors d'essais de traction effectué à la vitesse de $5,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ [29]. Cette étude a montré que la structure harmonique permettait d'améliorer en même temps la résistance mécanique et la ductilité (figure 23) en comparaison à la performance de la structure conventionnelle. La structure harmonique a montré une contrainte nominale maximale de 1283 MPa pour un allongement de 24,3% tandis que la structure conventionnelle a affiché 1000 MPa de contrainte nominale maximale et un allongement de 15,5%.

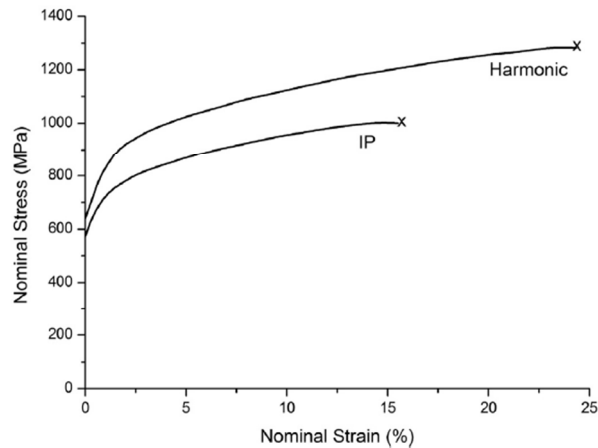


Figure 23 : Co-Cr-Mo, évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale[29].

Ces différents résultats montrent bien les performances de la structure harmonique et confirment sa capacité à concilier ductilité et résistance. Ils permettent de déterminer certaines caractéristiques mécaniques, les essais de traction fournissent par exemple les valeurs de la limite d'élasticité, la résistance à la traction ou l'allongement à la rupture.

Toutefois pour caractériser au mieux le comportement mécanique de la structure harmonique, il est nécessaire d'avoir accès à d'autres types de grandeurs. Ainsi identifier la nature de l'écroutissage et la contribution des différentes contraintes est primordial pour cerner le comportement du core et du shell. Ces grandeurs ne sont accessibles que par le biais d'essais séquencés c'est pourquoi des essais de cisaillement cyclique ont été réalisés dans le cadre de cette thèse.

À propos du concept de structure harmonique.

À ce stade de la discussion, il est nécessaire de prendre un peu de recul pour appréhender le concept de structure harmonique. Dans le but de produire des matériaux plus performants offrant une combinaison de plusieurs propriétés mécaniques, plusieurs stratégies ont vu le jour. Certaines seront confrontées à la structure harmonique dans ce qui suit.

Plus proche de la structure harmonique présentée dans ce travail, le comportement d'une structure de titane pur constituée de gros grains présentant en surface une couche contenant un gradient nano-micro de taille de grains (figure 24) a été étudié [9]. Des essais de traction à température ambiante et à une vitesse de 1m/min ont permis de comparer le comportement

mécanique de cette structure SMGT (Surface Mechanical Grinding Treatment) à ceux d'échantillons de titane à structure plus conventionnelle.

Les résultats montrent un gain de la résistance mécanique pour la structure SMGT, mais sans améliorer la ductilité comme escomptée avec le développement de cette structure à gradient (figure 25a). L'évolution du taux d'érouissage de la structure SMGT présente des similitudes avec l'évolution du taux d'érouissage de la structure harmonique (figure 25b).

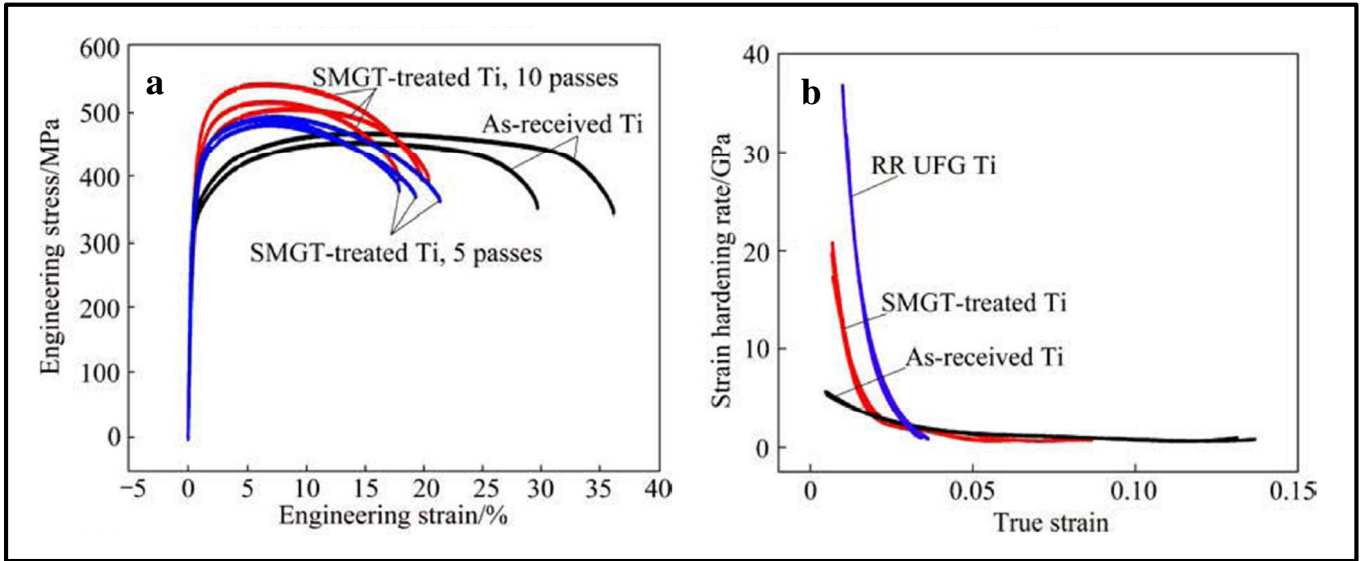


Figure 25 : (a) évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie, (b) évolution du taux d'érouissage en fonction de la déformation vraie[9].

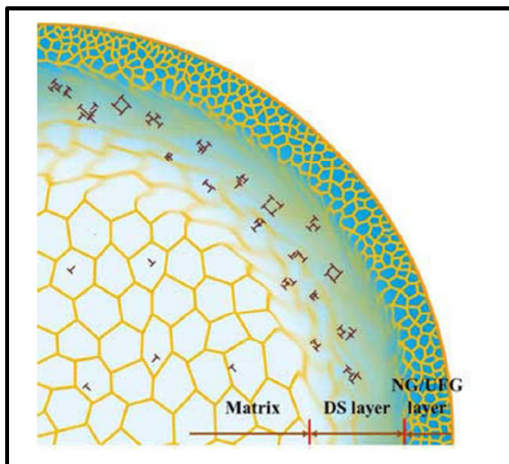


Figure 24 : Représentation schématique de la structure SMGT [9].

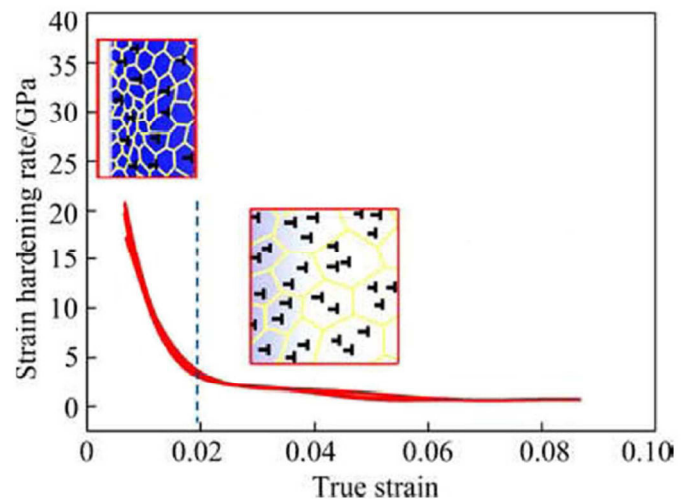


Figure 26 : Interprétation de l'évolution du taux d'érouissage [9].

Les auteurs identifient deux phases dans l'évolution décroissante monotone du taux d'érouissage de la structure SMGT. Ils interprètent son comportement de la manière suivante. Aux faibles taux de déformation, jusqu'à 2%, la chute du taux d'érouissage est corrélée à la nucléation de dislocations dans les grains nanométriques et les grains ultra-fins. Au-delà de 2%, la déformation plastique est assurée par la multiplication des dislocations et leurs interactions mutuelles au niveau des gros grains (figure 26). Les auteurs ont montré que cette structure à gradient induirait un durcissement supplémentaire causé par l'accumulation de GND à la frontière entre les gros grains et la couche de surface qui favoriserait l'activation de nouveaux systèmes de glissement et l'accumulation de dislocations.

Wu *et al* [30] ont proposé une approche différente pour réconcilier ductilité et résistance. Ils proposent une structure lamellaire de titane, constituée de lamelles formées de grains ultra-fins (UFG) intégrées dans une matrice de lamelles à gros grains (CG) (figures 27 et 28), obtenue par laminage asymétrique et suivi d'une étape de recristallisation. Cette structure HL (pour Heterogeneous Lamella) est un concurrent sérieux de la structure harmonique compte tenu des résultats présentés par les auteurs, elles offrent la ductilité des matériaux à gros grains et la résistance mécanique des matériaux UFG. Des essais de traction réalisés à une vitesse de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, ont permis de confronter le comportement mécanique de structures à lamelles d'épaisseur $60 \mu\text{m}$ (HL 60), d'épaisseur $80 \mu\text{m}$ (HL 80) et d'épaisseur $100 \mu\text{m}$ (HL100) aux comportements de matériaux à gros grains et de matériaux UFG. Les résultats présentés sur la figure 29 montrent clairement que les structures HL, notamment le HL 60 et le HL 80, permettent d'atteindre les mêmes hauts niveaux de résistance que le matériau UFG tout en possédant la même ductilité que le matériau à gros grains.

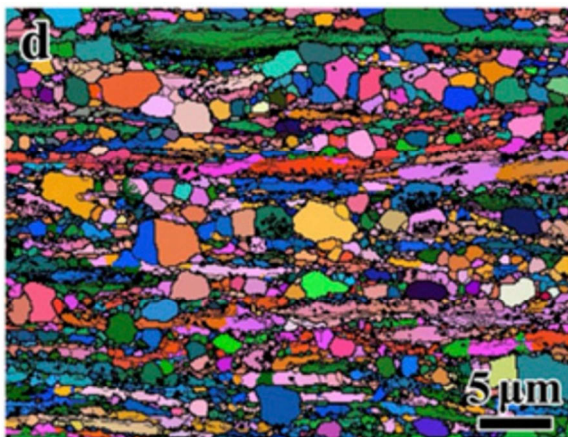


Figure 27 : Image EBSD de la structure HL après laminage et recristallisation partielle [30].

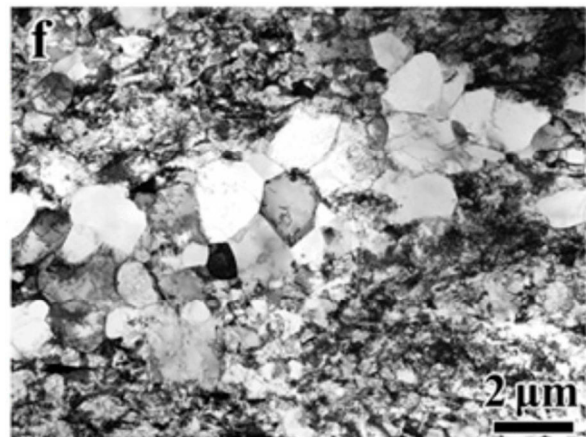


Figure 28 : Image TEM de la structure HL [30].

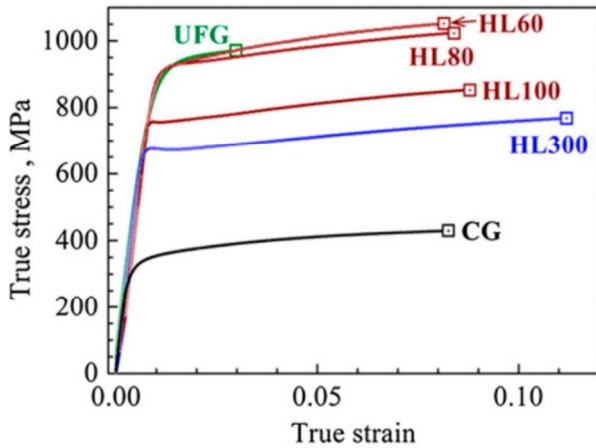


Figure 29 : Évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie [30].

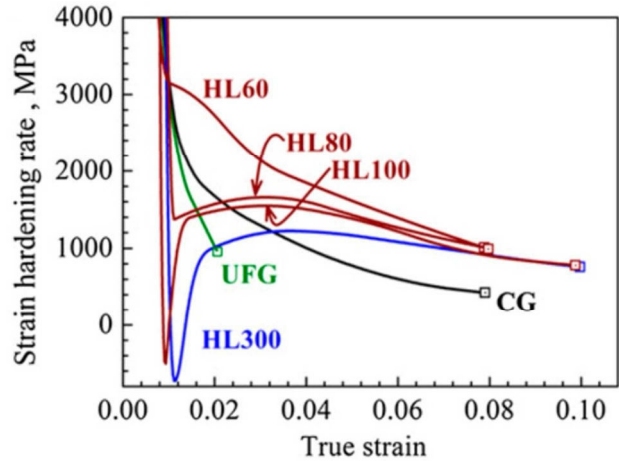


Figure 30 : Évolution du taux d'écroissage [30].

L'évolution du taux d'écroissage θ associée aux essais de traction est présentée sur la figure 30. L'évolution des courbes des matériaux à grains ultra-fins (UFG) et à gros grains (CG) est conforme à celle observée pour ce type de structure, à savoir une évolution monotone décroissante. Les différentes structures HL décrivent un écroissage en 3 stades que les auteurs expliquent de la manière suivante. Dans un premier temps, la chute rapide de θ est liée à la pénurie de dislocations mobiles au début de la déformation plastique [31] [32] ce qui obligerait les dislocations à se déplacer plus rapidement pour s'adapter à la déformation. Puis par la suite, un niveau de contrainte plus élevé est nécessaire pour déplacer les dislocations, ces dernières se multiplient rapidement conduisant à l'augmentation de θ .

Des essais « charge/décharge » (figure 31) ont été menés et la partition des contraintes réalisée sur les boucles d'hystérésis (figure 32) a permis de mettre en évidence la présence d'un back-stress important (600 MPa) qui est à l'origine de l'effet Bauschinger constaté. Les lamelles CG plus souples que les lamelles UFG, subissent davantage les effets de la déformation et serait le lieu où sont stockées de nombreuses GND qui accommodent le gradient de déformation entre les grains "mous" des lamelles CG et les grains "durs" des lamelles UFG. Ces résultats montrent que le comportement de la structure HL est piloté en grande partie par un écroissage cinématique.

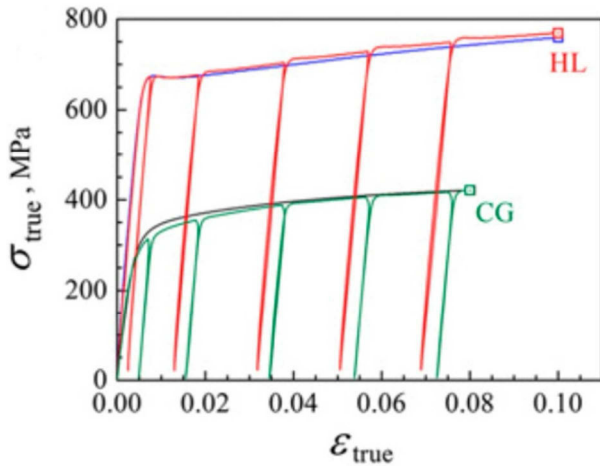


Figure 31 : Essais charge/décharge [30].

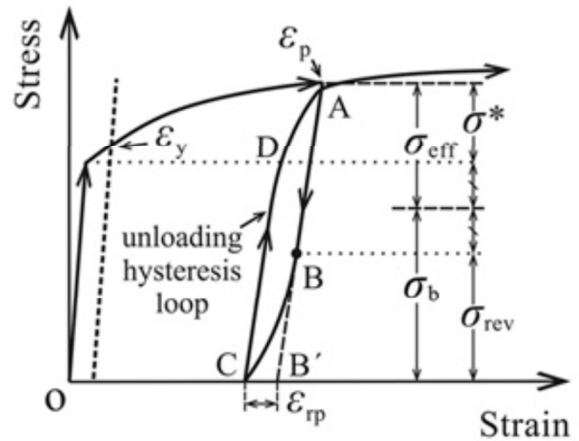


Figure 32 : Partition des contraintes [30].

Ces différentes études [9][30] ainsi que les résultats obtenus durant ces travaux de recherche montrent des points communs dans le comportement mécanique des trois « design » présentés et permettent une meilleure compréhension des mécanismes agissants sur le core et le shell. La concordance de certains résultats permettent d'avancer que la grande résistance mécanique est attribuée aux nombres importants de GND (qui ne sont que des dislocations de même signe) qui entraînent une augmentation de la résistance en accommodant le gradient de déformation causé d'une part par la différence de taille de grains et d'autre part par la différence de dureté entre le core et le shell. De plus, on a pu constater que la déformation était plus importante au niveau du shell et il est démontré par ailleurs que, localement, le nombre de GND est proportionnel à la déformation plastique. Quant au gain de ductilité, il est associé au core et plus particulièrement aux gros grains qui permettent un mouvement plus important des dislocations qui est facilité par un back-stress prépondérant.

En conclusion.

Cette discussion montre le bien-fondé du concept de structure harmonique pour concevoir des matériaux aux performances améliorées. Les résultats de cette étude confrontés à ceux de différents travaux de recherche montrent l'avantage de l'arrangement core/shell en termes de gain de ductilité et d'accroissement de la résistance.

Bibliographie du chapitre V :

- [1] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux. Tomes 1 et 2. Paris : Editions hermès, 1995. .*
- [2] G. Gottstein, *Physical Foundations of Materials Science. Springer, New York. 2004. .*
- [3] A. A. Salem, S. R. Kalidindi, R. D. Doherty, “Strain hardening of titanium: role of deformation twinning,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 14, pp. 4225–4237, Aug. 2003.
- [4] E. El Danafi, S. Asgari, R. D. Doherty, S. R. Kalidindi, “‘Strain Hardening Regimes and Microstructural Evolution during Large Strain Compression of Low Stacking Fault Energy Fcc Alloys That Form Deformation Twins.’ Metallurgical and Materials Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science) Sept. 1997.”
- [5] X. Feaugas, “«Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d’endommagement des matériaux».Mémoire d’habilitation à diriger les recherches. 1999.”
- [6] C. Gaudin, “«Etude des mécanismes associés au rochet cyclique d’un acier austénitique AISI 316L».Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne.2002.”
- [7] P. Xue, B. L. Xiao, Z. Y. Ma, “‘High tensile ductility via enhanced strain hardening in ultrafine-grained Cu,’ Mater. Sci. Eng. A, vol. 532, pp. 106–110, Jan. 2012.”
- [8] G. Dirras, S. Bouvier, J. Gubicza, B. Hasni, T. S Szilágyi."Mechanical characteristics under monotonic and cyclic simple shear of spark plasma sintered ultrafine-grained nickel", Mater. Sci. Eng. A, vol. 526, no. 1–2, pp. 201–210, Nov. 2009.
- [9] Y. Yin, W. Xu, Q.Y. Sun, L. Xiao, J. Sun, “‘Deformation and fracture behavior of commercially pure titanium with gradient nano-to-micron-grained surface layer,’ Trans. Nonferrous Met. Soc. China, vol. 25, no. 3, pp. 738–747, Mar. 2015.”
- [10] Z. Li, B. Wang, S. Zhao, R. Z. Valiev, K. S. Vecchio, and M. A. Meyers, “Dynamic deformation and failure of ultrafine-grained titanium,” *Acta Mater.*, vol. 125, pp. 210–218, Feb. 2017.
- [11] S. K. Biswas, S. V. Kailas, Y. V. R. K. Prasad, “Influence of initial texture on the microstructural instabilities during compression of. *Acta materialia*,25A:1425–1434. 1994.”
- [12] J. C. S. Nemat-Nasser, W. Guo, “Mechanical properties and deformation mechanisms of a commercially pure titanium. *Acta Materialia*, 47: 3705–3720. 1999.”
- [13] R. Doherty. AA. Salem, SR. Kalidindi, “Strain hardening regimes and microstructure evolution during large strain compression of high purity titanium,” *Scr. Mater.*, vol. 46, no. 6, pp. 419–423, Mar. 2002.
- [14] S. L. Semiatin. A.A. Salem, S.R. Kalidindi, R.D. Doherty, “Strain hardening due to deformation twinning in alpha-titanium: mechanisms.Metallurgical and Materials Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science) Jan. 2006, vol.37A, no.1, pp. 259-68.,” 2006.

- [15] W. Pantleon, H. Becker, “Work-hardening stages and deformation mechanism maps during tensile deformation of commercially pure titanium. *Computational Materials Science* 2013 vol: 76 pp: 52-59. 2013.” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 76, pp. 52–59, Aug. 2013.
- [16] E. Amouzou, “‘Caractérisation et modélisation multi-échelles de l’anisotropie et de l’hétérogénéité de la déformation plastique du -titane en conditions de traction’, thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2015.”
- [17] P. Van Houtte, F. Coghe, W. Tirry, L. Rabet, D. Schryvers, “Importance of twinning in static and dynamic compression of a Ti–6Al–4V titanium alloy with an equiaxed microstructure. *Materials Science and Engineering: A Volume 537*, 1 March 2012, Pages 1-10.”
- [18] F. Sun, J.Y. Zhang, M. Marteleur, T. Gloriant, P. Vermaut, D. Laillé, P. Castany, C. Cufs, P. J. Jacques, and F. Prima, “Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects,” *Acta Mater.*, vol. 61, no. 17, pp. 6406–6417, Oct. 2013.
- [19] C. Brozek, F. Sun, P. Vermaut, Y. Millet, D. Embury, P. J. Jacques, and F. Prima, “A β -titanium alloy with extra high strain-hardening rate: Design and mechanical properties,” *Scr. Mater.*, vol. 114, pp. 60–64, Mar. 2016.
- [20] C. Scott, O. Bouaziz, S. Allain, “Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels,” 2008.
- [21] M. Battaini, “Deformation Behaviour and Twinning Mechanisms of Commercially Pure Titanium Alloys, in Department of Materials Engineering. 2008, Monash University. p. 275.”
- [22] O. Izumi, S. Hanada, A. Takemura, “The mode of plastic deformation of β Ti-V alloys. *Transaction of the Japan Institute of Metals*, Vol . 23, no9 , pp. 507-517.1982.”
- [23] O. Izumi, S. Hanada, M. Azeki, “Deformation characteristics in β phase Ti-Nb alloys. *Metallurgical Transactions A*, Vol . 16A, May, pp. 789-795. 1985.”
- [24] O. Izumi, S. Hanada, T. Yoshio, “Effect of plastic deformation modes on tensile properties of β titanium alloys. *Trans. of the Japan Institute of Metals*, Vol . 27, ro 7, 1986.”
- [25] O. Izumi, S. Hanada, “Correlation of tensile properties, deformation modes and phase stability in commercial β -phase titanium alloys. *Metallurgical Transactions A*, Vol. 18, Februar 1981, pp. 265-211.”
- [26] O. Izumi, S. Hanada, T. Yoshio, K. Nishimura, “Tensile properties and plastic deformation mode in β -phase titanium alloys. Sixth world conference on titanium, France 1988, pp. 105- 110.”
- [27] K. Ameyama, M. Ota, K. Shimojo, S. Okada, S.K. Vajpai, “Harmonic Structure Design and Mechanical Properties of Pure Ni Compact. *J Powder Metall Min* 2014.”
- [28] K. Ameyama, M. Nakatani, Y. Fujiki, M. Ota, S. K. Vajpai, “High Temperature Mechanical Properties of Harmonic Structure Designed SUS304L Austenitic Stainless

Steel. Materials Science Forum , Vol. 879, pp 2507-2511.”

- [29] K. Ameyama, S. K. Vajpai, C. Sawangrat, O. Yamaguchi, O. P. Ciuca, “Effect of bimodal harmonic structure design on the deformation behaviour and mechanical properties of Co-Cr-Mo alloy. Materials Science and Engineering C 58 (2016) 1008–1015.”
- [30] X. Wu, M. Yang, F. Yuan, G. Wu, Y. Wei, X. Huang, Y. Zhu. “Heterogeneous lamella structure unites ultrafine-grain strength with coarse-grain ductility. PNAS, November 24, 2015, vol. 112, no. 47, pp. 14501–14505.”
- [31] X. Huang, N. Hansen, N. Tsuji. “Hardening by annealing and softening by deformation in nanostructured metals. Science 312(5771):249–251. 2006.”
- [32] M.D. Uchic, D.M. Dimiduk, J.N. Florando, W.D. Nix. “Sample dimensions influence strength and crystal plasticity. Science 305(5686):986–989.2004.”

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Ce chapitre conclut la thèse en donnant un bilan du travail effectué et les perspectives envisageables au terme de cette recherche.

Résistant ou ductile ? Pendant longtemps il a fallu choisir l'une ou l'autre de ces propriétés, car les matériaux sont soit ductiles soit résistants, mais très peu présentent simultanément ces deux caractéristiques. Le pari pour demain est donc de concevoir des matériaux offrant le meilleur compromis en termes de combinaison entre autres, de ces deux propriétés antinomiques... Il est en passe d'être relevé. En effet, ces dernières années différentes conceptions structurelles ont vu le jour. Nanostructurés, à grains ultra-fins, bimodaux, harmoniques, lamellaires ou à gradient, ces nouvelles structures ont montré un bon équilibre entre résistance et ductilité, propriétés déterminantes pour les matériaux structurels de demain.

Ce travail de thèse, effectué au sein du laboratoire LSPM, s'inscrit dans le cadre du projet ANR HighS-Ti ayant pour objectif la conception et le développement de microstructures dites harmoniques au moyen de la métallurgie des poudres. La structure harmonique obtenue après frittage/consolidation de la poudre déformée est constituée d'un réseau 3D continu, le squelette, à grains ultrafins (le shell) entourant un cœur constitué de gros grains (le core).

Les matériaux retenus sont le titane pur (Ti), le TA6V (Ti-6Al-4V) et le TNZ (Ti-25Nb-25Zr) en raison de leur importance technologique. L'étude a consisté à comparer le comportement mécanique de deux structures, l'une conventionnelle et l'autre harmonique.

Des essais de cisaillement simple (qui permettent d'imposer de grandes déformations) et des essais de cisaillement cyclique, pour deux amplitudes différentes +/-1% et +/-2% (qui permettent de remonter à l'origine de l'écrouissage) ont été menés à une vitesse de déformation de 10^{-3}s^{-1} . Afin de discuter de l'origine du durcissement, une description de l'évolution du taux d'écrouissage a été réalisée. Dans le but d'identifier le type d'écrouissage, le rôle et la nature des contraintes présentes pendant la déformation, une partition des contraintes a été effectuée. Une caractérisation des propriétés cristallographiques par le biais de cartographies EBSD vient compléter l'ensemble des données. Les aspects mise en forme de la structure harmonique ont été abordés par le biais du laminage à froid.

La finalité de ce travail est une meilleure compréhension des mécanismes de déformation agissant sur la structure harmonique en apportant des réponses à certaines questions. La structure harmonique est-elle une réponse à l'antinomie de la ductilité et de la contrainte d'écoulement ? Les matériaux à structure harmonique possèdent-ils de meilleures propriétés mécaniques que les mêmes matériaux ayant des structures plus classiques ?

À propos du Ti pur.

Concernant les essais de cisaillement monotone. Ils montrent que la structure harmonique permet d'augmenter la résistance mécanique, mais que sa ductilité est bien inférieure à celle de la structure conventionnelle. Cependant, l'allongement de 24% présenté par l'arrangement core/shell est plus que satisfaisant. L'étude du taux d'érouissage montre que les deux courbes sont superposables ce qui indique qu'elles présentent une réponse similaire à la sollicitation. Elles décrivent toutes les deux une évolution décroissante monotone.

Concernant les essais de cisaillement cyclique. On constate que l'allure globale des courbes est identique. Les deux structures présentent une évolution homothétique des cycles centrés à l'origine avec une symétrie entre les segments montants et descendants associés à un durcissement cyclique. Les niveaux de contrainte atteints par les cycles de la structure harmonique sont nettement supérieurs à ceux de la structure conventionnelle. Pour la structure harmonique uniquement, les essais cycliques mettent en évidence un cycle de saturation tout comme l'apparition d'un effet Bauschinger. Le matériau conventionnel supporte une déformation cumulée plus importante que le matériau harmonique. La déformation atteinte respectivement pour les amplitudes +/-1% et +/-2%, 250% et 174% pour la structure conventionnelle contre 146% et 121% pour la structure harmonique. Sous cisaillement cyclique, les premiers cycles de déformation révèlent un érouissage en trois stades, puis progressivement ces trois stades laissent place à une décroissance monotone.

Concernant la partition des contraintes. Elle précise que la contrainte macroscopique est influencée par la contrainte interne. La contrainte effective quant à elle, est constante ou diminue selon l'amplitude de la sollicitation. Si on observe l'évolution du durcissement, on remarque que c'est l'érouissage cinématique qui guide le comportement macroscopique et que l'érouissage isotrope décroît au fur et à mesure de la déformation.

Concernant la caractérisation post-mortem par EBSD. Elle montre que la structure conventionnelle comporte plusieurs macles de compression et de traction et une grande proportion de LAGB, et ce quel que soit le mode de cisaillement. Pour la structure harmonique, les cartographies sembleraient montrer une disparition locale du shell. Le niveau de déformation y est le plus élevé.

À propos du TNZ.

Concernant les essais de cisaillement monotone. On constate que la structure harmonique affiche les mêmes performances que la structure conventionnelle. Les deux atteignent des niveaux de résistance voisins, 750 MPa pour le matériau conventionnel et 773 MPa pour le matériau harmonique. La ductilité est très proche, mais donne un très léger avantage à la structure conventionnelle 21,4% contre 20,4% pour l'harmonique. L'étude du taux d'érouissage montre que les deux structures suivent la même évolution décroissante monotone. La courbe du matériau conventionnel est légèrement au-dessus ce qui indique un durcissement légèrement plus important.

Concernant les essais de cisaillement cyclique. Ils ont clairement mis en évidence une allure différente des cycles. L'enveloppe des cycles du TNZ harmonique est plus régulière avec une évolution homothétique des cycles accompagnée d'une symétrie du comportement mécanique. Le TNZ conventionnelle présente une enveloppe globale plus "penchée" avec des cycles s'inclinant au fur et à mesure de la déformation, sans symétrie entre les segments montants et descendants. Sous sollicitation cyclique, la structure harmonique atteint des niveaux de contrainte plus élevés par contre la structure conventionnelle permet une plus grande déformation cumulée. Cette dernière atteinte respectivement pour les amplitudes +/- 1% et +/- 2%, 268% et 217% pour la structure conventionnelle contre 146% et 137% pour la structure harmonique. L'évolution du taux d'érouissage des différents cycles décrit une allure monotone décroissante pour le matériau harmonique avec un cycle de saturation tandis que pour le matériau conventionnel, elle fait apparaître un adoucissement cyclique.

Concernant la partition des contraintes. Elle révèle que pour les deux matériaux, la contrainte macroscopique évolue de manière croissante et est pilotée par la contrainte interne. Pour le matériau conventionnel, un effet plus important de la contrainte effective en début de déformation est observé. Concernant l'évolution du durcissement durant les cycles, on constate que c'est l'érouissage cinématique qui guide le comportement macroscopique.

Concernant la caractérisation post-mortem par EBSD. Elle montre que la structure conventionnelle se déforme en donnant naissance à de nombreuses macles de type $\Sigma 11$. La structure harmonique quant à elle ne présente pas de macle à cette échelle d'observation. La structure core/shell permettrait d'inhiber le phénomène de maclage en délocalisant la déformation au niveau du shell.

À propos du TA6V.

Concernant les essais de cisaillement monotone. Les deux structures atteignent des niveaux de contrainte similaires (1088 MPa pour l'harmonique et 1021 MPa pour la conventionnelle). La déformation à la rupture est quant à elle identique, 13,2% pour l'harmonique et 12,8% pour la conventionnelle. L'étude du taux d'érouissage montre pour tous les matériaux la même évolution décroissante monotone. Aux faibles déformations ($< 2\%$), la courbe harmonique est au-dessus de la conventionnelle impliquant un durcissement plus important.

Concernant les essais de cisaillement cyclique. Ils dévoilent une évolution homothétique des cycles accompagnée d'un durcissement cyclique. On constate une influence de l'amplitude de déformation, en effet pour la sollicitation $\pm 1\%$, les courbes des deux matériaux se superposent tandis que pour la sollicitation $\pm 2\%$, le matériau harmonique atteint des niveaux de contrainte plus élevés que le matériau conventionnel. Si on superpose, pour une même structure, les courbes obtenues pour les deux amplitudes, on note une différence des pentes élastiques ce qui provoque un décalage des cycles. La déformation ϵ cumulée relevée pendant les essais cycliques indique que la structure harmonique est plus ductile puisqu'elle atteint respectivement pour les amplitudes $\pm 1\%$ et $\pm 2\%$, 60,6% et 32% contre 34,5% et 27,7% pour la structure conventionnelle. Un effet Bauschinger est visible lors de la déformation de la structure harmonique. Concernant le taux d'érouissage, pour les deux structures, les courbes décrivent une diminution monotone. Le durcissement cyclique observé précédemment est confirmé. Les tracés montrent que le taux d'érouissage peut suivre soit une décroissance monotone soit présenter une évolution en trois stades.

Concernant la partition des contraintes. Elle indique que, pour les deux matériaux, c'est la contrainte interne qui pilote la contrainte macroscopique, la contrainte effective diminue faiblement. Pour cette dernière, seule sa part athermique contribue à son évolution. L'évolution du durcissement dévoile que l'érouissage cinématique dirige le comportement macroscopique. L'érouissage isotrope lui décroît faiblement.

Concernant la caractérisation EBSD. Elle révèle que la déformation est homogène, certaines zones présentent un niveau de déformation plus élevé dans lesquelles sont localisées un grand nombre de LAGB. Concernant la structure harmonique, la configuration core/shell est préservée. La déformation est plus élevée dans le core que dans le shell.

D'une manière générale.

Les essais de cisaillement monotone indiquent que l'arrangement core/shell permet d'améliorer les performances des structures harmoniques du Ti pur, du TNZ et du TA6V en comparaison avec les mêmes matériaux à structure conventionnelle. Si pour le Ti pur, la résistance de la structure harmonique est supérieure à celle de la structure conventionnelle, il n'en est pas de même pour la ductilité qui est plus faible. En revanche, pour le TNZ et le TA6V, la structure harmonique présente une ductilité très proche de celle de la structure conventionnelle pour une résistance supérieure. La structure harmonique offre donc un bon compromis entre résistance et ductilité.

Les essais en cisaillement cyclique ont montré que pour les trois matériaux étudiés dans le cadre de ce travail, la structure conventionnelle permet d'atteindre une déformation cumulée plus importante que la structure harmonique. Par contre, la structure harmonique atteint des niveaux de contrainte supérieurs à la structure conventionnelle. Donc, en termes de déformation cumulée, la ductilité de la structure harmonique n'est pas celle escomptée.

En plus d'améliorer la résistance mécanique, la structure harmonique permet, si ce n'est un gain, de préserver une certaine ductilité. L'arrangement core/shell permet de contenir ou de réduire les incompatibilités de déformation plastique en "stockant" des GND au niveau du shell.

La partition des contraintes montre clairement le rôle prépondérant de la contrainte interne (ou back-stress) et de l'écrouissage cinématique dans le comportement mécanique de la structure harmonique.

Le laminage à froid a montré les bonnes capacités de mise en forme de la structure harmonique. Des fissures ne sont apparues qu'à partir de 50% de laminage. Les fissures s'initient et se propagent préférentiellement dans le shell.

Pour conclure, les performances de la structure harmonique montrent qu'elle a en grande partie remporté son pari de réconcilier ductilité et résistance. En effet, les matériaux à structure core/shell ont atteint des niveaux de contrainte légèrement supérieurs aux matériaux plus conventionnels tout en gardant une ductilité proche voire égale à celle de ces matériaux.

Perspectives.

D'un point de vue expérimental, ces travaux de thèse ont permis de caractériser le comportement mécanique de la structure harmonique et d'identifier la nature des contraintes présentes durant la déformation.

Le comportement de l'arrangement harmonique serait à approfondir. Une analyse à l'échelle du MET permettrait de préciser le lien entre le mouvement des dislocations et la déformation du shell et du core. Certaines incertitudes et/ou insuffisances pourraient être levées.

D'autres types de chargement de la structure harmonique sont à envisager. Par exemple, il serait intéressant de procéder à des essais de cisaillement en mode "charge/décharge" et d'étudier les boucles d'hystérésis engendrées et de déterminer l'énergie de déformation dissipée par la structure harmonique.

Soumettre la structure harmonique à un procédé de déformation sévère permettrait de jauger des capacités de déformation du core et du shell et de constater si oui ou non la structure est préservée. Des essais d'extrusion différentielle sont réalisables au sein du LSPM pour répondre à cette interrogation.

Dans la continuité du laminage à froid, le laminage à chaud est une voie à explorer, l'idée étant de générer une tôle tout en gardant intact la structure harmonique par recristallisation dynamique du shell.

Les aspects modélisation sont également à prendre en compte d'autant plus que la première étude sur le sujet est parue très récemment. Un modèle numérique tridimensionnel multi-échelle pour simuler les comportements et l'endommagement du titane pur à structure harmonique a été développé [1]. Les résultats de la simulation numérique montrent que le modèle proposé peut prédire de manière appropriée le comportement de la structure harmonique.

[1] "A three-dimensional multi-scale polycrystalline plasticity model coupled with damage for pure Ti with harmonic structure design". International Journal of Plasticity, Volume 100, January 2018, Pages 192-207. J. Liu, J. Li, G. Dirras, K. Ameyama, F. Cazes, M. Ota

INDEX
DES FIGURES, DES PLANCHES
ET DES TABLEAUX

Index des figures

Chapitre I

Figure 1 : Structure cristallographique du titane en fonction de la température.	12
Figure 2 : Transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$	12
Figure 3 : Classification des alliages de titane dans un diagramme Aléq / Moéq.	18
Figure 4 : Classification des alliages de titane en fonction de leur composition.	19
Figure 5 : Diagramme pseudo-binaire applicable aux alliages de titane.	21
Figure 6 : Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques du titane.	23
Figure 7 : Structures d'alliage de titane β CEZ, (a) fines aiguilles, (b) structure bimodale. ...	24
Figure 8 : Exemples de structure d'alliage de titane TA6V.	24
Figure 9 : Variation de la limite élastique en fonction de la taille de grain.	29
Figure 10 : Concept de dislocations géométriquement nécessaires.	31
Figure 11 : Représentation des champs de contraintes générées par les dislocations.	31
Figure 12 : Représentation schématique de l'influence des SSD et GND.	32
Figure 13 : Représentation schématique de l'évolution de la contrainte d'écoulement.	34
Figure 14 : Projection de l'effort appliqué sur un plan de glissement et scission résolue τ	37
Figure 15 : Plans de glissement dans la phase α	38
Figure 16 : Plans de glissement dans la phase β	39
Figure 17 : Étapes successives du maclage.	40
Figure 18 : Caractérisation du maclage par type de sollicitation dans les alliages de titane.	41
Figure 19 : Principe de l'écrouissage cinématique.	43
Figure 20 : Principe de l'écrouissage isotrope.	43
Figure 21 : Schématisation de l'effet Bauschinger.	44
Figure 22 : Schématisation de la force appliquée à une dislocation.	45
Figure 23 : Schématisation des champs de contraintes rencontrés par une dislocation.	46
Figure 24 : Partition des contraintes selon Feaugas.	49
Figure 25 : Estimation de X_c et R	51

Chapitre II

Figure 1 : Représentation schématique de la structure harmonique.	61
Figure 2 : Protocole d'élaboration des structures conventionnelles et harmoniques.	61
Figure 3 : Principe de fonctionnement du SPS.	62
Figure 4 : Méthode PREP, principe de la fusion par torche plasma.	63
Figure 5 : Poudres de Ta6V, (a) obtenus par PREP, (b) obtenus par atomisation.	64
Figure 6 : Poire d'interaction entre le faisceau d'électron et la matière.	64
Figure 7 : Principales émissions dues aux interactions faisceau d'électrons/échantillon.	65
Figure 8 : Principe de formation des lignes de Kikuchi.	67
Figure 9 : Représentation schématique du principe de l'EBSD.	68
Figure 10 : Principe de formation des lignes de Kikuchi.	70

Figure 11 : Cartographie d'orientations des grains (IPF).....	71
Figure 12: Cartographie IQ + joints de grains.....	71
Figure 13 : Cartographie KAM	71
Figure 14 : Cartographie des phases	71
Figure 15 : Représentation du kernel sur une grille hexagonale.....	72
Figure 16 : Cartographie des grains.	73
Figure 17 Eprouvette de TA6V, polissage miroir (a), polissage électrolytique (b).	74
Figure 18 : Dispositif de cisaillement monté sur la machine MTS.....	75
Figure 19 : Mise en place de l'éprouvette entre les mors du dispositif.....	75
Figure 20 : Eprouvette avant cisaillement (a) et après cisaillement (b).	76
Figure 21: Géométries des éprouvettes de cisaillement.	76

Chapitre III

Figure 1 : Identification des segments de montée et de descente.....	80
Figure 2 : Structure conventionnelle IP (a) versus structure harmonique MM (b).	81
Figure 3: Poudre initiale de Ti pur.	83
Figure 4 : Essai de cisaillement monotone Ti pur.	86
Figure 5 : Évolution du taux d'écrouissage du Ti pur en cisaillement simple.....	87
Figure 6 : Essai de cisaillement cyclique, matériau conventionnel IP, amplitude +/-1%.	91
Figure 7 : Essai de cisaillement cyclique, matériau conventionnel IP, amplitude +/-2%.	91
Figure 8 : Superposition des essais cycliques, matériau conventionnel.....	91
Figure 9 : Essai de cisaillement cyclique, matériau harmonique MM, amplitude +/-1%.	92
Figure 10 : Superposition des essais cycliques, matériau harmonique	92
Figure 11 : Essai de cisaillement cyclique, matériau harmonique MM, amplitude +/-2%.	92
Figure 12 : Superposition des courbes, harmonique et conventionnelle, amplitude +/-1%...	93
Figure 13 : Superposition des courbes, harmonique et conventionnelle , amplitude +/-2%...	93
Figure 14 : Cycles n° 3,4 et 13,14, conventionnelle , amplitude +/-1%.	93
Figure 15 : Matériau conventionnel , amplitude +/-2%.	93
Figure 16 : Matériau harmonique, amplitude +/-2%.....	94
Figure 17 : Matériau harmonique, amplitude +/-1%.....	94
Figure 18 : Matériau conventionnelle, amplitude +/-2%, absence d'effet.	94
Figure 19 : Matériau harmonique, amplitude +/-2%, caractérisation de l'effet Bauschinger..	94
Figure 20 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau conventionnel, amplitude +/-1%.	95
Figure 21 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau conventionnel, amplitude +/-2%.	95
Figure 22 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau harmonique, amplitude +/-1%.....	96
Figure 23 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau harmonique, amplitude +/-2%.....	96
Figure 24 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau harmonique, +/-1%, N = 6 cycles	97
Figure 25 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau harmonique, +/-2%, N = 4 cycles	97
Figure 26 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau conventionnel, +/-2%, N = 3 cycles...	97
Figure 27 : Évolution du taux d'écrouissage, matériau harmonique, +/-1%, N = 3 cycles	97
Figure 28 : Poudre initiale de TNZ.	107

Figure 29 : Poudre TNZ MM après broyage mécanique.	108
Figure 30 : Essai de cisaillement monotone TNZ.	111
Figure 31 : Évolution du taux d'érouissage du TNZ en cisaillement simple.....	112
Figure 32: Essai de cisaillement cyclique, matériau conventionnel IP, amplitude +/-1%... 117	117
Figure 33 : Essai de cisaillement cyclique, matériau conventionnel IP, amplitude +/-2%... 117	117
Figure 34 : Superposition des essais cycliques, matériau conventionnel IP	117
Figure 35 : Essai de cisaillement cyclique, matériau harmonique MM, amplitude +/-1%... 118	118
Figure 36 : Essai de cisaillement cyclique, matériau harmonique MM, amplitude +/-2%... 118	118
Figure 37 : Superposition des essais cycliques, matériau harmonique MM	118
Figure 38 : Superposition des essais cycliques, harmonique et conventionnelle, +/-1%..... 119	119
Figure 39 : Superposition des essais cycliques, harmonique et conventionnelle, +/-2%..... 119	119
Figure 40 : Cycles n° 2,3,4 et 9,10,11, matériau harmonique, +/-1%	120
Figure 41 : Cycles n° 2,3,4 et 12,13,14,15, matériau conventionnel, +/-1%	120
Figure 42 : Matériau conventionnel IP, amplitude +/- 1%, décomposition des cycles..... 121	121
Figure 43 : Évolution du taux d'érouissage, matériau conventionnel, amplitude +/-1%.... 122	122
Figure 44 : Évolution du taux d'érouissage, matériau conventionnel, amplitude +/-2%.... 122	122
Figure 45 : Évolution du taux d'érouissage, matériau harmonique, amplitude +/-1%..... 123	123
Figure 46 : Évolution du taux d'érouissage, matériau harmonique, amplitude +/-2%..... 123	123
Figure 47 : Poudre initiale de TA6V	134
Figure 48 : Essai de cisaillement monotone TA6V.....	137
Figure 49 : Évolution du taux d'érouissage TA6V en cisaillement simple.....	138
Figure 50 : Essai de cisaillement cyclique, matériau conventionnel IP, amplitude +/-1%... 143	143
Figure 51 : Essai de cisaillement cyclique, matériau conventionnel IP, amplitude +/-2%... 143	143
Figure 52 : Superposition des essais cycliques, matériau conventionnel.....	143
Figure 53 : Essai de cisaillement cyclique, matériau harmonique MM, amplitude +/-1%... 144	144
Figure 54 : Essai de cisaillement cyclique, matériau harmonique MM, amplitude +/-2%... 144	144
Figure 55 : Superposition des essais cycliques, matériau harmonique	144
Figure 56 : Superposition des essais cycliques, amplitude +/-1%	142
Figure 57 : Superposition des essais cycliques, amplitude +/-2%	142
Figure 58 : Matériau conventionnelle, amplitude +/-2%, absence d'effet Bauschinger	145
Figure 59 : Matériau harmonique, amplitude +/-2%, caractérisation de l'effet Bauschinger 145	145
Figure 60 : Évolution du taux d'érouissage, matériau conventionnel, amplitude +/-1% 146	146
Figure 61 : Évolution du taux d'érouissage, matériau conventionnel, amplitude +/-2% 146	146
Figure 62 : Évolution du taux d'érouissage, matériau harmonique, amplitude +/-1%..... 147	147
Figure 63 : Évolution du taux d'érouissage, matériau harmonique, amplitude +/-2%..... 147	147

Chapitre IV

Figure 1 : Organigramme du projet HighS-Ti.....	160
Figure 2 : Principe du laminage.	161
Figure 3 : Laminoir Redex.	162
Figure 4 : Échantillons avant et après laminage.....	162
Figure 5 : Échantillons laminés numérotés	162
Figure 6 : Échantillons conventionnels laminés.....	166
Figure 7 : Échantillons harmoniquesnés	166
Figure 8 : Échantillon conventionnel laminé à 10%, propagation des fissures.....	167
Figure 9 : Échantillon harmonique laminé à 50%, propagation des fissures	167
Figure 10 : Principe d'élaboration de l'éprouvette de fissuration CT.....	169
Figure 11 : Propagation des fissures dans le titane pur.	169
Figure 12 : Propagation des fissures dans le structure harmonique du TA6V.....	170
Figure 13 : Propagation de la fissure initiée dans un gros grains du core.....	170
Figure 14 : Représentation de la structure harmonique, état initial et après laminage.	171

Chapitre V

Figure 1 : (a) courbe rationnelle de traction, (b) évolution du taux d'érouissage	177
Figure 2 : Évolution du taux d'érouissage du cuivre.....	178
Figure 3 : Évolution du taux d'érouissage du titane UFG (SMGT).	178
Figure 4 : Taux d'érouissage du titane UFG en fonction de la vitesse de déformation	178
Figure 5 : Évolution du taux d'érouissage du TNZ.	179
Figure 6 : Cartographie KAM du Ti pur harmonique après cisaillement simple.....	180
Figure 7 : Évolution du taux d'érouissage du Ti pur en compression.....	181
Figure 8 : Évolution du taux d'érouissage du Ti pur pour différents chargements.....	181
Figure 9 : Évolution du taux d'érouissage Ti pur en traction.....	181
Figure 10 : (a) évolution de la contrainte vraie, (b) évolution du taux d'érouissage, Ti.....	182
Figure 11 : (a) évolution de la contrainte vraie (b) évolution du taux d'érouissage TA6V.	183
Figure 12 : Évolution du taux d'érouissage Ti pur,.....	183
Figure 13 : Évolution du taux d'érouissage TA6V,.....	183
Figure 14 : Évolution du taux d'érouissage TNZ, essais cycliques, amplitude +/-1%	184
Figure 15 : Cartographie IPF du TNZ conventionnelle, cisaillement cyclique +/- 1%	185
Figure 16 : Cartographie IPF du TNZ harmonique, cisaillement cyclique +/- 1%	185
Figure 17 : Cartographie KAM du TNZ harmonique, cisaillement +/- 1%	186
Figure 18 : Cartographie IPF du TNZ conventionnelle, cisaillement cyclique +/- 1%	186
Figure 19 : Nickel, évolution de la contrainte en fonction de la déformation.....	187
Figure 20 : Nickel, évolution du taux d'érouissage.....	187
Figure 21 : SUS304L, évolution de la contrainte en fonction de la déformation	188
Figure 22 : SUS304L, évolution du taux d'érouissage.....	188
Figure 23 : Co-Cr-Mo, évolution de la contrainte en fonction de la déformation	189

Figure 24 : Représentation schématique de la structure SMGT.....	190
Figure 25 : (a) évolution de la contrainte vraie, (b) évolution du taux d'écrouissage	190
Figure 26 : Interprétation de l'évolution du taux d'écrouissage	190
Figure 27 : Image EBSD de la structure HL après laminage et recristallisation partielle	191
Figure 28 : Image TEM de la structure HL.....	191
Figure 29 : Évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie.....	192
Figure 30 : Évolution du taux d'écrouissage.....	192
Figure 31 : Essais charge/décharge	193
Figure 32 : Partition des contraintes.....	193

Index des planches

Chapitre III

Planche 1: état initial Ti pur IP.....	85
Planche 2 : état initial Ti pur MM.	85
Planche 3: Caractérisation EBSD du Ti pur conventionnel après cisaillement simple.....	88
Planche 4 : caractérisation EBSD Ti pur harmonique après cisaillement simple.	89
Planche 5 : Ti pur harmonique essai cyclique, amplitude +/- 1%.....	99
Planche 6 : Ti pur conventionnel.....	99
Planche 7 : Ti pur harmonique essai cyclique, amplitude +/- 2%.....	101
Planche 8 : Ti pur conventionnel essai cyclique, amplitude +/- 2%	101
Planche 9 : Caractérisation EBSD du Ti conventionnel, cisaillement +1/-1	103
Planche 10 : Caractérisation EBSD du Ti harmonique, cisaillement cyclique +1/-1	104
Planche 11: Caractérisation EBSD de l'état initial	109
Planche 12 : Caractérisation EBSD de l'état initial	110
Planche 13: Caractérisation EBSD du TNZ conventionnel cisaillement monotone.....	114
Planche 14 : Caractérisation EBSD du TNZ harmonique cisaillement monotone.....	115
Planche 15 : TNZ harmonique essai cyclique, amplitude +/- 1%.....	125
Planche 16 : TNZ conventionnel.....	125
Planche 17 : TNZ harmonique essai cyclique, amplitude +/- 2%.....	127
Planche 18 : TNZ conventionnel essai cyclique, amplitude +/- 2%	127
Planche 19 : Caractérisation EBSD du TNZ conventionnel, cisaillement cyclique +1/-1.....	130
Planche 20 : caractérisation EBSD du TNZ harmonique, cisaillement cyclique +1/-1	131
Planche 21 : Caractérisation EBSD de l'état initial du TA6V conventionnel	135
Planche 22 : caractérisation EBSD de l'état initial du TA6V harmonique	136
Planche 23 : caractérisation EBSD du TA6V conventionnel après cisaillement simple	140
Planche 24 : caractérisation EBSD du TA6V harmonique après cisaillement simple.....	141
Planche 25 : TA6V harmonique, essai cyclique, amplitude +/- 1%	148
Planche 26 : TA6V conventionnel, essai cyclique, amplitude +/- 1%.....	148
Planche 27 : TA6V harmonique essai cyclique, amplitude +/- 2%	150
Planche 28 : TA6V conventionnel essai cyclique, amplitude +/- 2%.....	150

Planche 29 : Caractérisation EBSD du TA6V conventionnel, cisaillement cyclique +1/-1 .. 152
 Planche 30 : Caractérisation EBSD du TA6V harmonique, cisaillement cyclique +1/-1 153

Chapitre IV

Planche 1 : Cartographies IPF et KAM TA6V conventionnelle durant le laminage. 164
 Planche 2 : Cartographies IPF et KAM TA6V harmonique durant le laminage..... 165
 Planche 3: Caractérisation EBSD des fissures TA6V conventionnelle laminée à 10%..... 168
 Planche 4 : Caractérisation EBSD des fissures TA6V harmonique laminée à 50%. 168

Index des tableaux

Chapitre I

Tableau 1: Diagramme de changement de phase en fonction des éléments d'addition. 14
 Tableau 2 : Constantes élastiques des tenseurs d'élasticité (en GPa) des phases α et β 35
 Tableau 3 : Systèmes de glissement dans la phase α 38
 Tableau 4 : Systèmes de glissement dans la phase β 39
 Tableau 5 : Caractéristiques des modes de maclages dans les alliages de titane. 40

Chapitre III

Tableau 1 : Composition de la poudre issue du PREP 83
 Tableau 2 : Propriétés mécaniques du Ti pur IP et MM 105
 Tableau 3 : Performances du Ti pur IP et MM 105
 Tableau 4 : Composition de la poudre issue du PREP 107
 Tableau 5 : Propriétés mécaniques du TNZ IP et MM. 132
 Tableau 6 : Performances du TNZ IP et MM..... 132
 Tableau 7 : Composition de la poudre issue du PREP..... 134
 Tableau 8 : Propriétés mécaniques du TA6V IP et MM 154
 Tableau 9 : Tableau 8 : Propriétés mécaniques du TA6V IP et MM 154

Étude comparative du comportement mécanique et des mécanismes de déformation sous cisaillement simple monotone et cyclique des alliages de titane élaborés par métallurgie des poudres : structures harmoniques versus alliages conventionnels.

Résumé : Le développement de matériaux conventionnels met l'accent sur l'affinement et l'homogénéisation des tailles de grains. Cela, ne satisfait généralement pas le besoin d'avoir des matériaux à la fois résistants et ductiles, deux caractéristiques plutôt antagonistes. Dans la présente étude, le concept de structure harmonique (HS) permettant de créer une microstructure, hétérogène, à gradient de taille des grains est utilisé pour surmonter cette antinomie. Les matériaux HS sont constitués de structures à grains ultrafins et à gros grains, appelées «coquille» et «cœur», respectivement. Le réseau de coquilles étant interconnecté en 3D. Dans cette étude, le Ti pur, et les deux alliages Ti-6Al-4V et Ti-25Nb-25Zr sont traités de manière à produire des matériaux HS. Leurs propriétés mécaniques, ainsi que celles des matériaux homogènes (conventionnels) correspondants ont été évaluées principalement en cisaillement simple (monotone et cyclique). En particulier, les matériaux HS démontrent comme attendu, une forte résistance mécanique, sans perte ductilité. Pour accéder aux mécanismes de durcissement, un modèle de partition des contraintes est appliqué et les différentes contributions à la contrainte macroscopique ont été extraites et leur influence sur l'évolution du durcissement est présentée et discutée, en relation avec les mécanismes de déformation sous-jacents. En particulier, la délocalisation de la déformation plastique due au gradient de microstructure et la périodicité de cette dernière joue un rôle fondamental dans les comportements observés.

Mots clés : Structure harmonique, alliages de titane, cisaillement simple, propriétés mécaniques, partition des contraintes

Mechanical behavior and deformation mechanisms under monotonous and cyclic shear tests of titanium alloys developed by powder metallurgy: harmonic structures versus conventional alloys.

Abstract : Conventional material developments have emphasized ultrafine grain refinement and homogenization. However, nanostructured and homogeneous materials do not usually satisfy the need to be both strong and ductile, which are, of course, rather contradictory characteristics. In the framework of this study, the concept of Harmonic Structure Materials Design (HS) that creates a nanostructured and heterogeneous microstructure has been used as a means to create materials to overcome that antinomy through its unique microstructure. The HS materials consist of ultra-fine grain and coarse grain structures known as shell and core, respectively. They have a network structure of continuously connected shells. In this study, pure Ti, Ti-6Al-4V and Ti-25Nb-25Zr alloys were processed so as to produce HS materials. The mechanical properties of HS and homogeneous (conventional) counterpart materials were evaluated mainly through simple shear tests (monotonous and cyclic). In particular, the HS materials high strengths, without ductility lost under simple shear loadings. Stress partitioning model was applied and the different contributions to the applied macroscopic stress were extracted and their influence on the work hardening evolution presented and discussed, in relation to the underlying deformation mechanisms. In particular, the delocalization of plastic deformation due to the grain size gradient plays a fundamental role in the observed behavior.

Keywords : Harmonic structures, titanium alloys, simple shear tests, mechanical properties, stress partition